



HAL
open science

Etude des mécanismes d'endommagement de films minces métalliques déposés sur substrats souples pour l'électronique flexible

Marie Le Druillennec

► **To cite this version:**

Marie Le Druillennec. Etude des mécanismes d'endommagement de films minces métalliques déposés sur substrats souples pour l'électronique flexible. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Grenoble Alpes, 2017. Français. NNT : 2017GREAI108 . tel-01739654

HAL Id: tel-01739654

<https://theses.hal.science/tel-01739654>

Submitted on 21 Mar 2018

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Marie LE DRUILLENNEC

Thèse dirigée par **Rafael ESTEVEZ**,
Vincent MANDRILLON
et **Guillaume PARRY**,

préparée au sein du **CEA LETI (LCFC)** et du **Laboratoire SIMAP**
et de **École doctorale IMEP2**

Étude des mécanismes d'endommagement de films minces métalliques déposés sur substrats souples pour l'électronique flexible

Thèse soutenue publiquement le **8 décembre 2017**,
devant le jury composé de :

M. Loic VANEL

Professeur, Université Lyon 1, Président

M. Étienne BARTHEL

Directeur de Recherche CNRS, ESPCI Paris, Rapporteur

M. Éric Martin

Professeur, Université Bordeaux 1, Rapporteur

M. Rafael ESTEVEZ

Professeur, Université Grenoble Alpes, Directeur de thèse

M. Guillaume PARRY

Maître de conférences, Université Grenoble Alpes, Co-directeur de thèse

M. Vincent MANDRILLON

Ingénieur-Chercheur, CEA Grenoble, Co-encadrant de thèse

M. Mohamed SAADAoui

Chargé de recherche, École des Mines de Saint-Etienne, Invité

Mme. Rose-Marie SAUVAGE

Responsable domaine Nanotechnologies, DGA, Invitée



Remerciements

Ces quelques mots situés en début de manuscrit sont pourtant les derniers que je rédige. Après avoir pris un peu de recul sur cette grande aventure qu'est la thèse, il est en effet maintenant temps de remercier toutes les personnes qui m'ont aidé, guidé et soutenu au cours de ces trois années.

Tout d'abord, je remercie les membres du jury pour l'intérêt porté à mon travail en acceptant de l'évaluer, ainsi que pour m'avoir accordé le grade de Docteur. Un grand merci au Professeur Loïc Vanel (Université Lyon 1) pour avoir présider le jury, aux professeurs Étienne Barthel (ESPCI Paris) et Éric Martin (Université Bordeaux 1) pour avoir rapporté ce travail de thèse. Je vous remercie tous les trois pour la discussion forte intéressante que nous avons eu au cours de la soutenance.

Une thèse ne se faisant pas sans un financement, je souhaite remercier le Département des composants Silicium du CEA, Leti et la DGA pour avoir co-financer ces travaux de recherches. Cette thèse s'étant déroulée entre le Laboratoire de Caractérisation et Fiabilité des Composants (LCFC, CEA Leti) et le laboratoire du SIMAP, je remercie ces deux entités de m'avoir accueillie et de m'avoir fournie tous les moyens matériels et humains pour accomplir ce projet.

Je souhaite ensuite remercier mon équipe encadrante, à savoir Vincent Mandrillon, du CEA Leti, Rafael Estevez et Guillaume Parry, du SIMAP. Merci à toi Vincent, pour m'avoir guidé, aidé et soutenu à réaliser la partie expérimentale de cette thèse. Merci à toi Rafael, pour m'avoir formé à ABAQUS et pour avoir partagé ton expertise. Merci à toi Guillaume pour avoir réussi à faire flamber mes films d'argent dans les simulations. Je n'oublierai pas nos réunions de thèse tous les 4, au cours desquelles nous avons des discussions engagées sur certains points mécaniques. J'ai apprécié travailler avec vous trois et ai beaucoup appris à vos côtés. Je remercie également Rose-Marie Sauvage de la DGA pour sa confiance dans l'attribution de ce financement et son suivi attentionnée de ma thèse.

Je souhaite remercier toutes les personnes du CEA ou du SIMAP que j'ai sollicité au cours de ces trois années sur le plan technique, notamment les personnes de la plateforme PICTIC pour les échantillons de sérigraphie, surtout Julien Routin. Merci à tous pour votre aide.

Je remercie chaleureusement toute l'équipe du LCFC pour les moments partagés au cours de ces trois ans, que soit autour d'un repas ou d'une pause-café : Stéphane, Jennifer, Éric, Romain, Patrick, Hélène, Antoine, Pierre-Louis, Frédéric, Alexandra, Patrice, François, David, Vincent, Kevin, Christophe, Pierre. Mais j'ai également une pensée pour toutes les personnes qui ne sont plus dans cette équipe aujourd'hui : Didier, Daniele, Simon, Florence, Romain, Sébastien, Thomas, Paul,

Clément, Denis, Estelle, Philippe, Pierre, Robert, Marcel. Je tiens à remercier particulièrement Christophe qui m'a accueillie au CEA pour mon stage de fin d'étude, merci pour ta gentillesse et ta disponibilité au cours de ces trois années. Merci également à Estelle, notre secrétaire préférée, pour ton aide, ta bienveillance et ta gentillesse. Un merci tout particulier à mes collègues, qui sont aujourd'hui devenu des amis : David pour toutes ces heures passés ensemble devant le MEB ou le FIB, Kevin pour tous tes conseils informatiques et ton aide pour mes montages électriques et enfin Jennifer, merci infiniment pour ces trois ans, pour ces heures passées avec moi en salle blanche sur mon imprimante ou ailleurs autour d'une manip ainsi que pour tous les mots de soutien que tu as sue trouver...

Ma thèse étant en collaboration avec un deuxième laboratoire, je n'oublie pas mes collègues doctorants du SIMAP : Idir, Clément, Romain, Nicolas, Marc, Aymen, Alexis, Nadia, Ilhem, Christian... Je n'oublierai pas tous les moments dans la cafet', les pauses sur la terrasse avec la vue sur les montagnes, les mumex de Rafael. Un grand merci particulier pour mes collègues de bureau : merci Alexis pour tes précieux conseils en programmation, merci Ilhem et Nadia pour tous vos conseils ABAQUS mais surtout merci pour tout votre soutien dans la dernière ligne droite de rédaction. Je suis vraiment contente que nous soyons toutes arrivées au bout !

Bien sur ces trois ans n'auraient pu être aussi réussis sans les amis, toujours présents pour décompresser le weekend venu ! Merci à Thomas, Marine, Florence, North, Idir, Barboss, Kiki, Guillaume, Thomas, Laura et tous les autres... Un merci tout spécial pour la meilleur coach de running de Grenoble, ma copine Marine, grâce à qui je me suis défoulée en fin de thèse, et pour Florence avec qui nous avons partagé des heures de papotages aux Sardines ;) Merci également à mes copains de longues dates dispersés un peu partout en France, mes copains d'enfance en Bretagne et tout particulièrement Prido, qui a accepté de relire quelques chapitres de ce manuscrit et qui est toujours là dans les moments importants de ma vie !

Je ne serai pas arriver là où je suis aujourd'hui sans ma famille ! Merci maman et papa de m'avoir encourager à aller si loin, de m'avoir toujours soutenu quel que soit l'heure du jour ou de la nuit. Une grosse pensée pour le reste de la famille : Laura, Vincent, Mathieu, mes grand-parents, merci à vous d'être toujours présent.

Pour finir ces remerciements, je souhaiterai dédier ces quelques lignes à toi, Édouard. Merci infiniment pour ton soutien quotidien, merci de m'avoir toujours poussé à avancer, merci pour tout ton amour. Et merci pour cette belle aventure que nous écrivons ensemble et qui est partie pour durer ;)

Table des matières

Introduction Générale	1
1 Étude Bibliographique	3
1.1 Électronique flexible imprimée	6
1.1.1 Concept de systèmes électroniques flexibles	6
1.1.2 Différents types de matériaux utilisés en électronique flexible	7
1.1.3 Structurations des interconnexions	9
1.1.4 Différentes applications	11
1.1.5 Procédés d'impression de l'électronique flexible	13
1.1.5.1 Les différentes techniques d'impression	13
1.1.5.2 Impression par sérigraphie	17
1.1.5.3 Impression par jet d'encre	17
1.2 Rappel de mécanique de la rupture et application aux films minces	23
1.2.1 Fissuration dans les matériaux massifs homogènes	23
1.2.1.1 Approche globale énergétique	23
1.2.1.2 Approche locale en contraintes	24
1.2.2 Fissuration à l'interface entre deux matériaux homogènes	25
1.2.3 Fissures multiples dans les films en tension	26
1.2.3.1 Les trois étapes de la fissuration	26
1.2.3.2 Les modèles de relaxation de contraintes (<i>shear lag</i>)	27
1.2.4 Flambement par délaminage de l'interface film/substrat	30
1.3 Étude de l'endommagement de films métalliques sur substrats souples	32
1.3.1 Modèles de rupture des films métalliques	32
1.3.2 Étude de la fissuration	33
1.3.3 Étude du cloquage	37
1.3.4 Étude de fiabilité de films Ag NP déposés par jet d'encre	42
1.4 Modélisation de la rupture	42
1.4.1 Choix des modèles de zones cohésives	44
1.4.2 Bases des modèles de zones cohésives	44
1.4.3 Description de la loi de traction-séparation	45

1.4.4	Critère d'amorçage de l'endommagement	47
1.4.5	Critère de rupture	48
	Conclusions	49
2	Caractérisations	51
2.1	Étude du substrat	54
2.1.1	Méthode de la corrélation d'images	54
2.1.2	Essais de traction	55
2.1.2.1	Éprouvettes	55
2.1.2.2	Tests préliminaires	56
2.1.2.3	Paramètres du test et de la corrélation	57
2.1.2.4	Courbes contrainte-déformation	57
2.1.3	Détermination des propriétés mécaniques	58
2.2	Fabrication des échantillons	59
2.2.1	Impression par jet d'encre	59
2.2.1.1	Description de l'encre utilisée	59
2.2.1.2	Description des paramètres d'impression	60
2.2.1.3	Propriétés du film d'argent	62
2.2.1.4	Préparation des éprouvettes de traction	62
2.2.1.5	Description du plan expérimental	63
2.2.2	Impression par sérigraphie	65
2.2.3	Mesures de contraintes résiduelles	67
2.3	Moyens expérimentaux pour étudier la fissuration	68
2.3.1	Description de l'essai de traction	69
2.3.2	Analyses d'images	69
2.3.2.1	Traitement d'images pour obtenir des images binaires	70
2.3.2.2	Détection des fissures et suivi des fissures	74
2.3.2.3	Définition des blocs entre les fissures	74
2.3.2.4	Avantages de cette méthode d'analyse d'images	75
2.3.3	Caractérisations de la fissuration	76
2.3.3.1	Caractérisations détaillées de la fissuration pour deux échantillons	77
2.3.3.2	Caractérisation de la fissuration pour tous les échantillons	82
2.3.4	Bilan et questionnaire	87
2.4	Moyens expérimentaux pour étudier le cloquage	88
2.4.1	Description de l'essai de traction	88
2.4.2	Analyses des cloques	89
2.4.3	Évolution de la taille d'une cloque en fonction de la déformation	92
2.4.4	Analyse du flambement pour les films imprimés par jet d'encre	96
2.4.5	Bilan et questionnaire	101
	Conclusions	103

3	Fissuration	105
3.1	Détermination du taux de restitution d'énergie	108
3.1.1	Calcul du taux de restitution d'énergie du film	108
3.1.2	Détermination de la distance de propagation Δa	109
3.1.2.1	Essais de traction sous MEB	109
3.1.2.2	Définition des deux configurations de propagation	110
3.1.3	Description du modèle éléments finis	110
3.1.4	Détermination du taux de restitution d'énergie	113
3.2	Analyse des deux régimes de fissuration	114
3.2.1	Observations des deux régimes de fissuration	114
3.2.2	Description du modèle éléments finis	116
3.2.3	Propagation d'une fissure dans les deux épaisseurs de film	119
3.2.3.1	Influence de la taille du défaut	119
3.2.3.2	Comparaison de la propagation dans les deux épaisseurs de films	120
3.2.3.3	Étude du cas correspondant à la propagation de la première fissure dans le film	121
3.2.4	Analyse	122
3.2.5	Conclusion partielle	123
3.3	Analyse de l'espacement entre fissures	123
3.3.1	Application du modèle de relaxation de contraintes	123
3.3.2	Description du modèle éléments finis bidimensionnel	126
3.3.3	Analyse du modèle bidimensionnel	127
3.3.4	Évolution de l'espacement entre fissures	129
3.3.5	Encadrement de l'espacement entre fissures à saturation	132
3.3.6	Conclusion partielle	133
	Conclusions	134
4	Flambement	135
4.1	Modèle de flambement analytique	137
4.1.1	Modèle de ride droite	137
4.1.2	Couplage entre flambement et adhésion	139
4.2	Rappels expérimentaux	141
4.3	Modélisation du cloquage par éléments finis	142
4.3.1	Étude du flambement sans délaminage	143
4.3.1.1	Description du modèle	143
4.3.1.2	Justification de l'utilisation des trois étapes de calcul	147
4.3.2	Modèle avec zone cohésive	147
4.3.2.1	Description	147
4.3.2.2	Détermination de l'étendue latérale de la cloque	150
4.3.2.3	Identification des paramètres de la zone cohésive	151

Conclusions	158
Conclusions et perspectives	159
Annexes	163
A Mesure des propriétés plastiques par nanoindentation	164
B Détails des différents échantillons	168
C Évolution de l'encadrement de l'espacement entre fissures	169
D Définition des coefficients de Dundur	174
E Définition de la contrainte TIE	174
Références bibliographiques	175

Introduction générale

L'électronique a connu un développement massif au cours du 20^{ème} siècle. Les principaux challenges étaient et restent aujourd'hui la miniaturisation, l'intégration des nouvelles puces miniaturisées dans les circuits et la consommation d'énergie. Depuis une vingtaine d'années, parallèlement à cette course à la miniaturisation, une nouvelle branche beaucoup moins conventionnelle de l'électronique a commencé à se développer : *l'électronique flexible*.

L'électronique flexible vient de la simple observation du monde biologique. En effet, ce monde est souple, léger, élastique et courbé ; tout le contraire de nos systèmes électroniques conventionnels, qui sont rigides et plans. L'électronique flexible permet ainsi de dépasser ce décalage, tant sur le plan de la mécanique que sur le plan de la forme des systèmes, et offre ainsi la possibilité de développer des applications impensables avec les circuits intégrés sur plaques de silicium [1]. Ces nouvelles applications permettent aussi bien de fabriquer des implants directement intégrés dans le corps humain capables de surveiller les constantes vitales [2] que des caméras inspirées de l'œil humain améliorant nettement leurs performances par rapport aux caméras conventionnelles [3]. Au cours de leur utilisation, tous ces composants électroniques flexibles seront amenés à s'étirer, à se fléchir ou bien même à se tordre. Il est donc primordial d'assurer et d'évaluer la *fiabilité mécanique* de tels composants.

Ce travail de recherche fait suite à une précédente étude sur *l'impression par jet d'encre*, réalisée par Daniele Sette [4] au CEA LETI. Ces travaux ont permis l'étude de la microstructure, des propriétés électriques et mécaniques de films d'argent en fonction des conditions d'impression et de recuit. La maîtrise des propriétés des films et du procédé d'impression par jet d'encre a ensuite conduit à la fabrication de différents prototypes sur substrats souples : un filtre passe-bande centré sur 17 GHz et un bouton poussoir pour des claviers souples. Le potentiel d'utilisation des films d'argent imprimés par jet d'encre sur substrats souples ayant été montré par le travail de Sette [4], nous avons souhaité étudier leur fiabilité mécanique. Nous nous sommes également intéressés au procédé d'*impression par sérigraphie*. Ces deux procédés seront comparés et étudiés.

Deux mécanismes d'endommagement sont observés dans les films minces d'argent sur substrats souples, lorsqu'ils sont sollicités mécaniquement : la *fissuration* et le *flambement par délaminage*, qui entraîne la formation de cloques en bord de fissure. Les objectifs de cette thèse sont donc de comprendre ces mécanismes d'endommagement et de prédire l'intégrité mécanique des films minces métalliques sur substrats souples, afin de donner quelques règles de conceptions simples.

Ce travail de recherche a nécessité une expertise dans le domaine expérimental mais également

dans le domaine de la simulation numérique. Deux équipes, basées à Grenoble, ont donc collaboré afin de mener ce projet :

- L'équipe du Laboratoire de Caractérisation et Fiabilité des Composants (LCFC) du CEA LETI;
- L'équipe de Surfaces, Interfaces et Réactivité (SIR) du laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et des Procédés (SIMaP).

Ce manuscrit est divisé en quatre chapitres. Le *premier* est une étude bibliographique qui aborde différents thèmes. Le premier thème est une introduction générale à l'électronique flexible, qui évoque les différents types de matériaux utilisés, les différentes applications et les méthodes de fabrication. Ensuite, les éléments de base de la mécanique de la rupture sont rappelés aux lecteurs afin de permettre une bonne compréhension de ce manuscrit. Puis différentes études réalisées sur l'endommagement de films minces métalliques sur substrats souples sont exposées. Cette partie se clôt avec une introduction des modèles de zones cohésives, qui seront utilisés dans les simulations par éléments finis afin de modéliser l'amorçage et la propagation d'une fissure.

Le *second chapitre* présente les différentes caractérisations expérimentales menées au cours de ce travail. La première caractérisation décrit l'étude du comportement mécanique du substrat. Ensuite, la fabrication des échantillons et les caractéristiques mécaniques des films sont présentées. La partie suivante étudie le phénomène de fissuration grâce à des essais de traction sous microscope optique. Des données statistiques sur l'évolution des fissures au cours de la déformation sont obtenues grâce à une analyse d'images. Dans la dernière partie de ce chapitre, le flambement sera caractérisé à l'aide d'essais de traction sous interféromètre optique, permettant ainsi le suivi du cloquage au cours de la déformation.

Le *troisième chapitre* étudie le phénomène de fissuration, à partir des résultats expérimentaux du chapitre précédent. Dans un premier temps, le taux de restitution d'énergie du film sera calculé à l'aide d'un modèle par éléments finis et d'un essai de traction sous MEB. Dans une seconde partie, l'origine des deux régimes de fissuration, observés dans le chapitre expérimental, sera clarifiée grâce à l'étude de la propagation d'une fissure dans un modèle éléments finis. Finalement, en étudiant la répartition de contraintes dans le film, un autre modèle éléments finis permettra d'encadrer l'espacement entre fissures obtenu expérimentalement pour les différentes épaisseurs de film et de substrat testées.

Dans le *quatrième chapitre*, le phénomène de flambement est détaillé. Dans un premier temps, le modèle analytique d'une « ride droite » développé par Hutchinson et Suo est présenté pour souligner le couplage fort qui existe entre flambement et adhésion. Dans une seconde partie, un modèle tridimensionnel de flambement par éléments finis est développé afin d'identifier les paramètres du modèle cohésive à l'interface film/substrat.

Finalement, ce manuscrit se terminera par les conclusions de cette étude ainsi que par quelques conseils de conception de systèmes comprenant un film mince métallique sur un substrat souple. Une première réflexion sur les perspectives de ce travail sera abordée.

Chapitre 1

Étude Bibliographique

Sommaire

1.1	Électronique flexible imprimée	6
1.1.1	Concept de systèmes électroniques flexibles	6
1.1.2	Différents types de matériaux utilisés en électronique flexible	7
1.1.3	Structurations des interconnexions	9
1.1.4	Différentes applications	11
1.1.5	Procédés d'impression de l'électronique flexible	13
1.2	Rappel de mécanique de la rupture et application aux films minces	23
1.2.1	Fissuration dans les matériaux massifs homogènes	23
1.2.2	Fissuration à l'interface entre deux matériaux homogènes	25
1.2.3	Fissures multiples dans les films en tension	26
1.2.4	Flambement par délaminage de l'interface film/substrat	30
1.3	Étude de l'endommagement de films métalliques sur substrats souples	32
1.3.1	Modèles de rupture des films métalliques	32
1.3.2	Étude de la fissuration	33
1.3.3	Étude du cloquage	37
1.3.4	Étude de fiabilité de films Ag NP déposés par jet d'encre	42
1.4	Modélisation de la rupture	42
1.4.1	Choix des modèles de zones cohésives	44
1.4.2	Bases des modèles de zones cohésives	44
1.4.3	Description de la loi de traction-séparation	45
1.4.4	Critère d'amorçage de l'endommagement	47
1.4.5	Critère de rupture	48
	Conclusions	49

Durant ces dernières décennies, les avancées dans le domaine des matériaux ont permis le développement de nouveaux dispositifs électroniques flexibles. Ces circuits flexibles ont des applications dans de nombreux domaines tels que la médecine, l'énergie ou la mesure par exemple.

Au cours de leur utilisation, ces circuits sont amenés à se fléchir, se tordre, s'étirer et se déformer sous différentes sollicitations. L'enjeu majeur de leur développement est donc la fiabilité mécanique, afin de garantir leur durabilité vis à vis des contraintes mécaniques. Les parties actives des circuits flexibles sont structurées en îlots (voir Figure 1.1) et déposées sur un substrat flexible. Ces îlots sont reliés entre eux par des interconnexions, généralement métalliques. Lors de leur utilisation, le substrat et les interconnexions accommodent la déformation, qui est alors très faible dans les îlots. Dans cette thèse, nous nous sommes donc intéressés à l'étude des interconnexions métalliques déposées sur substrats souples par des procédés d'impression. Lorsqu'une déformation trop importante est imposée à un film mince métallique déposé sur un substrat souple, deux mécanismes d'endommagement apparaissent : la fissuration et le flambement par délaminage. Ces phénomènes fixent les limites de l'intégrité mécanique du système film/substrat. Leur caractérisation permettra ainsi d'évaluer une enveloppe limite de sollicitations mécaniques selon les chargements à considérer.

Dans ce chapitre, l'état de l'art pour l'étude de l'endommagement de films minces est développé. Dans un premier temps, le domaine de l'électronique flexible est présenté avec la structure des composants, les matériaux utilisés, les différentes applications et les procédés d'impression. Ensuite une introduction à la mécanique de la rupture est donnée aux lecteurs pour qu'il ait toutes les informations nécessaires à la compréhension du manuscrit. Dans une troisième partie, des études réalisées sur l'endommagement de films minces métalliques sur substrats souples sont détaillées. Enfin la modélisation de la rupture est présentée, avec la description détaillée des modèles de zones cohésives, utilisées dans cette étude.

1.1 Électronique flexible imprimée

L'électronique flexible a déjà une longue histoire. En effet il y a 40 ans, l'épaisseur des cellules solaires est diminuée afin de réduire le ratio poids/puissance des engins spatiaux, ces cellules étaient alors courbées. En effet tout ce qui est fin est flexible ! Ceci s'explique par la diminution linéaire de la déformation en flexion avec l'épaisseur d'un composant. Un circuit, dont l'épaisseur est réduite de plus de 1/1000 du rayon de courbure souhaité, est flexible. Les plaques de silicium de la microélectronique classique sont rigides, mais une membrane de silicium de 100 μm d'épaisseur, déposée sur un substrat souple, est flexible. En effet celles-ci peuvent se déformer jusqu'à 3 %, c'est-à-dire avec un rayon de courbure de 2,9 mm, avant de fissurer [5].

Il y a 25 ans, les premières recherches sur des formes d'électroniques peu conventionnelles sont lancées pour des transistors organiques placés sur des substrats polymères flexibles [6, 7]. Le but de ses recherches étant à l'époque la fabrication d'un écran flexible, qui ressemble à une feuille de papier [8].

Les avancés dans le domaine de l'impression et dans les techniques de masques [9] ainsi que dans le domaine des composants organiques [10] ont été la clé des progrès dans l'électronique flexible. Le terme « flexible » pour un composant électronique fait souvent référence à la déformabilité du système. En effet un composant flexible doit pouvoir supporter des déformations de plusieurs dizaines de pourcents en fonction des applications considérées. Cette partie sur l'électronique flexible constitue une présentation concise, de quatre articles de synthèses sur ce sujet [1, 11, 12, 13].

1.1.1 Concept de systèmes électroniques flexibles

Une des méthodes pour réaliser ces systèmes flexibles est de fabriquer des composants électroniques à partir des technologies planaires de la microélectronique classique sur substrat rigide. Ces composants sont soit directement fabriqués sur un substrat flexible, soit reportés sur un substrat flexible après fabrication. Ces éléments correspondent à des transistors ou à des capteurs et contiennent donc des matériaux fragiles. Ces matériaux fragiles rompent si leur déformation dépasse les quelques pourcents.

Pour protéger ces composants, ils sont placés sur des îlots (Figure 1.1), qui sont ensuite reliés entre eux par des interconnexions métalliques. Ces îlots sont rigides dans le plan et flexibles hors plan car leur épaisseur est réduite de 1/1000. Le substrat, sur lequel est placé ces îlots rigides, ainsi que les interconnexions qui les relient, accommodent la déformation subie par l'ensemble du système. La déformation est donc faible dans les îlots et importante dans le substrat et les interconnexions [14, 15, 16].

Dans cette thèse, nous nous sommes concentrés sur l'étude des interconnexions flexibles, qui sont celles qui subissent le plus de déformation.

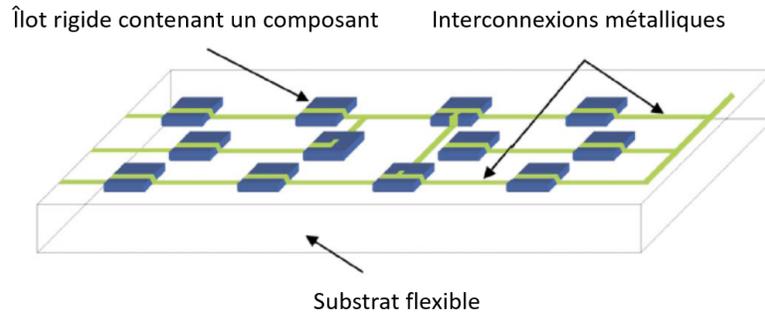


FIGURE 1.1 – Concept d’une surface électronique flexible [14].

1.1.2 Différents types de matériaux utilisés en électronique flexible

Étant donné le nombre important d’applications possibles pour les systèmes électroniques flexibles, comme nous le verrons plus loin, il est important de choisir les matériaux en fonction des contraintes pré-requises par l’application voulue.

Une grande diversité de matériaux est utilisée en électronique flexible. En effet les modules d’Young des matériaux constituant les dispositifs couvrent une gamme de 12 ordres de grandeur (Figure 1.2). Par exemple, pour les applications dans le domaine médical, les gels, qui sont assimilables aux tissus du cerveau, ont un module d’Young de 200 Pa, les muscles de 1-3 MPa. Les élastomères comme le polydiméthylsiloxane (PDMS) ont des modules élastiques compris entre 1 et 100 MPa. Les matériaux possédant un faible module d’Young possèdent également une limite de déformation élastique élevée (d’une dizaine de pourcents). Leur comportement est donc principalement élastique. Ensuite les polymères et les semi-conducteurs organiques, qui ont un comportement mécanique plastique, ont des modules d’Young de l’ordre du GPa. Tous ces matériaux présentent un contraste mécanique fort avec les matériaux fragiles qui ont un module d’Young élevé de plusieurs dizaines de GPa. Ces matériaux fragiles ont des déformations à rupture plus faibles que les matériaux élastiques ou plastiques. L’or (70 GPa), le silicium (150 GPa), ainsi que les matériaux les plus durs comme le diamant (500 GPa) et le graphène (1000 GPa) complètent le spectre de ces matériaux. Sur la Figure 1.2, les trois types de matériaux sont identifiables : élastique, plastique et fragile.

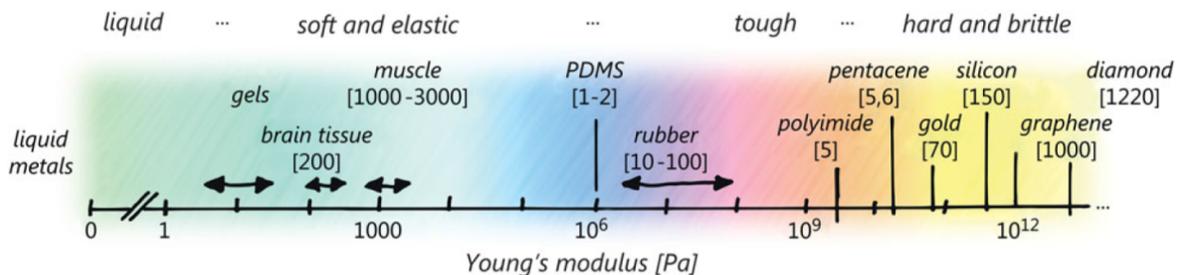


FIGURE 1.2 – Échelle des module d’Young des matériaux utilisés en électronique flexible [12].

Les matériaux pour l'électronique flexible peuvent ensuite être répartis en deux catégories : les substrats qui vont être flexibles et ont un faible module d'Young et les films constitués de matériaux porteurs de charges métalliques mais également de matériaux actifs.

Le substrat Le substrat de polymère permet de supporter les composants actifs et offre ainsi une grande surface pour la fabrication. Les matériaux polymères sont caractérisés par leur température de transition vitreuse T_g , qui correspond à la température pour laquelle le polymère passe d'un état caoutchouteux à un état vitreux, solide. Les substrats polymères les plus utilisés sont le polyéthylène (PE, $T_g=-110$ °C), le polytéréphtalate d'éthylène (PET, $T_g=70$ °C), le polynaphtalate d'éthylène (PEN, $T_g=120$ °C) et le polycarbonate (PC, $T_g=150$ °C). Ces polymères présentent l'avantage d'être facilement modifiables afin d'obtenir les propriétés voulues. Cependant leur température de transition vitreuse T_g peut être un facteur limitant pour les dépôts et les traitements thermiques des films. Le polyimide (PI, T_g entre 360 et 410 °C) et le polyétherimide (PEI, $T_g=210$ °C) sont des substrats intéressants pour l'électronique flexible. Ces derniers sont plus chers mais ils ont des propriétés plus spécifiques. Ils ont notamment une bonne stabilité dans le temps et une bonne résistance à la chaleur, grâce à leur température de transition élevée. Le PDMS ($T_g=-125$ °C) est également souvent utilisé comme substrat car c'est un polymère biocompatible, qui permet d'augmenter la déformabilité des films en étant pré-déformé avant dépôt [14, 17, 18]. Les substrats ont des épaisseurs généralement comprises entre 5 et 200 μm .

L'encapsulation des circuits par un polymère permet d'améliorer la résistance à l'environnement de celui-ci ainsi que de diminuer la fissuration dans les îlots en céramique. Par exemple, une encapsulation de 200 nm de polymère permet d'augmenter le taux de survie de 20 % à 100 % pour des îlots d'oxyde d'indium-étain (ITO) en diminuant la concentration de contraintes au coin et en supprimant le délaminage [19]. L'encapsulation a cependant moins d'effet sur les lignes métalliques [20].

Les films Les films déposés sur le substrat sont de deux types : les matériaux utilisés pour les cellules actives et les matériaux utilisés pour les interconnexions.

Les matériaux classiques de céramique semi-conductrice tels que le nitrure de silicium (SiN) ou le silicium sont fragiles et fissurent pour de faibles déformations de l'ordre du pourcent. Bien que la structuration en îlots de ces céramiques permette de diminuer la fissuration de ces matériaux pendant la déformation [21], ils sont utilisés de façon modérée. De nouveaux matériaux, tels que les nanotubes de carbone [22], les matériaux hybrides ou les matériaux organiques sont d'avantage utilisés pour la fabrication des composants flexibles, notamment pour la fabrication de transistors organiques [10].

Pour les interconnexions entre les îlots, des métaux comme le cuivre et l'or sont majoritairement utilisés. En effet ce sont des matériaux ductiles avec une excellente conductivité électrique ($\sigma \sim 10^4-10^6$ S/cm). Les encres de nanoparticules (NP) imprimées [23], les films d'oxyde d'indium-étain (ITO) [24, 25] ou les polymères conducteurs, comme le PEDOT : PSS [26], sont également utilisés pour relier les composants électroniques. Les deux derniers matériaux étant transparents, ils

sont utilisés dans les composants optiques.

Les interconnexions, étudiées dans ce manuscrit, sont constituées de films de nanoparticules d'argent, déposés sur un substrat de polyimide.

1.1.3 Structurations des interconnexions

Les interconnexions entre les puces actives doivent supporter une importante déformation de plusieurs dizaines de pourcents, il est donc important de pouvoir augmenter la déformabilité de celles-ci. Pour cela les chercheurs ont déjà donné un certain nombre de solutions. Deux paramètres sont importants pour les interconnexions : une conductivité électrique élevée et une importante déformation à rupture.

Les interconnexions électriques entre ces îlots sont soit placées sur le substrat soit dans le substrat. Un exemple d'interconnexions enrobées dans le substrat est le PDMS chargé en nanotubes de carbone (Figure 1.3) [27].

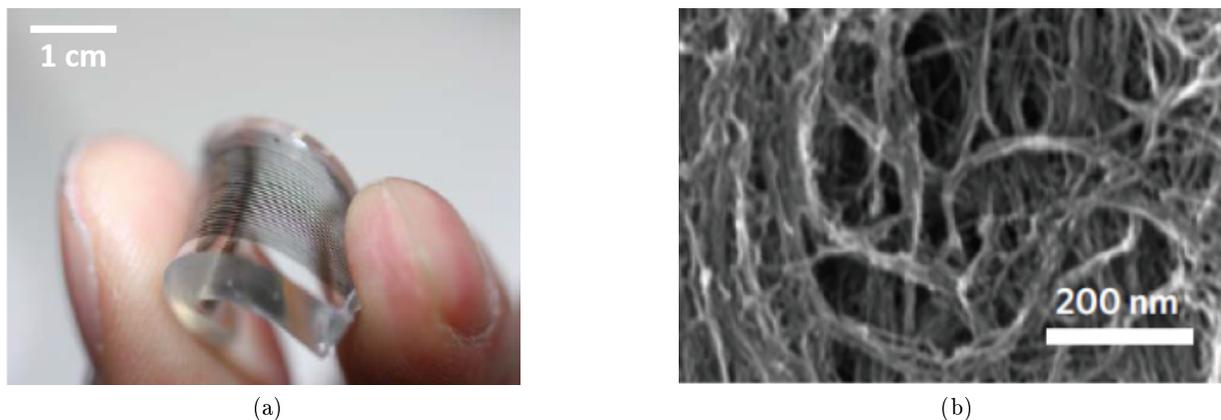


FIGURE 1.3 – a) Lignes d'un gel conducteur de nanotubes enrobées dans un substrat de polymère. b) Image MEB d'un réseau de nanotubes qui permet le passage du courant électrique. [27]

Pour les interconnexions placées sur le substrat, il existe différentes techniques pour améliorer la déformabilité. La première consiste à déposer l'interconnexion sur un substrat de polymère déjà déformé en traction, généralement un élastomère comme le PDMS. Une fois l'ensemble relaxé, l'interconnexion flambe en forme de vague à la surface du substrat (Figure 1.5). Le procédé est décrit sur la Figure 1.4. L'amplitude et la longueur d'onde des vagues sont contrôlées afin d'obtenir la déformation souhaitée. Ces structures peuvent atteindre 100 % de déformation uniaxiale et 15 % de déformation biaxiale [18].

D'autres techniques pour améliorer la déformabilité d'une interconnexion consistent à appliquer un motif de serpent à l'interconnexion [29] (Figure 1.6a) ou à créer un maillage d'interconnexion qui n'est fixé au substrat que par les nœuds (Figure 1.6b). Ces interconnexions en maillage peuvent accommoder jusqu'à 100 % de la déformation et aller jusqu'à la rupture du polymère [30].

Les interconnexions, décrites dans ce paragraphe, nécessitent des étapes de fabrications com-

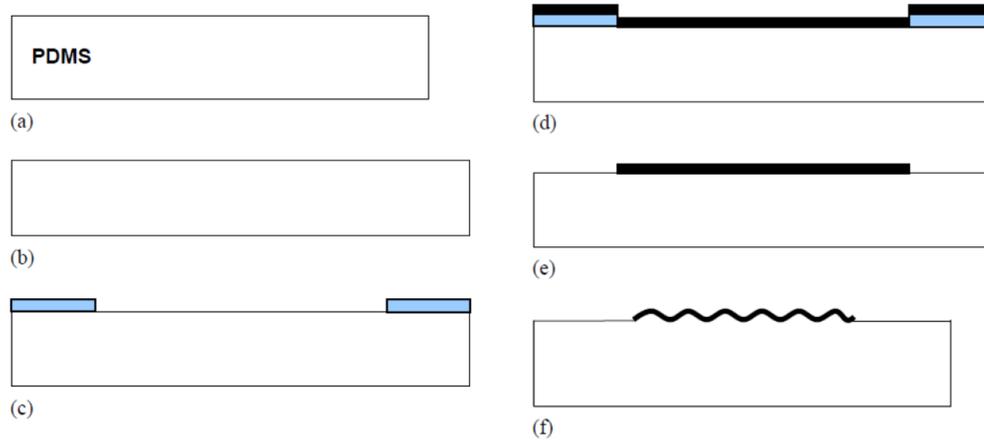


FIGURE 1.4 – Étape de fabrication d’une interconnexion d’or sur un substrat d’élastomère de PDMS étiré. a) Substrat PDMS; b) Substrat PDMS étiré; c) Dépôt d’un masque; d) Dépôt d’un film métallique par évaporation; e) Gravure; f) Relâchement du substrat de PDMS et flambement du film d’or [14].

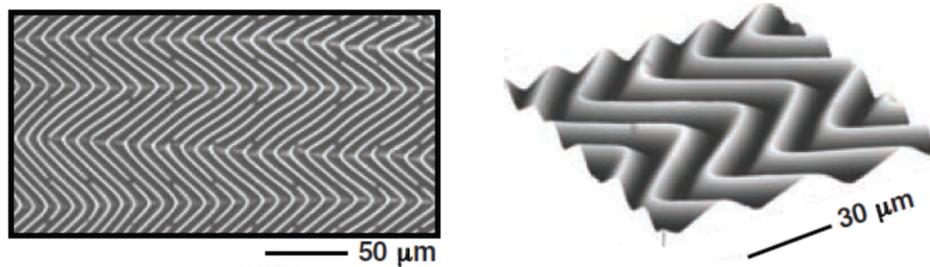


FIGURE 1.5 – Membrane de silicium de $100\ \mu\text{m}$ d’épaisseur configurée avec des vagues et liée à un substrat de polymère : à gauche une image optique et à droite un profil obtenu par un microscope à force atomique (AFM) [28].

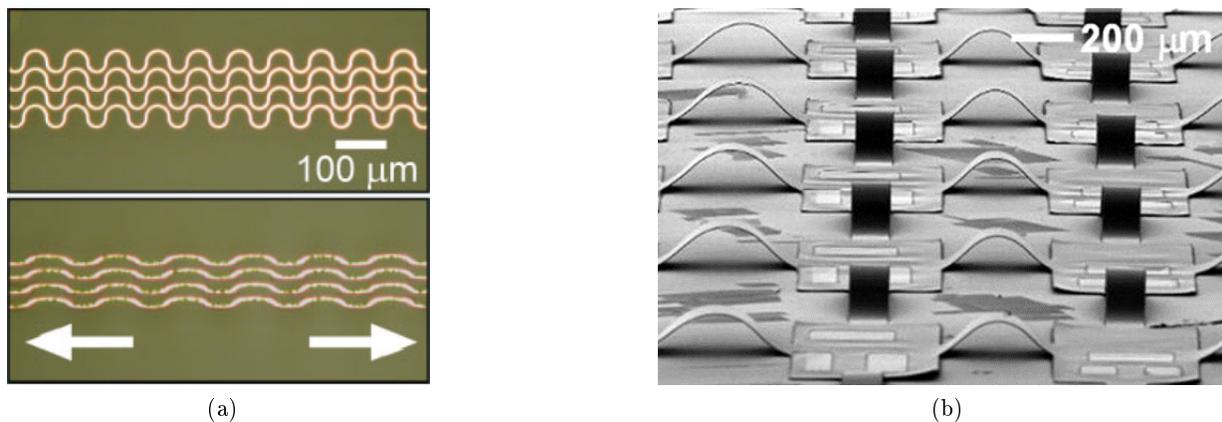


FIGURE 1.6 – a) Interconnexions d’or déposées sur un substrat élastomère avant (haut) et après déformation (bas) [31]. b) Membrane de silicium de $10\ \mu\text{m}$ d’épaisseur structurée en maillage et liée au substrat seulement par les nœuds carrés [31].

plexes. L'objectif de cette étude étant d'étudier les mécanismes de défaillance, des interconnexions plus simples, constituées de lignes droites conductrices, sont donc réalisées.

1.1.4 Différentes applications

En utilisant les matériaux et structures décrits ci-dessus, une large gamme de composants passifs et actifs peut être fabriquée pour créer des plateformes de capteurs, des générateurs, des récupérateurs d'énergie ou même des systèmes électriques complets. Le transistor à effet de champ (FET : Field Effect Transistor), ou plus récemment le TFT (Thin Film Transistor), est le composant clé de la plupart de ces applications. Les premières études mécaniques sur les TFT flexibles datent des années 2000 et ont été développées par l'équipe de Suo [32]. Ces transistors pouvaient subir des flexions avec un rayon de courbure de 2 mm, tout en continuant de fonctionner. De nombreuses équipes ont depuis développé ces transistors [33, 34].

Les mémoires sont également des éléments essentiels à la plupart des dispositifs électriques, puisqu'elles stockent des données et programment des informations. De nombreux objets électroniques comme les télévisions, les téléphones portables ou les tablettes les utilisent. Leur version flexible devra donc aussi en contenir. Une synthèse des avancées dans le domaine des mémoires flexibles a été rédigée par Han *et al.* [35].

L'intégration de la lumière est également nécessaire à la fabrication d'écran, d'éclairage automobile, ou d'imagerie médicale. Les diodes électroluminescentes (LED) sont les composants les plus utilisés pour répondre à ces besoins (Figure 1.7) [36].

Un autre domaine de l'électronique flexible est le stockage ou la génération d'énergie, avec des applications comme les cellules solaires, les récupérateurs d'énergie, les batteries ou les supercapacités (Figure 1.8) [37, 38].

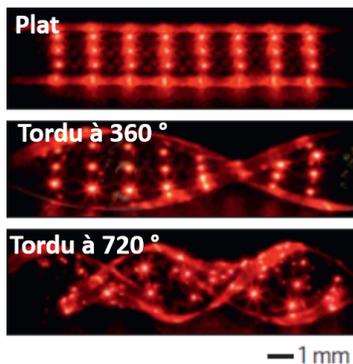


FIGURE 1.7 – Diodes électroluminescentes flexibles [36].

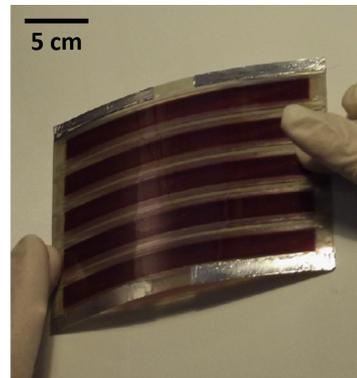


FIGURE 1.8 – Cellules photovoltaïques flexibles [39].

Les capteurs sont également des composants très intéressants pour les applications flexibles, qu'ils soient chimiques, de température, de pression ou de déformation [40]. Un exemple d'application réalisée à partir de ces capteurs flexibles est une caméra digitale [3]. Cette caméra est réalisée

à l'aide d'une matrice de photodétecteurs, de taille et de courbure comparable à la rétine humaine (Figure 1.9a). Ce design présente les avantages d'augmenter le champ de vision et d'avoir un éclairage plus uniforme qu'une caméra plane. Cette caméra pourrait être utilisée dans le domaine de la surveillance, de la vision nocturne ou de l'endoscopie.

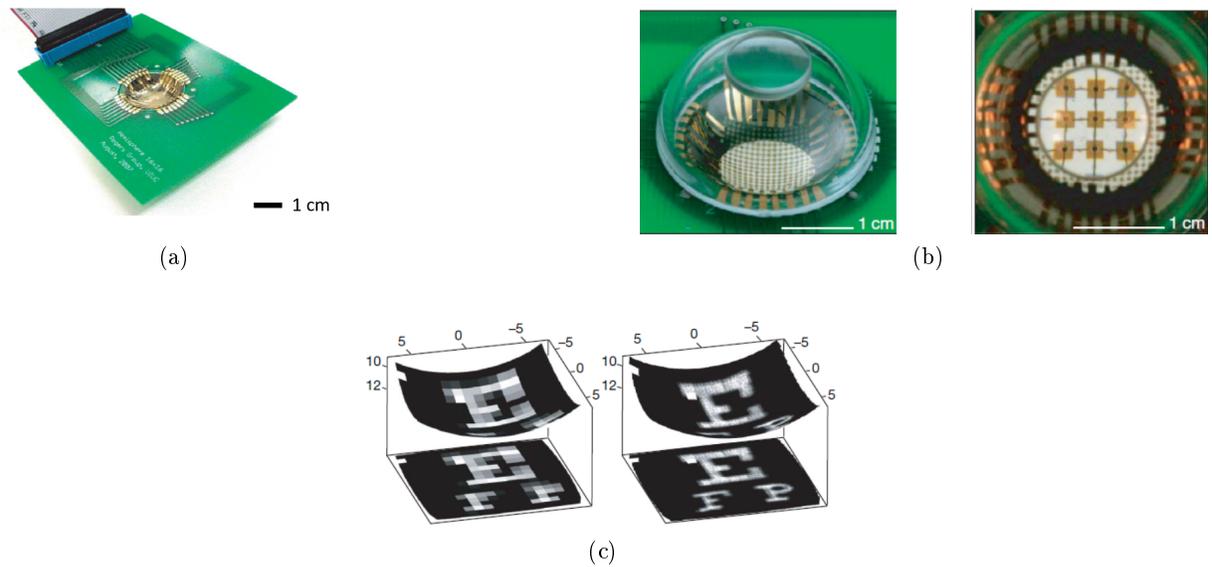


FIGURE 1.9 – a) Photographie d'une matrice de focale hémisphérique montée sur un circuit imprimé. b) Photographie de la caméra après intégration avec une capsule hémisphérique transparente et une simple lentille sur le dessus (gauche) ; Vue rapprochée à travers la lentille du système de 3×3 pixels (droite). c) Image en niveau de gris acquise par la caméra en haut à la surface du détecteur, en bas projetée sur un plan (échelle en millimètres) [3]

D'autres éléments d'un circuit électronique tels que des filtres radiofréquences (Figure 1.10a) ou des actionneurs (Figure 1.10b) sont également très utiles à son bon fonctionnement. Ces deux types de composants ont été imprimés par jet d'encre au CEA lors d'une thèse réalisée par Sette et ont donné lieu à deux publications [41, 42].



FIGURE 1.10 – Exemple de composants électroniques imprimés par jet d'encre.

Les avancés dans le domaine de l'électronique flexible ont permis la fabrication de nouveaux

composants bioniques, inimaginables sur substrat rigide. Des composants externes au corps peuvent se conformer à la peau et ainsi servir de plateforme de détection physiologique, avec des capteurs d'hydratation du corps, de pulsation cardiaque, d'oxygénation du sang ou encore des signaux électrophysiologiques. Ces plateformes sont appelées « *electronic skin* » ou « *epidermal electronics* » (peau électronique) (Figure 1.11) [14, 43]. Dans le corps, des composants flexibles sont également développés afin de faire l'interface neurale pour étudier l'activité du cerveau, restaurer les muscles moteurs par stimulations des nerfs spinaux, ou restaurer la vision d'un œil. Des composants plus sophistiqués encore permettent d'étudier in-vivo des organes du corps humain, comme un « emballage » de cœur flexible, qui permet de réaliser un électrocardiogramme, de mesurer le pH, la température ou la déformation du cœur sous l'effet du flux sanguin (Figure 1.12) [2]. Pour ces applications biomédicales, un problème vient s'ajouter lors de la conception de ces composants flexibles : la biocompatibilité et la stabilité avec le corps. Les recherches actuelles dans ce domaine tendent à développer des substrats biodégradables qui servent de support au circuit lors de la fabrication. Une fois en place, le substrat se dégrade afin que les composants viennent se poser directement sur l'organisme vivant !

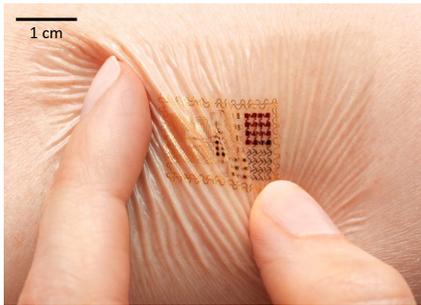


FIGURE 1.11 – Peau électronique [44].

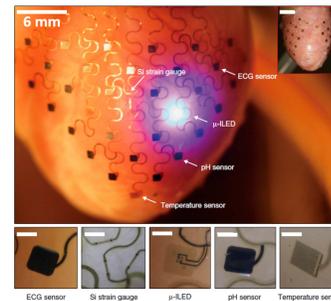


FIGURE 1.12 – Image d'une membrane 3D intégrée sur un cœur de lapin [2].

Au vu des applications présentées ci-dessus, la taille des circuits varie donc de quelques dizaines de micromètres, pour les capteurs, à la taille d'une feuille de papier, pour les cellules photovoltaïques.

1.1.5 Procédés d'impression de l'électronique flexible

Pour la commercialisation de composants électroniques flexibles, il a fallu trouver d'autres moyens de fabrication. En effet, les techniques conventionnelles d'évaporation ou de pulvérisation sont utilisées sous vide dans l'environnement propre des salles-blanches. Bien qu'elles soient suffisantes pour fabriquer des échantillons lors d'études à l'échelle du laboratoire, elles sont souvent trop coûteuses pour la commercialisation des composants. Les procédés d'impression sont donc utilisés.

1.1.5.1 Les différentes techniques d'impression

Le principe d'impression peut être résumé en trois étapes : la formulation et la fabrication de l'encre, le dépôt de celle-ci puis le traitement thermique. Si toutes les techniques d'impression ont le même principe, elles diffèrent de par les encres utilisées (viscosité, tension de surface...), leur

capacité de dépôt (résolution, vitesse d'impression...) et le procédé employé. Un récapitulatif des techniques d'impression utilisées dans le domaine de l'électronique flexible est donné ci-dessous. Ces techniques sont séparées en deux catégories : l'impression par contact et l'impression sans contact. Le terme de « contact » vient du contact mécanique entre le système qui libère l'encre et le substrat. Ce paragraphe prend sa source bibliographique de la thèse de Sette [4].

Les procédés de contacts Ces techniques nécessitent la fabrication d'un masque avant impression et incluent les procédés suivants :

- La flexographie est un procédé d'impression en relief dans lequel un polymère est gravé avec le motif à imprimer. Le rouleau doseur ou « anilox » permet de contrôler la quantité d'encre déposée. Le substrat reçoit l'encre grâce à une pression mécanique entre la plaque contenant le motif et le cylindre d'impression (Figure 1.13).
- L'impression par gravure consiste à transférer l'encre au substrat à l'aide d'un cylindre. Ce cylindre métallique est gravé avec les motifs à imprimer, l'encre est donc aspirée dans ces gravures pour être ensuite déposée par pression mécanique (Figure 1.14).

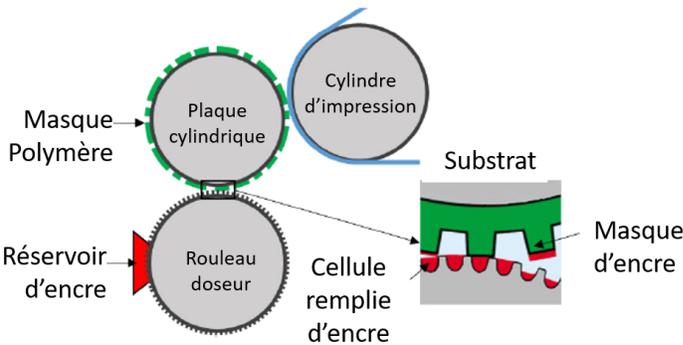


FIGURE 1.13 – Procédé d'impression par flexographie [4].

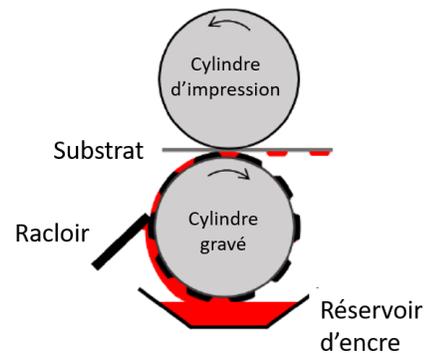


FIGURE 1.14 – Procédé d'impression par gravure [4].

- La lithographie offset utilise une plaque fonctionnalisée grâce à un film mince polymère hydrophobe contenant le masque. La plaque, montée sur un cylindre, est mouillée avec une solution aqueuse qui est répulsée par le polymère hydrophobe. La plaque est ensuite trempée dans une encre hydrophobe qui fixe le motif (Figure 1.15a). Un cylindre dit de « blanchet », habituellement en caoutchouc, reçoit ensuite le motif pour le transférer au substrat (Figure 1.15).
- La sérigraphie est un procédé dans lequel l'encre est poussée à travers un écran masqué afin de réaliser une image sur un substrat (Figure 1.16).

Les procédés sans contact Ces techniques ne nécessitent pas la fabrication d'un masque et repose sur le déplacement relatif entre le substrat et la tête d'impression. L'encre est dispersée grâce

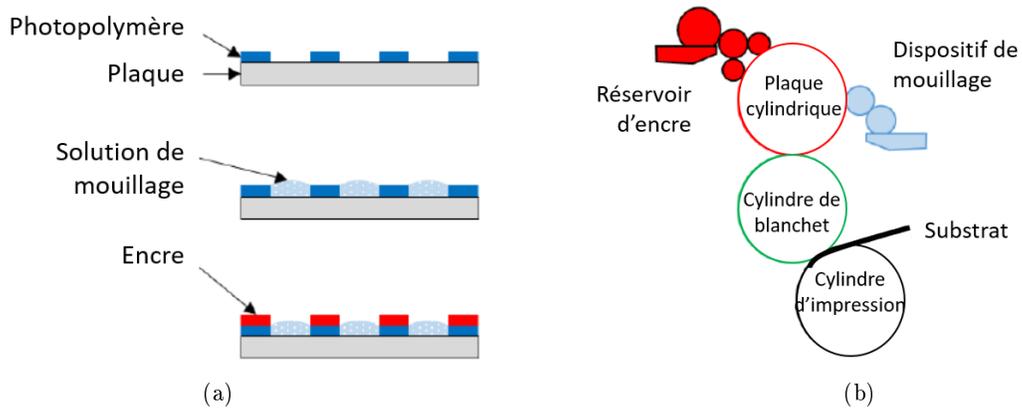


FIGURE 1.15 – a) Procédé de dépôt d'encre sur une plaque pour la lithographie offset. b) Procédé de lithographie offset. [4].

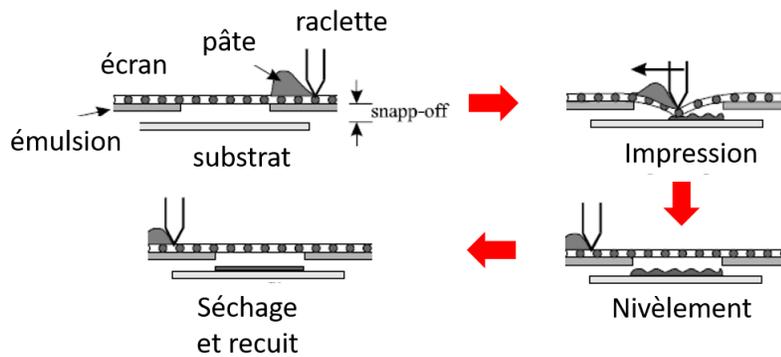


FIGURE 1.16 – Procédé de sérigraphie. Adapté de [45].

à des buses d'impression. Les déplacements pouvant être programmés, cette technique peut s'adapter à tous types de motifs à imprimer.

- L'impression laser transfère une petite partie d'un film (un pixel), initialement présent sur un support transparent, directement au substrat à proximité. Le transfert s'effectue grâce à un échauffement local du film généré par un faisceau laser pulsé (Figure 1.17).
- L'impression par spray éjecte l'encre à l'aide d'un atomiseur pneumatique sous forme d'aérosol sur le substrat (Figure 1.18). L'encre est dans un premier temps placée dans un atomiseur, qui crée un aérosol dense de gouttes avec un diamètre de 1 à 5 μm . L'aérosol est ensuite transporté avec un gaz, souvent du N_2 , jusqu'à la buse d'éjection où il est alors éjecté sur le substrat.

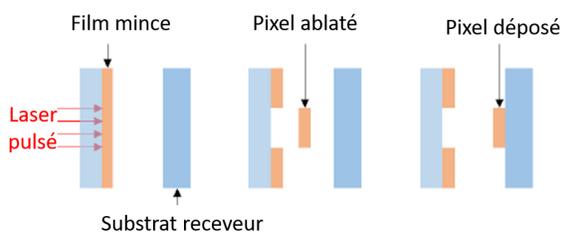


FIGURE 1.17 – Procédé d'impression par laser [4].

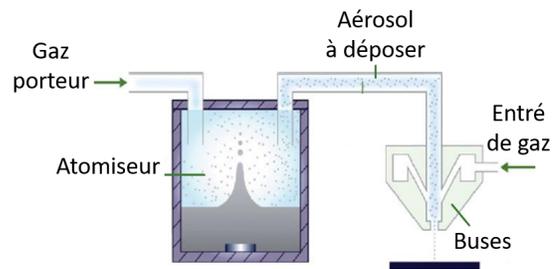


FIGURE 1.18 – Procédé d'impression par spray [4].

- L'impression jet d'encre éjecte des gouttes d'encres d'un volume contrôlé depuis un réservoir par une tête d'impression. Ces gouttes vont ensuite atteindre le substrat à des positions définies à l'aide d'un motif numérique afin de former une couche imprimée (Figure 1.19).

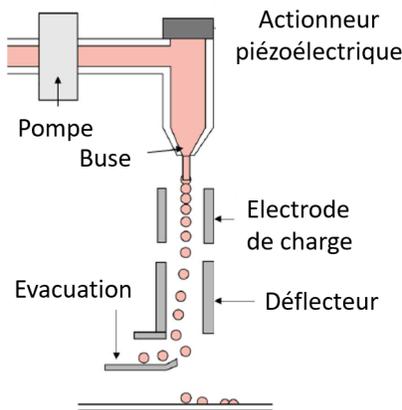


FIGURE 1.19 – Procédé d'impression jet d'encre [4].

- L'écriture directe dépose l'encre par application d'une pression mécanique sur un réservoir avec une pointe de sortie (seringue). Cette technique est différente du jet d'encre ou du

spray parce que l'encre s'écoule continuellement entre la buse et le substrat.

Tableau récapitulatif Dans le Tableau 1.1, les avantages et les inconvénients des différents procédés d'impression sont présentés. Des exemples de matériaux utilisés et d'applications sont également donnés. Les techniques d'impression utilisant des rouleaux sont bien adaptables à la production de grand volume et de grande surface, pour la fabrication d'antenne RFID, d'écran OLED ou des cellules photovoltaïques. Les procédés d'impression numérique, tel que le jet d'encre ou le spray, offre l'opportunité à de nouveaux marchés pour le prototypage rapide, la fabrication de petit volume (à la demande) et l'impression d'objets 3D.

Les procédés de sérigraphie et d'impression par jet d'encre étant utilisés au cours de la thèse, ils sont décrits plus précisément dans les paragraphes suivants. Ayant été déléguée à la plateforme PICTIC du LITEN, un autre laboratoire du CEA, la sérigraphie est moins détaillée que l'impression jet d'encre.

Dans le domaine de la presse, ces deux procédés d'impression sont utilisés pour la production de bas volume. En effet ces techniques ont des débits de production d'une centaine de mètres carrés par heure, contrairement aux procédés utilisant des rouleaux qui ont des débits de 10 000 m²/h, permettant ainsi la production de volume plus élevé. Cependant les débits de production de la sérigraphie et du jet d'encre sont élevés en comparaison des débits de fabrication de la microélectronique conventionnelle, qui peut produire 60 plaques de silicium de 300 mm/h, soit en moyenne 17 m²/h.

1.1.5.2 Impression par sérigraphie

Les principales limitations de l'impression par sérigraphie sont la vitesse d'impression, avec un débit de production de 50 m²/h, et sa résolution de 100 µm, plus faible que celle des autres techniques d'impression. Cependant, c'est une technique bien adaptée aux composants électriques imprimés car elle permet d'imprimer des films épais à partir d'une pâte contenant le matériau désiré. Cette technique permet de déposer plusieurs couches dont des diélectriques et des conducteurs. Parmi les applications grand public, la sérigraphie permet d'imprimer des tags RFID, des antennes et des commutateurs membranes utilisés dans les télécommandes et les calculatrices.

Un masque est défini par photolithographie sur un écran d'acier inoxydable à l'aide d'une couche émulsion. Une pâte du matériau à imprimer est pressée à travers le masque à l'aide d'une raclette. Les paramètres importants de la sérigraphie sont : la viscosité de la pâte, le nombre de maillage du masque (c'est-à-dire le nombre de mailles par unité de surface), la distance de « snap-off » entre le masque et le substrat, la pression et la vitesse de la raclette. Après une étape de nivellement, le film imprimé est séché et recuit, afin de consolider le film déposé. Le procédé de sérigraphie est résumé sur la Figure 1.16.

1.1.5.3 Impression par jet d'encre

La technologie d'impression par jet d'encre a plusieurs avantages. Comme évoqué plus haut, c'est un procédé numérique. Il n'est donc pas nécessaire de fabriquer des masques qui limitent la

	Procédés	Avantages	Inconvénients	Exemple de matériaux	Exemple d'applications
Avec contact	Flexographie	Fabrication de série courte à moyenne.	Qualité d'impression dépend des paramètres de l'équipement (la pression appliquée au substrat).	Tous types de substrat : plastiques, films métalliques, cellophane ou papier.	Principalement pour le packaging. Électrodes d'argent pour des cellules solaires.
	Impression par gravure	Procédé très rapide pour de grandes séries (> 500 000 unités) avec une bonne qualité d'impression.	Pression mécanique appliquée endommage les substrats non flexibles ou non compressibles.	Nanoparticules d'argent sur du PET ou du verre.	Électrodes d'argent pour des capteurs d'humidité ou des couches de polymère conducteur.
	Lithographie offset	Fabrication de série de quelques milliers à des centaines de milliers avec une haute qualité d'impression.	Dégradation rapide de la plaque polymère. Solution aqueuse modifie les fonctionnalités du matériau.		
Sans contact	Sérigraphie	Impression de couches épaisses. Fabrication de multicouches.	Faible vitesse d'impression et faible résolution.	Matériaux sous forme de pâte, dont des diélectriques.	Photodiodes organiques, cellules solaires, antennes RFID, OLED.
	Impression laser	Structures multicouches. Différents matériaux sous différentes phases : solide, liquide ou poudre.		Films métalliques mais également des oxydes et des matériaux fragiles tels que des biomolécules, des cellules ou de l'ADN.	Transistors organiques (OTFT : Organic Thin Film Transistor).
	Impression par spray	Impression sur des marches et des surfaces courbes avec des motifs de 10µm de large.		Particules en suspension, polymère et adhésifs.	Lignes collectrices en argent de cellules photovoltaïques en silicium.
	Impression jet d'encre	Une des meilleures résolutions (10µm).	Seulement du prototypage et des petites séries.	Encres métalliques à base de NP (Ag, Or, Cu, Al)	Interconnexions électriques, électrodes, antennes.

Tableau 1.1 – Les avantages, les inconvénients et les applications des différentes procédés d'impression.

résolution. Le jet d'encre est donc une des techniques d'impression qui offre les meilleures capacités en termes de résolution (environ $10\ \mu\text{m}$). Cette technique permet également d'imprimer les épaisseurs les plus fines, ce qui présente un intérêt majeur dans la fabrication de système électronique. Si cette technique n'est pas la plus adaptée pour l'impression de grandes surfaces (plusieurs mètres carrés), en raison de son faible débit de production, elle est cependant très bien adaptée au prototypage de composants et à la fabrication à la demande de composants électroniques ayant une taille de quelques microns à quelques centimètres, avec une très bonne résolution.

Caractéristiques du procédé L'impression par jet d'encre consiste à déposer à l'aide de buses des gouttes d'encre ayant un volume défini. Ces gouttes d'encre tombent à des vitesses de plusieurs mètres par seconde et atteignent le substrat à des positions ciblées et définies par un fichier numérique, afin de former un motif. Il existe deux types d'impression par jet d'encre :

- L'impression par jet d'encre continue (continuous inkjet printing, CIJ), décrit sur la Figure 1.19.
- L'impression de gouttes sur demande (drop-on-demand printing, DoD). Cette technique d'impression est utilisée par l'imprimante présente au LETI.

La technologie sur demande diffère de l'impression continue car les gouttes sont éjectées seulement au moment et à l'endroit voulu. Il n'est donc pas nécessaire de sélectionner les gouttes avec une charge électrique comme pour l'impression continue, ni de réapprovisionner l'encre.

La technologie jet d'encre est basée sur la capacité du système d'éjection à créer des gouttes ayant un volume similaire et une fréquence constante. Le système d'éjection le plus utilisé dans les imprimantes par jet d'encre est le système piézoélectrique. Dans ce système, le composant piézoélectrique (Figure 1.20), placé en contact du réservoir d'encre, déforme le mur (diaphragme) de celui-ci sous l'effet d'un courant électrique produit par l'électrode, posée au-dessus du piézoélectrique. Le volume de la chambre diminue sous cette déformation mécanique, entraînant l'éjection d'une goutte d'encre.

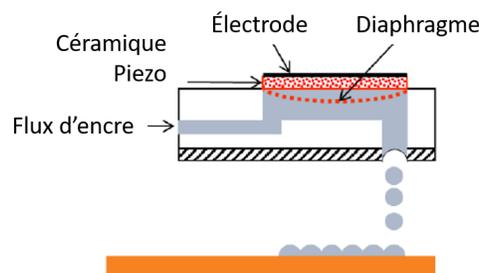


FIGURE 1.20 – Le système piézoélectrique [4].

Pour l'impression par jet d'encre, la viscosité et la tension de surface de l'encre sont des paramètres cruciaux. La viscosité de l'encre est comprise entre 1 et 30 mPa.s. Cette viscosité est basse mais permet ainsi le remplissage du réservoir d'encre à haute fréquence (plusieurs kHz). La tension de surface est comprise entre 1 et 30 mJ.m⁻², permettant la formation de la goutte. Ces deux

paramètres dépendant de la température, des systèmes de chauffage sont présents sur les imprimantes afin de modifier les propriétés de l'encre avant l'éjection. Pour réussir l'impression par jet d'encre d'un motif, un équilibre doit être trouvé entre les caractéristiques de l'imprimante, les propriétés rhéologiques de l'encre et les propriétés de surface du substrat.

Trois temps de l'impression L'impression par jet d'encre peut être divisée en trois temps : la formation de la goutte, l'impact sur le substrat et le séchage de l'encre.

- L'éjection de la goutte consiste à éjecter un volume contrôlé de liquide stocké dans un réservoir à travers une buse. La pression résultante de la tension appliquée à la céramique piézoélectrique permet de pousser le fluide hors de la buse. La tension appliquée permet ainsi de contrôler le volume de la goutte éjectée.
- L'impact de la goutte sur le substrat est déterminé par les propriétés du système "encre-substrat", qui sont définies par l'adhésion et la mouillabilité de la couche finale imprimée. Des traitements physiques et chimiques peuvent améliorer l'imprimabilité du substrat en nettoyant la surface. Une condition pour permettre une bonne impression par jet d'encre est que la tension de surface de l'encre doit être inférieure à l'énergie de surface du substrat.
- Le séchage de l'encre permet de passer de la couche liquide à la couche solide. Cette étape provoque l'évaporation du solvant, mais laisse la partie fonctionnelle de l'encre sur le substrat (les pigments, les polymères, les particules solides et les molécules). Différents motifs, laissés par une goutte d'encre sur un substrat après évaporation du solvant, ont été observés. Le motif le plus observé est l'effet « coffee-ring », qui permet de décrire le dépôt préférentiel des particules au bord de la goutte sèche. Ce phénomène est dû au fait que le solvant s'évapore plus vite sur les bords qu'au centre. Cet effet de « coffee-ring » a été observé sur une goutte de nanoparticules d'argent déposée sur un substrat de silicium (Figure 1.21).

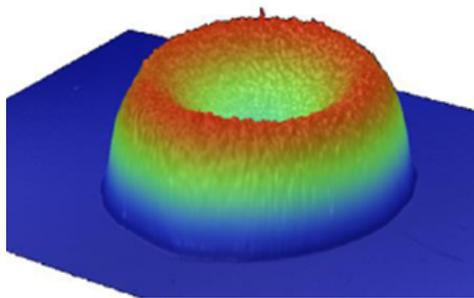


FIGURE 1.21 – Profil 3D d'un motif « coffee-ring » laissé par une goutte d'encre de nanoparticules d'argent et observé par interférométrie [4].

Description de l'imprimante L'imprimante utilisée au cours de la thèse est la Dimatix DMP2831 (Figure 1.22). Cette imprimante se divise en quatre parties :

- La tête d'impression : elle supporte et déplace la cartouche (composée du réservoir d'encre

et des buses) au-dessus du substrat selon la direction x . Une caméra est montée sur cette tête d'impression afin de vérifier l'alignement et d'observer les motifs imprimés. La cartouche est composée des 16 buses d'impression, qui peuvent être chauffées jusqu'à 70 °C et qui sont activées par un système piézoélectrique. Chaque buse peut être réglée individuellement en tension, afin d'obtenir des conditions d'éjection similaires entre les différentes buses et ainsi compenser les défauts éventuels de fabrication des cartouches.

- Le support : il aspire le substrat pendant l'impression, afin que celui-ci ne bouge pas et reste plan. Il se translate selon la direction y , perpendiculairement au déplacement de la tête d'impression.
- Le « drop watcher » : il s'agit d'une caméra stroboscopique qui permet d'observer l'éjection des gouttes en temps réel pendant la modification des paramètres d'éjection. Un récipient est placé sous cette caméra afin de récolter les gouttes éjectées.
- La station de nettoyage : elle est constituée d'un tampon qui permet de nettoyer la tête d'impression par différentes opérations (éjection gouttes à gouttes, éjection continue, frottement entre la cartouche et le tampon). Un programme de nettoyage peut être lancé avant, pendant et après l'impression.

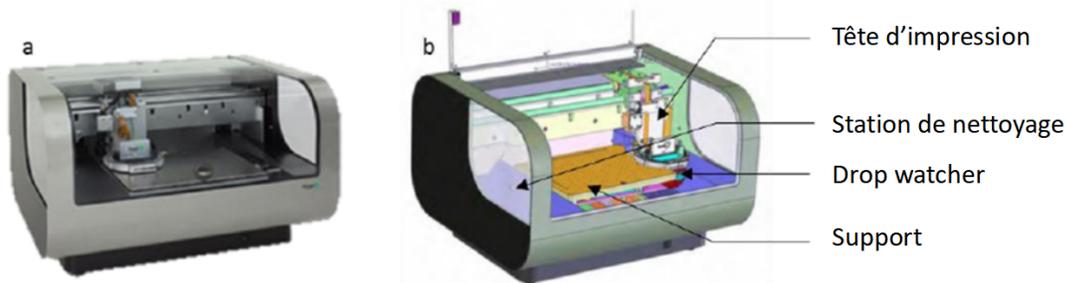


FIGURE 1.22 – L'imprimante jet d'encre Dimatix DMP283. a) Image. b) Schéma et parties.

Motifs L'impression par jet d'encre nécessite un fichier source numérique. Celui-ci est soit généré à partir du logiciel de l'imprimante, soit chargé dans le logiciel sous forme d'image binaire (en noir et blanc) au format bitmap. Un des paramètres de la fabrication du motif est la résolution de l'impression. Celle-ci correspondant à l'espacement entre les gouttes (« drop spacing »), c'est-à-dire la distance entre le centre de deux gouttes adjacentes selon x et selon y . L'espacement entre les gouttes correspond à un angle (angle de sabre). L'espacement entre les buses étant de 254 μm , pour un angle de 90°, l'espacement entre les gouttes est de 254 μm (Figure 1.23). Plus l'angle diminue, plus l'espacement entre les goutte diminue et plus la résolution du motif augmente. L'espacement entre les gouttes ainsi que le volume éjecté de la goutte vont ainsi influencer l'épaisseur du film imprimée. L'épaisseur du film final dépend des conditions de recuit appliquées après impression.

Recuit Les encres utilisées au cours de cette thèse sont constituées de nanoparticules métalliques, recouvertes d'une coquille de polymère. Cette coquille de polymère permet de prévenir la formation

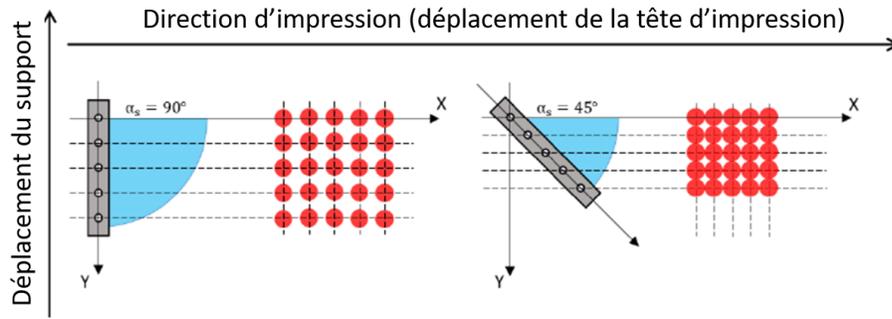


FIGURE 1.23 – Réglages de l’espacement entre les gouttes sur l’imprimante Dimatix DMP2831 [4].

d’agrégats de nanoparticules avant impression mais détériore la conductivité électrique. Un recuit est donc nécessaire afin de supprimer cette couche polymère. Le recuit permet également de densifier la couche métallique imprimée, par coalescence des nanoparticules et éventuellement par grossissement des grains. Ainsi, grâce à ce traitement thermique, une couche imprimée avec une meilleure conductivité électrique et une meilleure tenue mécanique est obtenue. Les mécanismes sous-jacents au recuit de films de nanoparticules métalliques sur substrat souples sont présentés dans l’étude de Cauchois *et al.* [46].

Le frittage permet la densification du film par coalescence des grains. La Figure 1.24 décrit le mécanisme en deux dimensions, pour des particules sphériques de même taille. Au cours du frittage, les particules coalescent et leur aire de contact passe d’un point à une ligne, appelée joint de grain. Ce mécanisme, activé thermiquement, est dû à un transport d’atomes en surface et dans le volume des particules. La couche formée après frittage contient alors des pores et donc une fraction volumique de vide de plusieurs dizaines de pourcent.

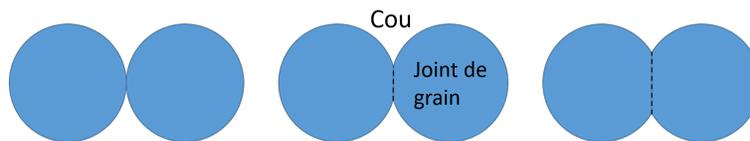


FIGURE 1.24 – Mécanisme de frittage.

La température de fusion d’une particule métallique diminue avec sa taille. Ceci s’explique par l’augmentation du ratio surface/volume avec la diminution de la taille. La température nécessaire pour fritter un film de nanoparticules est donc bien plus faible que la température de fusion du matériau massif. Pour l’électronique flexible, la température de recuit est, dans tous les cas, limitée par la température de transition vitreuse du polymère sur lequel est déposée le film métallique. Cette température varie donc entre 100 °C et 300 °C en fonction du substrat utilisé. Plusieurs travaux ont étudié l’influence de la température de recuit sur les performances mécaniques et électriques du film imprimé [47, 4].

1.2 Rappel de mécanique de la rupture et application aux films minces

Afin de donner aux lecteurs toutes les informations nécessaires à la compréhension de ce manuscrit, les éléments de base de la mécanique de la rupture sont rappelés. La rupture correspond à la propagation d'une fissure, avec la création de deux surfaces libres. Les premiers concepts de cette seconde partie sont la fissuration dans les matériaux massifs homogènes et à l'interface entre deux matériaux. Ces résultats sont basés sur la mécanique élastique linéaire de la rupture (LEFM) et sont développés dans l'article de Hutchinson et Suo de 1992 [48]. Les mécanismes d'endommagement des films minces en tension sont ainsi présentés, à savoir la fissuration multiple et le flambement par délaminage le long de l'interface film-substrat.

1.2.1 Fissuration dans les matériaux massifs homogènes

Dans un premier temps, les résultats de Griffith sont rappelés puis une analyse mécanistique locale est abordée.

1.2.1.1 Approche globale énergétique

En 1920, Griffith propose un critère de propagation de fissure à partir d'un équilibre énergétique. Une fissure se propage quand l'énergie restituée par la propagation de la fissure est suffisante pour compenser l'énergie requise pour créer deux nouvelles surfaces « libres » de fissure [49].

Le *taux de restitution d'énergie* G correspond à l'énergie libérée par le système lorsqu'une fissure se propage. Ce taux de restitution d'énergie est relié à la variation de l'énergie potentielle totale P . Pour un système élastique, l'énergie potentielle correspond à la somme du travail, réalisé par une charge externe, et de l'énergie élastique potentielle. L'équation qui relie le taux de restitution d'énergie à la variation d'énergie potentielle, lorsque la fissure se propage d'une surface dA est :

$$G = -\frac{dP}{dA} \quad (1.1)$$

Le taux de restitution d'énergie a la dimension d'une énergie de surface (énergie par unité de surface J.m^{-2}). Il correspond à une mesure du chargement agissant sur une fissure préexistante. Pour un matériau homogène, la condition de propagation d'une fissure est définie par :

$$G \geq \Gamma_c, \quad (1.2)$$

avec Γ_c la valeur critique du taux de restitution d'énergie (unité en J.m^{-2}). Si le taux de restitution d'énergie est plus grand que cette valeur critique, la fissure se propage et s'il est plus petit la fissure reste stable sans se propager.

1.2.1.2 Approche locale en contraintes

L'analyse mécanique du champ de déplacement autour d'une fissure, dont les faces sont libres, permet de définir le facteur d'intensité des contraintes K_i , avec i le mode de chargement considéré. Il existe trois modes de chargement (Figure 1.25) : $i = I$ le mode d'ouverture, $i = II$ le mode de cisaillement dans le plan de la fissure, $i = III$ le mode de cisaillement hors plan. Pour les détails de cette analyse, le lecteur peut se référer au livre « Fracture Mechanics » de Anderson [50]. Pour les mécanismes de fissuration étudiés au cours de ce travail, les sollicitations mécaniques correspondent aux modes I et II. Le mode III sera donc omis dans la suite.

Ici, K_i représente le niveau de chargement mécanique agissant sur la fissure. Irwin propose de transcrire le critère de Griffith selon, par exemple en mode I,

$$K_I > K_{Ic}, \quad (1.3)$$

pour que la fissuration ait lieu, avec K_{Ic} la *résistance à rupture* du matériau. Le taux de restitution d'énergie est relié au facteur d'intensité des contraintes par la relation suivante :

$$G = \begin{cases} \frac{1}{E}(K_I^2 + K_{II}^2), & \text{en contraintes planes,} \\ \frac{(1-\nu^2)}{E}(K_I^2 + K_{II}^2), & \text{en déformations planes.} \end{cases} \quad (1.4)$$

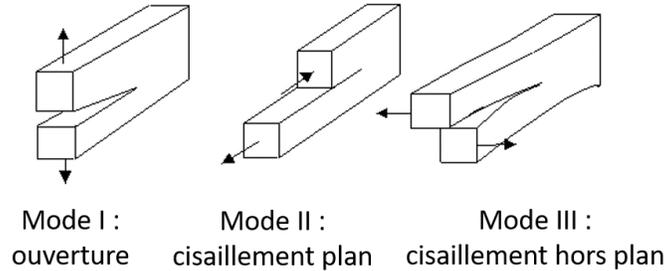


FIGURE 1.25 – Modes d'ouverture d'une fissure.

Williams [51] propose de rechercher le champ de contraintes au voisinage d'une entaille en postulant le champ de déplacement suivant :

$$u(r, \theta) = \sum_{i=I,II} \sum_n K_i r^{\frac{n}{2}} f_i^n(\theta), \quad (1.5)$$

avec r et θ les coordonnées polaires dont l'origine coïncide avec le fond de l'entaille (Figure 1.26), f_i^n des fonctions à déterminer à partir des conditions aux limites et n un coefficient considéré toujours positif, afin de garantir une densité d'énergie finie en pointe de fissure. Pour une fissure aigüe, pour laquelle les faces de la fissure se situent à $\theta = \pm\pi$ vis à vis du plan de symétrie de l'entaille, n vaut 1 et les termes asymptotiques sont pondérés par le facteur d'intensité des contraintes. En considérant un milieu élastique, homogène, isotrope, le champ de contraintes est défini par l'Équation 1.6.

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij,I}(\theta) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij,II}(\theta) \quad \text{avec } i, j = [x, y] \text{ ou } [r, \theta]. \quad (1.6)$$

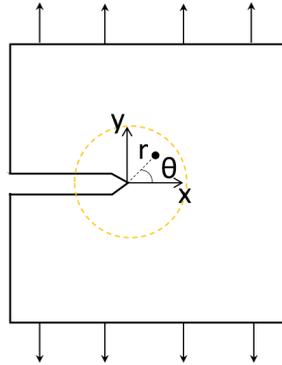


FIGURE 1.26 – Convention en pointe de fissure.

1.2.2 Fissuration à l'interface entre deux matériaux homogènes

Ici l'interface entre deux matériaux isotropes A et B est considérée. Pour chaque matériau, le taux de restitution d'énergie critique Γ_c^A et Γ_c^B est défini. Pour une interface, l'énergie par unité de surface nécessaire à séparer les deux matériaux, c'est-à-dire à séparer deux interfaces, est appelée l'énergie interfaciale ou énergie d'adhésion et est noté G_C . Les types de fissuration possibles pour ces deux matériaux sont présentés sur la Figure 1.27.

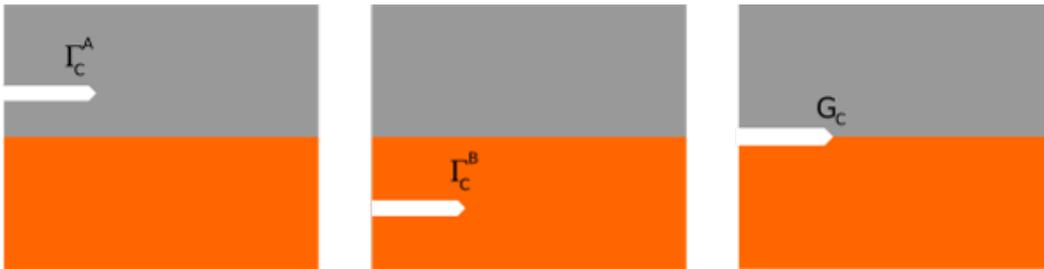


FIGURE 1.27 – Fissuration possible dans un matériau hétérogène.

Même si la géométrie et le chargement sont symétriques, la dissimilarité des propriétés élastiques entre les deux matériaux engendre une composante de cisaillement, à l'interface près de la pointe de fissure. La fissuration à l'interface est donc en *mode mixte*, c'est-à-dire un mélange de mode I et de mode II. K_I et K_{II} sont donc nécessaires pour caractériser les contraintes à l'interface. Ψ étant l'angle de la mixité modale, il donne une proportion entre le mode I et le mode II. Cet angle est défini par l'équation suivante :

$$\Psi = \arctan\left(\frac{K_{II}}{K_I}\right). \quad (1.7)$$

Ainsi $\Psi = 0^\circ$ correspond à un pur mode I et $\Psi = 90^\circ$ à un pur mode II. G_C et Ψ sont utilisés

pour caractériser la propagation de la fissure à l'interface. D'après des mesures expérimentales [52], l'énergie d'adhésion dépend fortement de la mixité modale Ψ (Figure 1.28). Hutchinson et Suo [48] donne une définition empirique, mais générale, de la relation entre cette énergie interfaciale G_c et la mixité modale Ψ , avec λ un paramètre d'ajustement, par l'Équation 1.8 :

$$G_c(\Psi) = G_{IC}(1 + \tan^2((1 - \lambda)\Psi)). \quad (1.8)$$

Cette équation est illustrée sur la Figure 1.29. Si $\lambda = 1$, seul le mode I participe à la rupture et $G_c = G_{IC}$. Plus λ augmente et plus G_c dépend fortement de la mixité modale. L'énergie proche du mode II est alors au moins dix fois plus importante que celle en mode I.

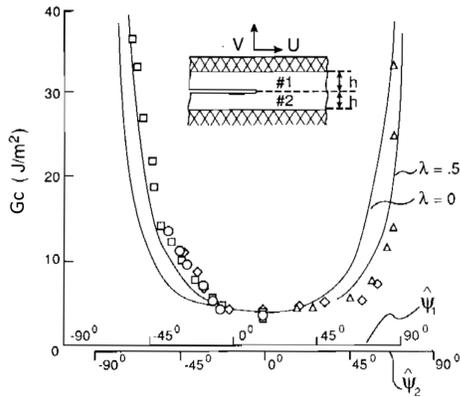


FIGURE 1.28 – Évolution de G_c en fonction de Ψ d'après les données expérimentales de Liechti & Chai [52].

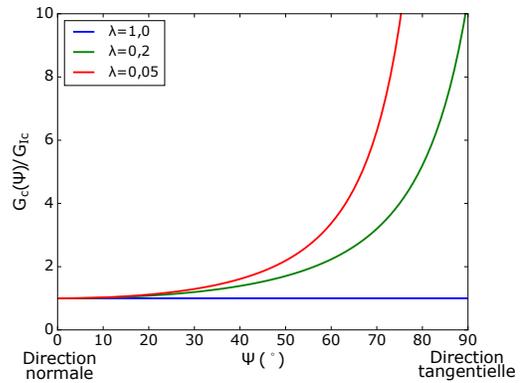


FIGURE 1.29 – Évolution de G_c en fonction de Ψ d'après la formule de Hutchinson & Suo.

1.2.3 Fissures multiples dans les films en tension

Dans ce paragraphe, les trois étapes de la fissuration et les modèles de relaxation de contraintes dans un film déposé sur un substrat sont présentés.

1.2.3.1 Les trois étapes de la fissuration

Trois étapes sont présentes lors de la fissuration d'un film en traction [53] (Figure 1.30) :

- Étape 1 : Germination et fissuration aléatoire : à partir d'une certaine déformation, appelée *déformation critique de fissuration* ε_r , les premières fissures apparaissent sur les différents défauts du film, et commencent à se propager perpendiculairement à la direction de traction. Les interactions entre fissures sont négligeables et la germination de nouvelles fissures est gouvernée par la répartition statistique des défauts dans le film.
- Étape 2 : Multiplication : Ensuite, la déformation continuant d'augmenter, elle engendre la propagation des fissures et génère de nouvelles fissures. Des cloques de délaminage apparaissent entre fissures, dues à une contraction latérale du film.

- Étape 3 : Saturation : Au-dessus d'une certaine déformation, la densité des fissures devient constante et atteint la densité à saturation. Aucune fissure ne se forme plus. Le délaminage et le flambement deviennent alors les mécanismes dominants.

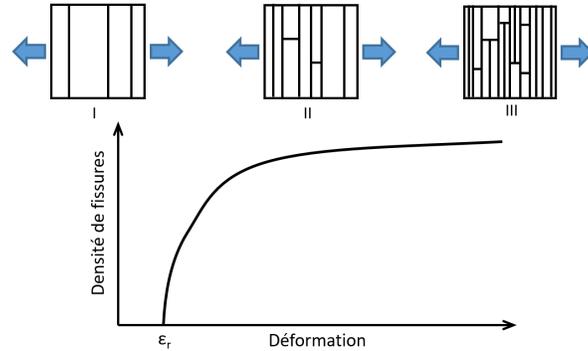


FIGURE 1.30 – Les trois étapes de la fissuration, adaptée de [53].

1.2.3.2 Les modèles de relaxation de contraintes (*shear lag*)

Plusieurs modèles ont été proposés afin de prédire la distance entre les fissures à saturation et analyser l'interaction des fissures. L'approche présentée ici a été utilisée à de nombreuses reprises dans la littérature, notamment pour des films déposés sur des substrats souples [54, 55, 56]. Il s'agit des modèles de relaxation de contraintes (*shear lag model* en anglais), développés par Hu [57] et Agrawal [58], puis par Beuth [59].

Soit un film, d'épaisseur e_f , déposé sur un substrat semi-infini. Dans le cas d'un essai de traction, l'ensemble film+substrat subit la même déformation de traction uniaxiale ε . Le comportement du substrat est élastoplastique parfait alors que celui du film est élastique. La contrainte d'apparition de la première fissure en traction du film est $\sigma_r = E_f \varepsilon_r$, avec E_f le module d'Young du film et ε_r la déformation de fissuration du film.

Le cas d'une fissure traversant l'épaisseur du film, perpendiculairement à la direction de traction est étudié (Figure 1.31). Sur les bords de la fissure, la surface est libre de toute contrainte, entraînant ainsi une relaxation des contraintes dans le film. L'équilibre des forces sur un volume de film adjacent au bord de fissure impose l'existence d'une contrainte de cisaillement à l'interface film/substrat. Suffisamment loin du bord de la fissure, la contrainte de traction redevient constante et uniforme dans l'épaisseur du film. Elle est alors indépendante de la distance à la fissure. Il existe donc une distance Λ_{relax} entre la fissure et l'endroit du film où la contrainte n'est plus affectée par la fissuration. Au-delà de cette distance, l'équilibre des forces n'impose plus l'existence d'une contrainte de cisaillement à l'interface film/substrat.

Le modèle de Hu et Evans suppose que la répartition de la contrainte dans le film σ_f sur la partie où les contraintes sont relaxées est linéaire (Figure 1.31). Cette forme impose une contrainte de cisaillement à l'interface film/substrat constante. Hu et Evans définissent cette contrainte de

cisaillement comme étant égale à la contrainte d'écoulement plastique du substrat en cisaillement τ_y .

Dans leur modèle, Agrawal et Raj [58] considèrent plutôt une répartition du cisaillement de forme sinusoïdale correspondant à la décohésion interfaciale.

Dans les deux paragraphes suivants, les raisonnements de chaque modèle sont développés.

Contrainte de cisaillement constante (modèle de Hu et Evans [57]) La contrainte moyenne de traction σ_f dans le film définie par le modèle de Hu et Evans est donc définie par :

$$\begin{cases} \sigma_f(x) = \frac{\tau_y x}{e_f}, & 0 \leq x \leq \Lambda_{relax}, \\ \sigma_f(x) = \sigma_r, & \Lambda_{relax} \leq x, \end{cases} \quad (1.9)$$

avec x la distance depuis la fissure et Λ_{relax} la distance sur laquelle la contrainte de cisaillement est non nulle, c'est-à-dire la distance de relaxation nécessaire pour atteindre la contrainte de fissuration du film σ_r . L'équilibre des forces dans le film permet de définir Λ_{relax} par l'équation 1.10 :

$$\Lambda_{relax} = \frac{\sigma_r e_f}{\tau_y}. \quad (1.10)$$

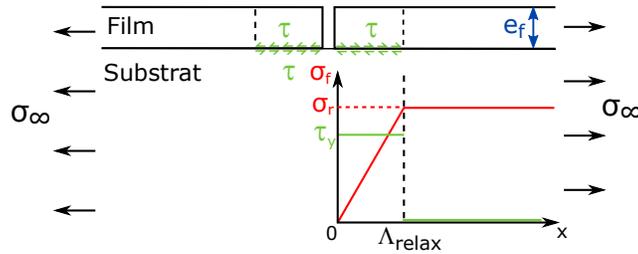


FIGURE 1.31 – Schéma du modèle de Hu et Evans de relaxation de contraintes.

Pour le modèle de relaxation de contraintes, l'espacement entre fissures à saturation Λ_{sat} est comprise entre Λ_{relax} et $2\Lambda_{relax}$ ($\Lambda_{relax} \leq \Lambda_{sat} \leq 2\Lambda_{relax}$). Les segments de film ayant une taille inférieure à Λ_{relax} ne peuvent plus fissurer. En effet la condition de fissuration ne peut plus être atteinte car la contrainte du film σ_f est constamment inférieure à la contrainte de fissuration du film σ_r . Cette longueur correspond donc à l'espacement minimal entre fissures Λ_{min} . Les segments de films, ayant une longueur supérieure à $2\Lambda_{relax}$, peuvent encore fissurer. La contrainte dans une portion de ce segment de film atteint la contrainte à rupture, engendrant l'apparition d'une nouvelle fissure et donc diminuant l'espacement entre fissures. La longueur $2\Lambda_{relax}$ correspond donc à l'espacement maximal entre fissures Λ_{max} .

Ce modèle de *shear lag* permet donc d'encadrer l'espacement des fissures à saturation par l'Équation 1.11 suivante :

$$\Lambda_{min} \leq \Lambda_{sat} \leq \Lambda_{max}, \quad (1.11)$$

avec l'Équation 1.12 :

$$\Lambda_{max} = 2\Lambda_{min}. \quad (1.12)$$

En utilisant la relation $\tau_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}}$, avec σ_y la limite d'élasticité en traction du substrat, la condition suivante sur l'espacement entre fissures à saturation est obtenue pour un substrat ductile :

$$\sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y} \leq \frac{\Lambda_{sat}}{e_f} \leq 2\sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y}. \quad (1.13)$$

Variation sinusoïdale de la contrainte de cisaillement (modèle d'Agrawal et Raj [58])

Dans ce modèle, le cas de deux fissures traversant l'épaisseur du film, espacée d'une distance L est considéré (Figure 1.32). La contrainte de cisaillement à l'interface est définie par l'équation suivante :

$$\begin{cases} \tau(x) = \tau_{max} \sin \frac{2\pi x}{\hat{\Lambda}}, & 0 \leq x \leq \frac{\hat{\Lambda}}{2}, \\ \tau(x) = 0, & \frac{\hat{\Lambda}}{2} \leq x \leq L - \frac{\hat{\Lambda}}{2}, \\ \tau(x) = -\tau_{max} \sin \frac{2\pi}{\hat{\Lambda}}[x - (L - \frac{\hat{\Lambda}}{2})], & L - \frac{\hat{\Lambda}}{2} \leq x \leq L, \end{cases} \quad (1.14)$$

avec $\hat{\Lambda}$ la longueur d'onde de la fonction sinus, utilisé pour définir la contrainte de cisaillement τ . Ce profil représenterait la répartition de la contrainte de cisaillement à l'amorçage d'une décohésion interfaciale induite par la fissuration.

La contrainte dans le film σ_f est une fonction de la distance depuis la fissure x et est définie par l'équation suivante :

$$\sigma_f(x) = \frac{1}{e_f} \int_0^x \tau(x') dx'. \quad (1.15)$$

Ainsi en introduisant les Équations 1.14 dans l'Équation 1.15, la contrainte de traction dans le film est égale à :

$$\begin{cases} \sigma_f(x) = \frac{\hat{\Lambda}\tau_{max}}{\pi e_f} \sin^2\left(\frac{\pi x}{\hat{\Lambda}}\right), & 0 \leq x \leq \frac{\hat{\Lambda}}{2}, \\ \sigma_f(x) = \sigma_r = \frac{\hat{\Lambda}\tau_{max}}{\pi e_f}, & \frac{\hat{\Lambda}}{2} \leq x \leq L - \frac{\hat{\Lambda}}{2}, \\ \sigma_f(x) = \frac{\hat{\Lambda}\tau_{max}}{\pi e_f} \sin^2\left(\frac{\pi}{\hat{\Lambda}}(L - \hat{\Lambda})\right), & L - \frac{\hat{\Lambda}}{2} \leq x \leq L. \end{cases} \quad (1.16)$$

Avant saturation, une nouvelle fissure peut se créer sur le segment [AB] de la Figure 1.32. Cette nouvelle fissure modifiera la répartition de contraintes dans le film. La fissuration continuera tant qu'il existe une région du film où la contrainte du film σ_f est supérieure à la contrainte de fissuration σ_r . Avec ce raisonnement, l'espacement entre fissures à saturation Λ_{sat} peut être borné par une valeur maximale et une valeur minimale.

L'espacement minimal Λ_{min} correspond à une fissure au point A et est égale à $\hat{\Lambda}/2$. En effet dans ce nouveau segment la contrainte ne dépassera pas la contrainte de fissuration. L'espacement maximal Λ_{max} quant à lui est défini pour deux fissures espacées de $\hat{\Lambda} = 2\Lambda_{min}$. L'espacement ne

peut être plus grand sinon la contrainte du film serait supérieure à la contrainte de fissuration et le segment pourrait de nouveau fissurer.

Les mêmes conditions d'encadrement de l'espace entre fissures à saturation sont donc obtenues pour le modèle de Hu et le modèle d'Agrawal, définies par les Équations 1.11 et 1.12.

Dans le cas d'un segment dont la taille correspond à l'espace maximal Λ_{max} , la répartition de contrainte dans le film est définie par :

$$\sigma_f(x) = \sigma_r \sin^2 \frac{\pi x}{\Lambda_{max}}, \quad 0 \leq x \leq \Lambda_{max}. \quad (1.17)$$

De plus d'après l'Équation 1.16, l'espace maximal entre fissures est défini par :

$$\Lambda_{max} = \frac{\pi \sigma_r e_f}{\tau_{max}}. \quad (1.18)$$

La contrainte maximale en cisaillement peut arbitrairement être définie comme étant la limite d'élasticité en cisaillement du substrat. Ainsi en utilisant la relation $\tau_{max} = \tau_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}}$, avec σ_y la limite d'élasticité en traction du substrat, la condition suivante sur l'espace entre fissures à saturation est obtenue pour un substrat ductile pour le modèle d'Agrawal :

$$\pi \sqrt{3} \frac{\sigma_r}{\sigma_y} \leq \frac{\Lambda_{sat}}{e_f} \leq 2\pi \sqrt{3} \frac{\sigma_r}{\sigma_y}. \quad (1.19)$$

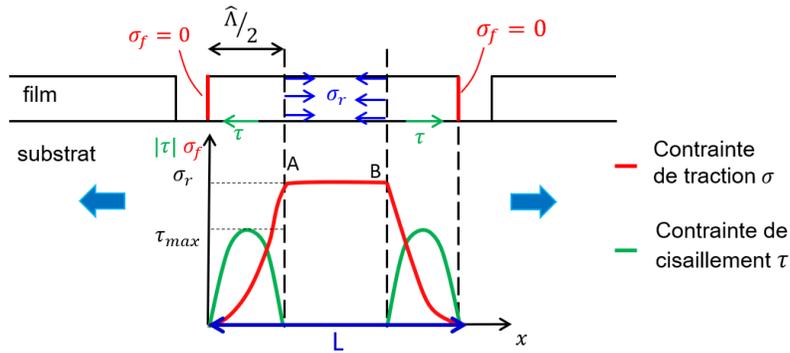


FIGURE 1.32 – Schéma du modèle d'Agrawal et Raj de relaxation de contraintes.

1.2.4 Flambement par délaminage de l'interface film/substrat

Un second phénomène d'endommagement des films minces déposés sur un substrat est le flambement par délaminage, également appelé flambage. Le flambement de film mince, dû à une contrainte de compression dans le film, a déjà été largement étudié, notamment par Hutchinson et Suo dans leur revue de 1992 [48].

Le flambement est une instabilité mécanique, qui engendre un déplacement hors-plan du film,

formant alors une cloque à la surface du film. Lorsque le film atteint une contrainte critique et qu'une région de l'interface est peu adhérente, voire ne l'est pas du tout dans le cas d'un défaut d'adhésion, le film flambe. La propagation de la cloque se poursuit à condition que le taux de restitution d'énergie G excède $G_c(\Psi)$, où Ψ indique la dépendance à la mixité modale. Cette dépendance à la mixité modale gouverne la forme des cloques et limite leur propagation [48]. Dans la suite du manuscrit, le terme de cloquage sera utilisé pour désigner le flambement par délaminage.

Différentes morphologies de cloques de flambement peuvent être observées à savoir des formes simples comme les cloques circulaires (Figure 1.33a) et les rides droites (Figure 1.33b), ou des formes plus complexes telles que les cordons de téléphone (Figure 1.33c). Des études récentes sur cette dernière forme de cloque a permis de montrer qu'il existait une relation entre la longueur d'onde des cordons de téléphone et l'énergie d'adhésion à l'interface film/substrat [60].

Le Chapitre 4 est dédié à l'étude du flambement par délaminage de films minces métalliques sur substrats souples. Plusieurs modèles sont détaillés au cours de ce manuscrit. Le modèle de ride droite, développé par Hutchinson et Suo [48], est présenté dans le Chapitre 4 et permet de montrer la dépendance entre le flambement et l'adhésion, ainsi que la nécessité de prendre en compte la mixité modale dans les modèles de flambement, pour limiter la propagation de la cloque. Un second modèle bidimensionnel, développé par Cordill [61], est présenté dans le paragraphe 1.3.3. Ce modèle repose sur le principe de minimisation de l'énergie du système et permet de calculer une énergie d'adhésion à l'interface entre un film métallique partiellement délaminé et un substrat flexible. Enfin des modèles tridimensionnels par éléments finis sont présentés, à la suite du modèle de Cordill. Ces modèles permettent de rendre compte du phénomène de flambement de façon plus réaliste [62, 63]. Un modèle de ce type sera également présenté au Chapitre 4.

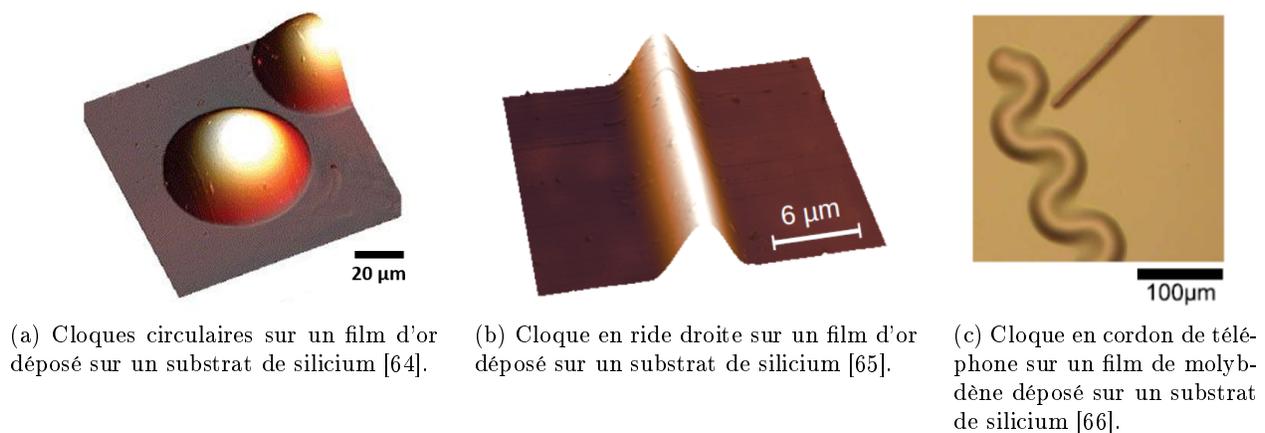


FIGURE 1.33 – Différentes morphologies de cloques.

1.3 Étude de l'endommagement de films métalliques sur substrats souples

Comme évoqué dans la première partie de ce chapitre, les composants électroniques flexibles sont constitués d'îlots fonctionnels reliés par des interconnexions métalliques. Lors de la déformation de l'ensemble du composant, ces îlots subissent peu de déformation contrairement aux interconnexions. L'étude de l'endommagement mécanique des interconnexions est donc un enjeu majeur pour le développement de composants flexibles. Dans cette partie, des études mécaniques réalisées sur des films minces métalliques déposés sur substrats souples sont décrites.

Pour étudier l'évolution des phénomènes d'endommagement, des essais de traction sont réalisés sur des platines installées *in situ* sous différents types d'équipement permettant de suivre la propagation des fissures et/ou des cloques : sous microscope optique [56], sous microscope électronique à balayage (MEB) [67, 54], sous microscope à force atomique (AFM) [68, 69]. Chaque technique d'observation présente ses avantages et ses inconvénients. Le microscope optique et le MEB permettent d'étudier l'évolution des fissures au cours du temps. Bien que le MEB soit plus précis pour le suivi de fissures, il peut cependant altérer l'interface entre le film et le substrat. L'AFM peut scanner seulement une petite zone mais il permet d'avoir le profil des fissures et des cloques de délaminage.

1.3.1 Modèles de rupture des films métalliques

De nombreuses études, réalisées par l'équipe de Suo [70, 71, 72], évoquent un modèle de rupture des films métalliques ductiles par amincissement du film. Cet amincissement ductile serait engendré par la localisation de la déformation, à l'endroit où le film a délaminé (Figure 1.34). Dans ce modèle, l'amincissement du film et le délaminage de l'interface sont étroitement liés : sans délaminage, pas de localisation de la déformation et donc pas d'amincissement.

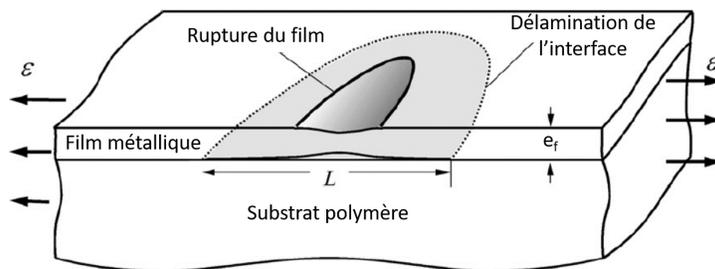


FIGURE 1.34 – Amincissement ductile du film et délaminage de l'interface.

Ce modèle suggère donc que l'adhésion entre le film et le substrat joue un rôle majeur sur la fissuration du film. La déformation, au moment de l'apparition de la première fissure, est alors retardée par une très bonne adhésion. La modélisation d'un film métallique de cuivre très adhérent à un film de polyimide montre que des déformations de 80 % peuvent être atteintes dans le film sans fissuration [71]. Les expériences de Xiang [73] semblent appuyer le rôle de l'adhésion, où un film de

cuivre déposé sur un substrat de polyimide bien adhérent supporte 10 % sans fissurer et jusqu'à 30 % en fissurant, avec des fissures courtes en zigzags, alors que le même film peu adhérent au substrat fissure à 2 % avec des longues fissures traversantes. Des déformations de fissuration ε_r de plusieurs dizaines de pourcents ont été rapportées pour des films de cuivre sur des substrats de PET ($\varepsilon_r = 50$ % [74]) et de polyimide ($\varepsilon_r = 70$ % [75]).

Afin de renforcer l'adhésion entre le film et le substrat, plusieurs auteurs, dont Xiang [73], Lu [74] ou Cordill [54], proposent de déposer une intercouche de chrome ou de titane, de quelques nanomètres, entre le film et le substrat. Marx [76] suppose que, pour le chrome par exemple, celui-ci réagisse avec le substrat de polymère pour former des liaisons fortes Cr-C avec un atome de carbone du polymère.

Un second mécanisme est évoqué dans certaines études sur le type de fissuration, à savoir la fissuration intergranulaire et la fissuration transgranulaire [77, 78]. La fissuration intergranulaire passe au niveau des joints de grains et est observée dans des films ayant des grains d'une taille inférieure à 200 nm [67]. La fissuration transgranulaire quant à elle passe dans les grains.

Sur la Figure 1.35, tirée d'une étude de Xiang [73] d'un film de cuivre déposé sur un substrat de polyimide, les deux modèles semblent être observés simultanément avec des amincissements du film au bord des fissures et de la fissuration intergranulaire en pointe de fissures.

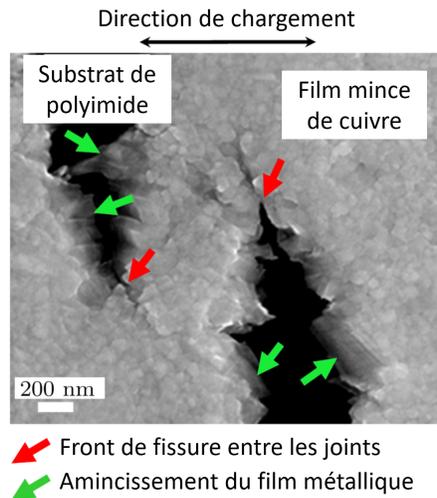


FIGURE 1.35 – Image MEB de deux fissures dans un film de cuivre déposé sur un substrat de polyimide déformé à 30 % de déformation [73].

1.3.2 Étude de la fissuration

Dans ce paragraphe, les différents résultats étudiant l'influence de l'épaisseur du film sont présentés. Ensuite les deux régimes de fissurations, observés dans différentes études, sont introduits. Pour finir les travaux appliquant le modèle de relaxation de contraintes et précisant ses limites sont détaillés.

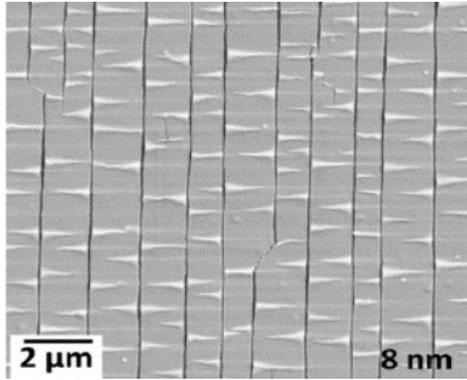
Influence de l'épaisseur du film Plusieurs travaux ont étudié l'influence de l'épaisseur d'un film de cuivre sur un substrat de polyimide sur la déformation de fissuration. Lu [67] et Men [56] observent une augmentation de la déformation de fissuration avec l'épaisseur du film, pour des films de cuivre ayant des épaisseurs comprises entre 100 et 600 nm, déposés sur des substrats de polyimide. Ces auteurs semblent associer cette augmentation à un changement de la morphologie du film avec l'épaisseur. Ils supposent que la rupture du film est due à un amincissement du film, couplé à un délaminage simultané. Ainsi la diminution de la limite élastique, dû à une augmentation de la taille de grains, rendrait le délaminage entre le film et le substrat très difficile augmentant la déformation de fissuration. Cordill *et al.* [54, 79] observent une tendance différente pour des films de chrome sur du polyimide, à savoir une diminution de la déformation de fissuration avec l'épaisseur du film. Cette contradiction peut s'expliquer par le comportement mécanique différent des deux films, le chrome étant fragile et le cuivre ductile. Les auteurs expliquent que pour les films fragiles, la déformation de fissuration est principalement liée à la présence de défauts dans le film. Ainsi plus le film est épais et plus la densité de défauts est importante, diminuant ainsi la déformation de fissuration.

L'épaisseur du film a également une influence sur la déformation et l'espacement entre fissures à saturation. Men [56] et Cordill [54] observent que l'espacement entre fissures à saturation augmente avec l'épaisseur du film quel que soit le type de film et de substrat, respectivement pour du cuivre sur du polyimide ou pour du chrome sur polyimide ou PET [79]. Quant à la déformation de saturation, Jin *et al.* [79] reportent une diminution de cette déformation avec l'épaisseur du film, pour des films de chrome sur des substrats de PET. Les études justifient ces observations grâce aux modèles de relaxation de contraintes. Les auteurs expliquent que l'interface contraint le film, d'autant plus si celui-ci est fin. Étant donné que la répartition de contraintes augmente plus rapidement pour les films minces, le prochain lieu de concentration de contraintes, où se forme une nouvelle fissure, est donc plus rapproché de la première fissure pour un film mince que pour un film épais. Ainsi l'espacement entre fissures à saturation est plus faible pour les films minces.

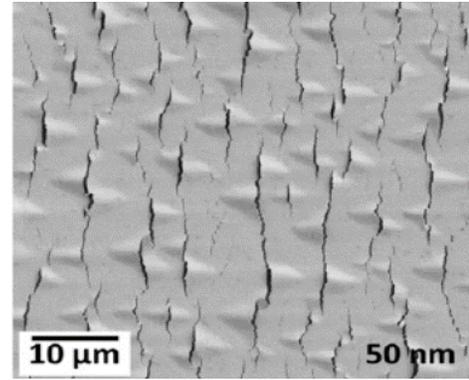
Pour les films ductiles, la déformation de fissuration semble augmenter avec l'épaisseur du film tandis que pour les films fragiles, elle semble diminuer. L'espacement entre fissures pourrait augmenter avec l'épaisseur du film et la déformation de saturation diminuer. L'influence de l'épaisseur du film d'argent est également étudiée dans ce travail et sera donc comparée aux études ci-dessus.

Deux régimes de fissurations Deux régimes de fissuration, selon la direction perpendiculaire à l'axe de traction, sont reportés dans la littérature : des fissures longues et droites, traversants l'échantillon (Figure 1.36a) et des fissures courtes en zigzags (Figure 1.36b). Cordill [11] semble associer la fissuration droite à un mécanisme fragile et la fissuration zigzag à un comportement ductile. Le régime de fissuration en zigzag peut être toléré par les concepteurs de circuits. En effet la fissuration en zigzag crée un chemin de percolation dans le film qui peut encore laisser passer le courant, contrairement au régime de fissuration longue, qui endommage le film de façon permanente.

Pour des films de titane déposés sur un substrat de polyimide, pour une épaisseur de film de 8 nm, les fissures observées sont longues et droites alors que pour un film de 50 nm, elles sont courtes et en zigzag (Figure 1.36). Cordill *et al.* [80] ont observé une surcouche d'oxyde à la surface



(a) Fissuration longue, traversant tout l'échantillon pour un film de 8 nm.



(b) Fissuration courtes en zigzag pour un film de 50 nm.

FIGURE 1.36 – Deux régimes de fissuration observés par Cordill dans des films de titane déposés sur du polyimide [80].

du film et une intercouche des deux matériaux à l'interface entre le titane et le polyimide. Ces deux couches diminuent la quantité de titane dans le film. Les auteurs supposent alors que pour le film mince de 8 nm, la quantité de titane est tellement faible que le comportement de la couche d'oxyde fragile est prédominant entraînant la formation de fissures droites et longues. En outre des fissures longues et droites ont été rapportées dans une étude de Taylor pour des film de titane de 50 nm après recuit [81]. Les auteurs expliquent le changement de régime de fissuration après le recuit par le changement de phase de l'intercouche titane/polyimide. En effet, avant recuit cette couche est amorphe et permettrait une bonne adhésion des deux surfaces alors qu'une fois recuite cette couche est nanocristalline et serait très peu adhérente, entraînant ainsi la formation de fissures longues. Cette étude semble donc montrer l'importance de la tenue de l'interface sur la fissuration du titane.

Pour des films de cuivre déposés sur un substrat de Kapton (polyimide) et une intercouche de chrome de 10 nm, Marx *et al.* [76] ont observé la même tendance : des fissures droites et longues pour un film de 50 nm et des fissures courtes et en zigzag pour des films de 100 et 200 nm. Les auteurs expliquent cette observation par une transition d'un comportement plastique pour les films épais à un comportement fragile pour les films minces. Des amincissements du film ont été observés dans les films épais et semblent donc justifier le comportement plastique. Pour le film le plus mince, le comportement de l'intercouche de chrome pourrait devenir dominant et entraîner la formation de fissures droites et longues.

Pour des films en alliage aluminium cuivre, déposés sur un substrat de Kapton, Macionczyk [82] a observé un comportement différent. Pour des films ayant une épaisseur supérieure à 1,5 μm , les fissures sont longues tandis que pour des films ayant une épaisseur inférieure, elles sont courtes. Ces épaisseurs étant supérieures à celles étudiées précédemment, les observations ne sont donc pas forcément contradictoires. Macionczyk justifie ses observations par le changement de comportement mécanique du film, dû à une augmentation de la taille de grains avec l'épaisseur du film (effet Hall-Petch).

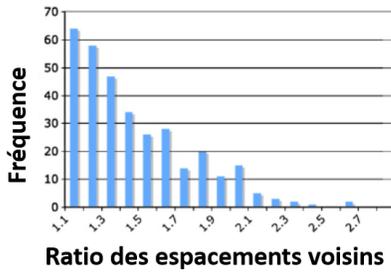
Pour des films très fins d'une épaisseur inférieure à 50 nm ou des films très épais supérieurs à 1,5 μm , il semble que la fissuration soit droite et traversante, alors que pour des films compris entre 50 nm et 1,5 μm , la fissuration a été observée en zigzag et courte. Dans cette thèse, des épaisseurs comprises entre 400 nm et 3 μm sont étudiées. Les résultats seront donc comparés à l'étude de Macionczyk.

Application du modèle de relaxation de contraintes Le modèle de *shear lag* présenté dans la partie précédente est utilisé à plusieurs reprises pour calculer la contrainte maximale de cisaillement à l'interface entre le film et le substrat, à partir de l'équation 1.10. Comme pour la déformation de fissuration, Men [56] et Cordill [54] observent des tendances différentes pour la contrainte de cisaillement τ_{max} . Pour des films de cuivre sur PET [56] variant de 300 à 600 nm, τ_{max} augmente de 110 à 300 MPa. Pour des films de chrome sur polyimide [54], τ_{max} diminue de 160 à 95 MPa. Hu *et al.* [55] ont étudié l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du recuit et observe que τ_{max} passe de 955 à 1700 MPa après recuit. Bien que cette dernière contrainte soit peu réaliste du point de vue physique, le recuit semble augmenter l'adhésion à l'interface entre le film et le substrat et donc augmenter la contrainte maximale supportée par celle-ci. Il semble donc important d'ajuster les paramètres de recuit afin de trouver les propriétés mécaniques optimales.

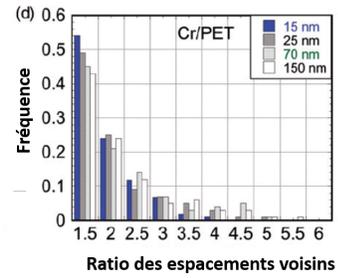
Remise en question du modèle de relaxation de contraintes Une des conséquences fortes du modèle de *shear lag* ne serait cependant pas tout le temps observé. En effet pour des films métalliques sur substrats souples, le rapport $\frac{\Lambda_{max}}{\Lambda_{min}}$ est souvent très supérieur à 2. Taylor reporte des valeurs de 16,6 pour des films de 500 nm de chrome déposés sur un substrat de 50 μm de polyimide [83].

Taylor [84] a alors défini un ratio des espacements entre voisins en comparant la longueur de chaque espacement entre fissures avec seulement les deux fissures adjacentes. L'espacement le plus long est divisé par l'espacement le plus court. Cette analyse permettrait de supprimer les effets d'inhomogénéités dans l'épaisseur du film. Pour un film d'oxyde d'aluminium déposé sur un substrat de cuivre, le ratio des espacements voisins permettrait de ramener 96 % des données dans le cadre des hypothèses du *shear lag* (Figure 1.37a). Cependant pour des films métalliques sur substrats souples, il semble que même ce ratio ne peut être ramené à 2 (Figure 1.37b).

En outre Taylor [83] remet en cause une autre hypothèse du modèle de *shear lag* : l'interface entre le film et le substrat doit être parallèle à la direction de chargement, ce qui ne semble pas être le cas pour des films métalliques sur substrats souples. Sur la Figure 1.38a, le modèle classique d'un film sur un substrat souple est schématisé. Dans ce modèle, l'interface est parallèle à l'axe du chargement et *la charge de traction peut être transférée au film seulement par cisaillement pur à l'interface*. Sur la Figure 1.38b, le cisaillement de l'interface, appliqué sur le film seul est modélisé par une force T , agissant sur les bords inférieurs du film. Dans cette configuration, le film fléchit en réponse à la charge T . Sur la Figure 1.38c, le film est attaché au substrat avec une interface fléchie. La flexion de ces fragments de film est inévitable quand le film est chargé par l'interface et dépendra de la différence de module d'Young entre le film et le substrat. Dans ce cas de figure, le transfert de



(a) Pour un film de AlOx/Cu [84].



(b) Pour un film de Cr/PET [83].

FIGURE 1.37 – Évolution de la fréquence en fonction du ratio des espacements voisins.

la charge de traction au film pourrait ne plus se faire seulement par un cisaillement pur à l'interface, complexifiant ainsi l'analyse.

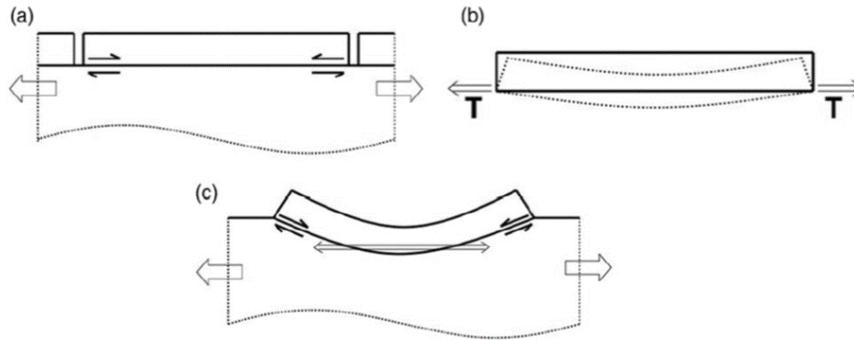


FIGURE 1.38 – Limitation du modèle de *shear lag*. (a) : le modèle classique film/substrat ; (b) un film seul chargé selon un bord ; (c) le système avec l'interface film/substrat fléchie [83].

La flexion des fragments métalliques sur le substrat souple semble être confirmée par des mesures AFM, réalisées sur des films de chrome déposés sur du PET, déformés en traction à 10 % [83]. Les Figures 1.39a-b-c) montrent les profils AFM du même fragment sur un film de 150 nm d'épaisseur et la Figure 1.39d) d'un fragment sur un film de 50 nm. Ces profils montrent la déflexion verticale du film au bord du fragment quelle que soit l'épaisseur du film. Cette déflexion a une amplitude d'un tiers de l'épaisseur du film pour les deux échantillons.

Au vu de la possible complexité du transfert de la charge de traction au fragment de film, dû à la flexion du film dans le substrat, la simulation numérique semble être un outil désigné pour comprendre les observations expérimentales et donner des limites pratiques quant à l'utilisation de films minces métalliques sur substrats souples.

1.3.3 Étude du cloquage

Modèle de Frank [85] Lorsque le film et le substrat ont un coefficient de Poisson très proche, la différence entre ces deux coefficients ne permet pas d'expliquer à elle seule la contraction du film

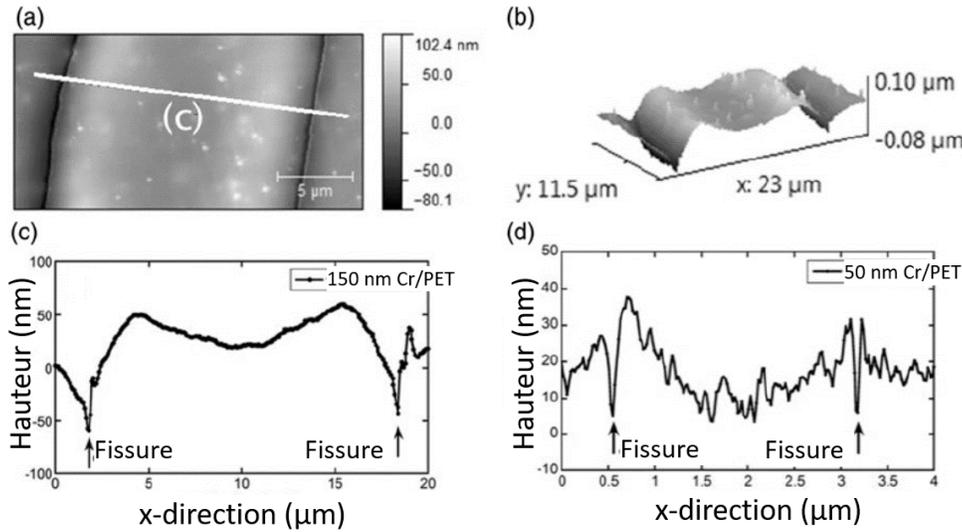


FIGURE 1.39 – a) Image en niveaux de gris d’un scan AFM d’un film de 150 nm de Cr/PET à 10 % de déformation. b) Profil 3D du scan AFM. c) Scan de la ligne (C) dans la Figure a). d) Scan d’une ligne sur un fragment de 50 nm de Cr/PET. [83]

qui engendre l’apparition du flambement. Frank *et al.* développent donc un modèle bidimensionnel de relaxation de contraintes dans un fragment de film fissuré, qui permet ainsi de relier fissuration et flambement [85]. La disparité des déformations élastiques entre le film et le substrat, perpendiculairement à la direction de traction, induit une contrainte compressive transverse dans le film. Cette contrainte compressive, induite par la fissuration et la relaxation de contraintes, est alors suffisante pour causer le flambement.

Le modèle de Frank est appuyé par différentes études, où des contraintes transverses sont mesurées *in situ* par diffraction à rayons X (DRX) dans un synchrotron au cours de la déformation dans des films en traction [81, 86, 76, 87]. La Figure 1.40 compare les courbes de contrainte-déformation obtenues expérimentalement au modèle décrit par Frank. Cette comparaison semble montrer une corrélation entre la relaxation de contraintes en traction et la formation d’une contrainte compressive dans la direction perpendiculaire de traction due au procédé de fissuration. La formation de cette compression coïncide avec l’apparition des premières cloques [87].

Évolution du flambement L’évolution de la densité de cloques suit également les trois mêmes étapes que la fissuration : germination, multiplication et saturation [79]. Jin *et al.* observent que pour un film fragile de chrome sur polyimide ou sur PET, la déformation de flambement, qui correspond à la déformation de l’apparition de la première cloque, diminue lorsque l’épaisseur du film augmente. De même l’auteur a observé que l’espacement entre cloques, la taille de la cloque et sa hauteur augmente avec l’épaisseur du film, alors que la déformation de saturation est quant à elle retardée, d’autant plus que le film est épais. L’étendue latérale de la cloque semble augmenter peu avec la déformation contrairement à sa hauteur. Pour les films fragiles et épais, à saturation, toutes les

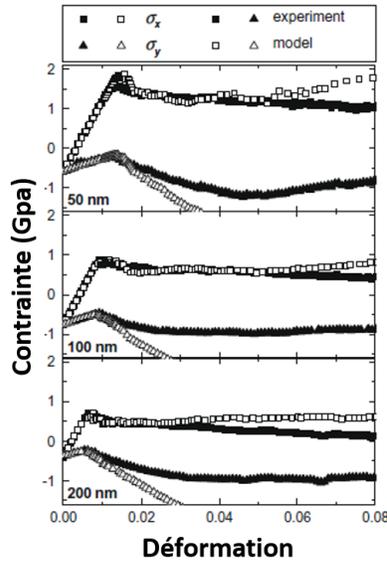


FIGURE 1.40 – Courbes de contrainte-déformation de films de tantale de 50, 100 et 200 nm sur un substrat de polyimide lors d’un essai de traction *in situ* dans un synchrotron [85].

cloques observées sont fissurées au sommet et leur profil n’est plus sinusoïdal mais pointu (Figure 1.41).

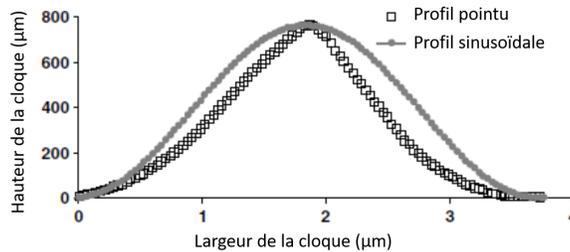


FIGURE 1.41 – Profil des cloques dans des films de chrome déposés sur un substrat de PET : profil sinusoïdal dans un film de 70 nm à 6,9 % de déformation et profil pointu dans un film de 140 nm à 7,5 % de déformation. Adapté de [79].

Deux types de cloques sont observés dans ces films de chromes : pour les films minces (<150 nm), des cloques rectangulaires, également appelées cloques tunnels, (Figure 1.42a) et pour les film épais (>150 nm), des demi-cloques triangulaires (Figure 1.42b) [54, 79, 61, 88].

Calcul de l’énergie d’adhésion à l’interface entre le film et le substrat G_c Cordill développe un modèle bidimensionnel reposant sur le principe de minimisation de l’énergie du système qui permet de calculer une énergie d’adhésion à l’interface entre un film métallique partiellement délaminé et un substrat flexible [61]. Le système film+substrat est étiré selon la direction x avec une déformation positive. Le film et le substrat se déforment de façon élastique et le film ne contient pas

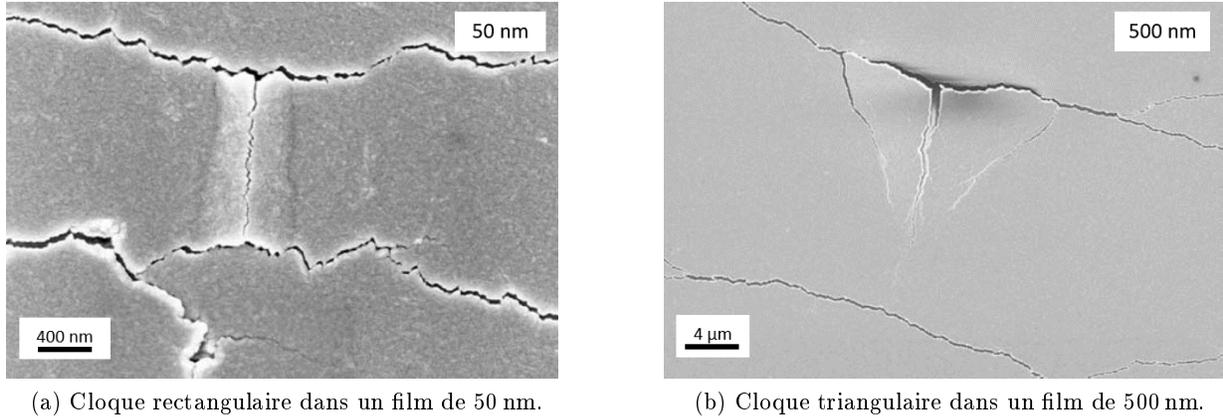


FIGURE 1.42 – Les deux types de cloques observés dans des films de chrome déposés sur un substrat de PET [54].

de contrainte résiduelle. Dans la direction transverse à l'étirement, une déformation de compression, due au coefficient de poisson du substrat, apparaît. Les cloques de flambement sont analysées comme des poutres d'Euler, c'est-à-dire des poutres encastées à leurs deux extrémités.

L'énergie potentielle totale est alors définie comme étant la somme de l'énergie de déformation en flexion, de l'énergie de déformation dans la partie non flambée (encore adhérente au substrat) et de l'énergie d'adhésion. En considérant l'état d'équilibre, une énergie d'adhésion critique est définie.

Pour la calculer, l'épaisseur du film e_f , la hauteur de la cloque h et sa demi-largeur b sont tracés avec $\sqrt{h/e_f}$ en fonction de b/e_f avec l'Équation 1.20, utilisant α comme paramètres d'ajustement.

$$\sqrt{\frac{h}{e_f}} = (2\alpha)^{1/4} (b/e_f) \left[1 + \sqrt{1 + (3/4)\alpha(b/e_f)^4} \right]^{1/4}. \quad (1.20)$$

Le paramètre α est ensuite déterminé grâce à la géométrie de la cloque mesurée expérimentalement. Pour finir, l'énergie d'adhésion G_c est calculée avec $\alpha = 0,657 \left(G_c/e_f E_f' \right)$ et $E_f' = E_f/(1 - \nu_f^2)$.

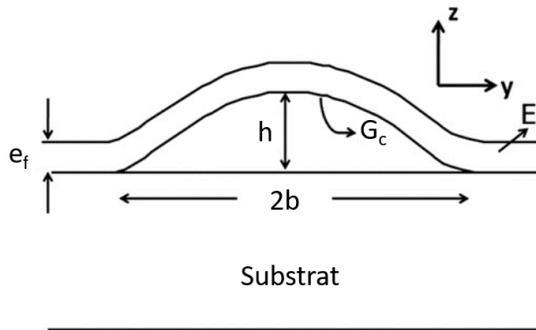


FIGURE 1.43 – Schéma du modèle de Cordill (adapté de [61]).

Ce modèle est valide en début de déformation, pour des cloques qui n'ont pas traversé la

bande de film entre deux fissures et qui n'ont pas fissuré au sommet. Plusieurs études ont appliqué ce modèle pour calculer l'énergie d'adhésion à l'interface film/substrat et ont montré que l'énergie d'adhésion entre un film métallique et un substrat souple est de l'ordre de grandeur de la dizaine de J.m^{-2} . Pour une interface chrome/polyimide une adhésion $G_c=4,5\text{J.m}^{-2}$ est calculée [61], et pour du chrome/PET, il a été calculé $G_c=9,4\text{J.m}^{-2}$ [88]. Cette dernière valeur est comparable à celle obtenue par le modèle de flambement spontanée de Hutchinson & Suo [48], détaillé au chapitre 4, qui permet de calculer un $G_{cHS}=8,8\text{J.m}^{-2}$ très proche de celui calculé par le modèle de Cordill.

Lorsque ce genre de modèle est utilisé pour calculer une adhésion interfaciale, il est important de savoir quelle interface se rompt. En effet des coupes réalisées avec une sonde ionique focalisée, communément appelée FIB (Focused Ion Beam), dans des films de chrome/PET révèlent qu'un délaminage est possible dans le substrat de polymère (Figure 1.44a), voire un double délaminage (dans le carré rouge de la Figure 1.44b), pour des grosses cloques de flambement. L'adhésion calculée n'est alors pas celle de l'interface film/substrat [88].

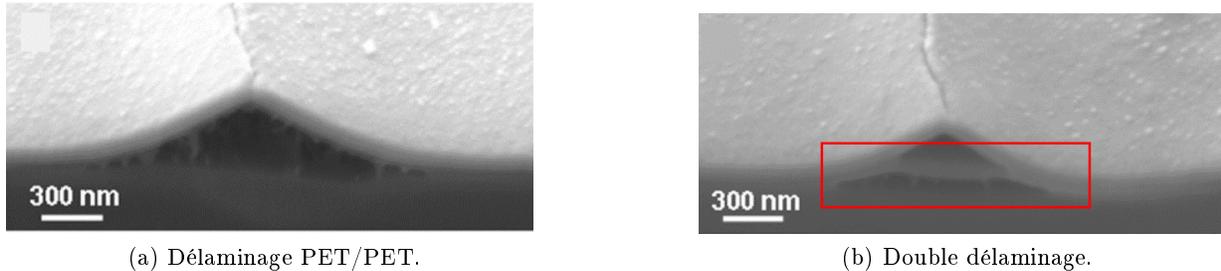


FIGURE 1.44 – Coupes FIB sous des cloques dans un film de Cr/PET [88].

Le modèle de Cordill est un modèle bidimensionnel ne permettant pas de prendre en compte les champs de contraintes complexes et les états de déformation présents dans le film lors d'un essai en traction uniaxiale. En outre la mixité modale n'est pas prise en compte dans ce modèle, or il sera montré dans le chapitre 4 que c'est grâce à cette mixité que la cloque ne se propage pas infiniment. Des approches 3D par éléments finis ont donc été proposées afin de prendre en compte les effets ci-dessus [62, 89]. Ces modèles utilisent des éléments de zones cohésives à l'interface entre le film et le substrat, qui permettent de modéliser le délaminage, via la propagation d'une fissure, en prenant en compte la mixité modale. Les éléments de zone cohésive sont détaillés dans la partie suivante de ce chapitre. Des études paramétriques, réalisées par Toth [62] et Von der Sluis [90], permettent d'identifier l'énergie d'adhésion en ajustant la forme de la cloque de délaminage obtenue par simulation à celle observée expérimentalement. Ainsi pour un système chrome/polyimide, le taux de restitution d'énergie de l'interface en mode I est de $4,0\text{ Nm/m}^2$ et de $8,0\text{ Nm/m}^2$ en mode II. La contrainte maximale supportée par l'interface est de 80 MPa . Ces valeurs sont en accord avec les valeurs obtenues avec les modèles de Cordill ou d'Hutchinson.

Dans cette thèse, nous nous inspirerons de ces dernières approches pour déterminer l'énergie d'adhésion entre le film et le substrat.

1.3.4 Étude de fiabilité de films Ag NP déposés par jet d'encre

Les études précédentes testent principalement des films déposés par évaporation ou pulvérisation, les films imprimés restent moins étudiés mécaniquement. Cependant les films composés de nanoparticules (NP) d'argent sont une bonne alternative aux dépôts sous vide. Joo [91] a démontré que l'adhésion des films composés de NP d'argent est dû à des forces de Van der Waals entre le film et le substrat. Ces forces dépendent de la dureté du substrat : moins le substrat est dur et plus l'adhésion est importante.

Les fissures dans les films de NP d'argent déposés sur des substrats de polyimide se développent au niveau des joints de grains, de façon intergranulaire [47]. Dans cette même étude, Kim a observé que pour un recuit à 150 °C pendant 30 min, la déformation de fissuration, la plus élevée mesurée, a été atteinte pour 6,6 % de déformation. Ces déformations à fissuration ont été mesurées par des essais de traction couplés à des mesures électriques. Pour des températures de recuit plus élevées et des temps plus longs, l'auteur a observé que la déformation de fissuration diminue en raison de grains plus gros et de porosités plus importantes. La déformation de fissuration de ces films de NP d'argent reste tout de même inférieure à celles obtenues pour des films déposés par évaporation, qui est autour des 10-15 % de déformation. Les auteurs attribuent cela à la structure granulaire et poreuse des films de nanoparticules par rapport aux films déposés par évaporation.

Des mesures d'adhésion interfaciale ont été réalisées par Lee pour des films de NP d'argent déposés sur une plaquette de silicium grâce à des essais Double Cantilever Beam (DCB) [92]. L'énergie d'adhésion calculée est comprise entre 4 et 6,5 J.m⁻². Ces valeurs sont comparables aux valeurs mesurées précédemment pour des films métalliques sur substrat souple par le modèle de Cordill.

Lee [92] a également étudié les effets du recuit sur l'énergie de rupture à l'interface. La coquille organique, qui entoure les nanoparticules afin d'éviter leur agglomération, fond lors du recuit et semble ségréguer à l'interface entre le film et substrat. Cette couche organique à l'interface renforcerait alors l'adhésion par un mécanisme de pontage. L'auteur suppose donc qu'il existe une température de recuit optimale qui permet de maximiser l'énergie de rupture. En effet, si le recuit n'est pas suffisant, la coquille organique resterait alors sur les nanoparticules, diminuant la conductivité du film et si le recuit est trop important, la coquille organique serait complètement détruite (Figure 1.45).

Lee [93] montre que les films de NP d'argent peuvent être renforcés à l'aide de nanofils d'argent, ayant une longueur de 90 µm. L'utilisation du même matériau pour les nanoparticules et pour les nanotubes engendre des phénomènes de diffusion et de croissance de grains lors du recuit. Ceci permet d'obtenir un matériau bien homogène, ayant une plus importante déformation de fissuration et une plus faible résistivité électrique.

1.4 Modélisation de la rupture

Afin de comprendre les phénomènes présentés précédemment, des simulations par éléments finis seront réalisées sur le logiciel de calcul ABAQUS. La fissuration et le délaminage étant des

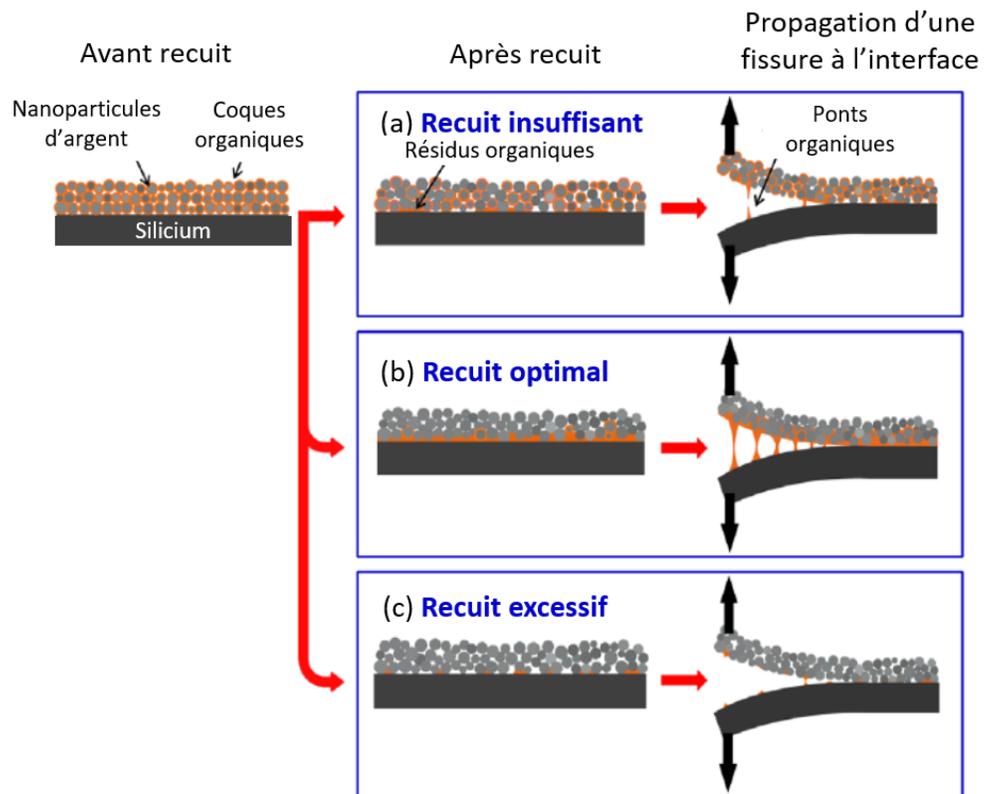


FIGURE 1.45 – Mécanisme de pontage qui permet d'augmenter l'adhésion interfaciale [92].

phénomènes de rupture, il est important de pouvoir les modéliser correctement. Dans un premier temps, le choix des modèles de zones cohésives, utilisés dans ce travail, est justifiée. Ensuite ces modèles de zones cohésives sont détaillés. Cette partie s’inspire de la bibliographie sur les zones cohésives de la thèse de Pons [94] et de la documentation ABAQUS [95].

1.4.1 Choix des modèles de zones cohésives

Les modèles de zones cohésives sont choisis pour décrire la fissuration du film et le délaminage de l’interface. Ces modèles de zone cohésive correspondent à une approche locale, qui permet d’analyser le champ de contraintes autour d’une fissure en tenant compte du mécanisme de dégradation intervenant en pointe de fissure. Les descriptions cohésives sont adoptées car elles « miment » mécaniquement le mécanisme sous-jacent de l’amorçage et de la propagation d’une fissure, et permettent d’incorporer une longueur caractéristique. Ainsi des effets géométriques, tels que l’épaisseur absolue du film et du substrat, peuvent être pris en compte. Ces approches locales utilisent cependant des méthodes plus « lourdes » numériquement, en raison des maillages fins nécessaires au voisinage de la fissure.

1.4.2 Bases des modèles de zones cohésives

Les modèles de zones cohésives permettent donc de décrire localement le processus de fissuration, aussi bien l’amorçage que la propagation. La mécanique de la fissuration est souvent utilisée pour décrire ces modèles, notamment dans l’implémentation du modèle générique par Camanho [96] dans le logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS. Ces modèles utilisent une loi adoucissante qui décrit la fissuration du matériau lorsque celui-ci a atteint un seuil critique.

Barenblatt [97] fut le premier à proposer le modèle de zones cohésives, pour remédier à la singularité en fond d’entaille. Pour des matériaux quasi-fragiles, il introduit une zone de transition, appelée zone de fissuration, en pointe de fissure entre la zone rompue et la zone intègre (Figure 1.46). Au cours des dernières décennies, plusieurs modèles de zones cohésives ont été développés, notamment par Dugdale [98] ou Tvergaard [99] pour des processus de rupture ductile dans des matériaux élastoplastiques, mais également par Xu et Needleman [100] pour des processus de rupture fragile.

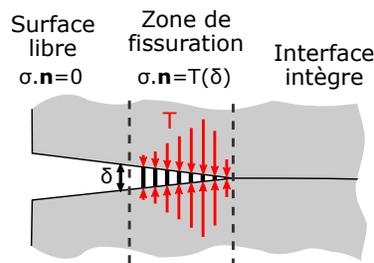


FIGURE 1.46 – Modèle de zone cohésive.

1.4.3 Description de la loi de traction-séparation

Le procédé de rupture d'un élément cohésif est décrit par une loi de traction-séparation (Figure 1.47), qui permet de décrire l'interaction entre les deux faces de la zone de fissuration (Figure 1.46). La contrainte de traction à l'interface \bar{T} dépend du vecteur de séparation $\bar{\delta}$, qui correspond à l'ouverture relative des deux faces. Les vecteurs de traction et d'ouverture peuvent être séparés en une composante normale ($i = n$), qui correspond à un mode d'ouverture en traction (mode I) et une composante tangentielle ($i = t$), pour un mode d'ouverture en cisaillement (mode II) (Figure 1.47).

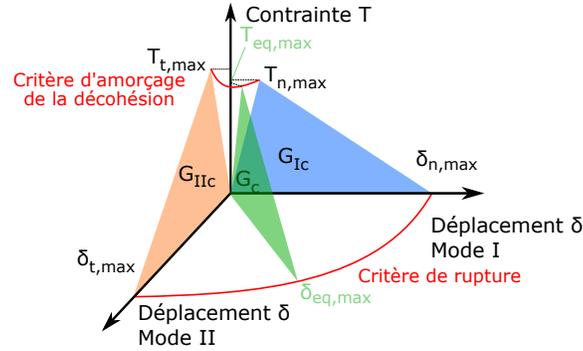


FIGURE 1.47 – Loi de traction-séparation.

Loi bilinéaire Parmi les différentes lois de traction-séparation existantes, une loi bilinéaire est utilisée dans cette étude (Figure 1.48), quel que soit le mode d'ouverture.

Dans une première partie, la traction T_i , avec $i = n$ ou t , augmente linéairement avec l'ouverture δ_i entre les deux faces selon une pente de paramètre K_i , appelé la rigidité initiale de chargement. Dans cette partie, l'élément cohésif est encore intègre.

La traction atteint ensuite $T_{i,max}$ la contrainte critique en traction ou en cisaillement de l'élément. Cette traction correspond à $\delta_{i,0}$ l'ouverture à l'amorçage de la décohésion $\delta_{i,0}$. L'élément cohésif commence alors à s'endommager.

Dans la seconde partie, la traction diminue linéairement avec le déplacement, simulant ainsi une perte de raideur et une décohésion progressive de l'élément. Une variable D est introduite afin de décrire cette phase. En cas de décharge, l'endommagement est irréversible.

Finalement la contrainte devient nulle pour $\delta_i = \delta_{i,max}$, l'ouverture critique lorsque l'élément est complètement cassé. À partir de cet instant, la fissure s'est ouverte.

La loi de traction-séparation linéaire peut donc être décrite par l'Équation 1.21 ci-dessous :

$$T_i = \begin{cases} K_i \delta_i, & \delta_i \leq \delta_{i,0}, \\ K_i(1 - D)\delta_i, & \delta_{i,0} \leq \delta_i \leq \delta_{i,max}, \\ 0, & \delta_{i,max} \leq \delta_i. \end{cases} \quad (1.21)$$

L'énergie de séparation par unité de surface, fournie à un élément pour propager la fissure,

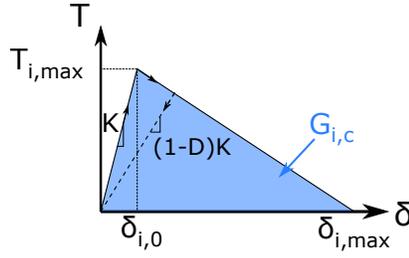


FIGURE 1.48 – Loi cohésive bilinéaire.

correspond au taux de restitution d'énergie critique $G_{i,c}$. Cette grandeur est égale à l'aire sous la courbe de traction-séparation. Dans cette loi bilinéaire, le taux de restitution critique $G_{i,c}$ est donc relié à la contrainte critique $T_{i,max}$ et à l'ouverture critique $\delta_{i,max}$ par l'Équation suivante 1.22 :

$$G_{i,c} = \frac{1}{2} T_{i,max} \delta_{i,max} \quad (1.22)$$

Pour identifier intégralement une loi cohésive bilinéaire, deux paramètres doivent être définis parmi $G_{i,c}$, $T_{i,max}$ et $\delta_{i,c}$ et ce pour chacun des modes d'ouverture.

Choix de la rigidité de chargement initial K_i Il est nécessaire de choisir correctement la rigidité de chargement initiale K_i , afin que celle-ci n'altère pas les propriétés élastiques effectives de la structure simulée. Avant l'endommagement des éléments cohésifs, la rigidité doit être suffisamment grande afin d'assurer la continuité des déplacements au voisinage de la zone cohésive. De plus, la rigidité K_i doit être définie de façon à vérifier que l'ouverture à l'amorçage de la décohésion $\delta_{i,0}$ soit négligeable devant $\delta_{i,max}$ l'ouverture critique.

D'après les bonnes pratiques permettant de vérifier les conditions précédentes, le critère utilisé pour définir la rigidité K_i est le suivant : la partie linéaire croissante doit être négligeable devant la partie décroissante. Ainsi la rigidité K_i peut être définie par l'Équation suivante 1.23 :

$$K_i = x \frac{T_{i,max}^2}{2G_c}, \quad (1.23)$$

avec x un coefficient sans unité de l'ordre de grandeur de la centaine.

Détermination de la variable D La variable D , caractéristique de la partie descendante de la loi cohésive est décrite par l'Équation 1.24 suivante :

$$D = \begin{cases} 0, & \delta_i \leq \delta_{i,0}, \\ \frac{\delta_{i,max}(\delta_i - \delta_{i,0})}{\delta_i(\delta_{i,max} - \delta_{i,0})}, & \delta_{i,0} \leq \delta_i \leq \delta_{i,max}, \\ 1 & \delta_{i,max} \leq \delta_i. \end{cases} \quad (1.24)$$

Cette variable varie donc entre 0 et 1. Les éléments pour lesquels D est compris entre 0 et 1 sont

appelés la « process zone ». Lorsque la variable D est nulle, l'élément est intègre, mais lorsque D atteint 1, il est complètement rompu et la traction est considérée comme nulle sur les deux faces ouvertes.

Chargement mixte La loi bilinéaire ci-dessus est décrite pour une direction normale ou tangentielle. En mode I, seuls les composantes T_n et δ_n sont présentes alors qu'en mode II, ce sont les composantes T_t et δ_t . Lorsque le chargement est mixte entre les directions normales et tangentielles, une ouverture effective δ_{eq} et une contrainte effective T_{eq} sont définies à partir des ouvertures et des contraintes normales et tangentielles, par les Équations 1.25 et 1.26.

$$T_{eq} = \sqrt{T_n^2 + T_t^2}. \quad (1.25)$$

$$\delta_{eq} = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2}. \quad (1.26)$$

Le crochet de Macaulay $\langle . \rangle$ représente la partie positive d'un nombre. Un état purement en compression n'induit donc pas d'endommagement, puisque le crochet de Macaulay est égal à 0.

1.4.4 Critère d'amorçage de l'endommagement

L'endommagement d'un élément cohésif s'initie lorsque le critère d'amorçage de l'endommagement est satisfait par la contrainte ou la déformation. Plusieurs critères d'amorçage existent.

Les premiers critères sont les critères de contraintes ou de déformations maximales (MAXS ou MAXE). Pour le critère MAXS, l'endommagement de l'élément cohésif s'amorce si le rapport maximal de la contrainte sur la contrainte critique, en normal ou en tangentiel, atteint 1. Ce critère se traduit par l'Équation 1.27. De même, le critère MAXE est défini pour la déformation par l'Équation 1.28.

$$\max \left\{ \frac{\langle T_n \rangle}{T_{n,max}}; \frac{T_t}{T_{t,max}} \right\} = 1. \quad (1.27)$$

$$\max \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_{n,max}}; \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_{t,max}} \right\} = 1. \quad (1.28)$$

Les déformations $\varepsilon_{n,max}$ et $\varepsilon_{t,max}$ correspondent aux déformations lorsque la contrainte de décohesion $T_{i,max}$ est atteinte, respectivement dans les directions normale et tangentielle.

Les seconds critères sont des critères quadratiques en contrainte ou en déformation (QUADS, QUADE). Pour le critère QUADS, l'endommagement s'amorce lorsqu'une fonction quadratique dépendant du rapport de la contrainte sur la contrainte critique atteint 1 et est décrit par l'Équation 1.29. Le critère QUADE en déformation est décrit par l'Équation 1.30.

$$\left(\frac{\langle T_n \rangle}{T_{n,max}} \right)^2 + \left(\frac{T_t}{T_{t,max}} \right)^2 = 1. \quad (1.29)$$

$$\left(\frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_{n,max}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_{t,max}}\right)^2 = 1. \quad (1.30)$$

1.4.5 Critère de rupture

Un critère de rupture permet d'identifier l'instant de l'ouverture de la fissure localement. Deux critères existent : le critère de rupture en déplacement et le critère de rupture énergétique.

Critère en déplacement Le critère en déplacement considère un élément cohésif rompu, lorsque l'ouverture entre les deux faces ouvertes atteint l'ouverture critique δ_{max} . Plus exactement, le critère est satisfait quand l'ouverture équivalente δ_{eq} atteint l'ouverture critique équivalente $\delta_{eq,max}$ (Équation 1.31).

$$\delta_{eq} = \delta_{eq,max} \quad (1.31)$$

Critère en énergie Le critère énergétique considère un élément cohésif rompu lorsque le taux de restitution d'énergie de l'élément, c'est-à-dire l'aire sous la courbe de traction-séparation, atteint le taux de restitution de l'énergie critique $G_{i,c}$. Selon le mode d'ouverture I ou II, le critère en énergie est défini par l'Équation 1.22. La condition d'apparition d'une fissure localement en mode mixte s'écrit

$$G_c(\Psi) = \frac{1}{2} T_{eq,max} \delta_{eq,max}, \quad (1.32)$$

où $G_c(\Psi)$ est définie par l'Équation 1.8. L'angle de mixité modale normalisé Ψ^* est défini sous ABAQUS par

$$\Psi^* = \frac{2}{\pi} \tan^{-1}\left(\frac{T_t}{T_n}\right) = \frac{2}{\pi} \Psi. \quad (1.33)$$

Alors que l'angle de mixité modale Ψ varie entre 0° et 90° , l'angle normalisé Ψ^* varie entre 0 et 1. Les deux relations 1.32 et 1.33 permettent ainsi de définir la dépendance de l'énergie de séparation à la mixité modale.

Dans ce travail, la confrontation des simulations aux résultats expérimentaux permettra de déterminer les paramètres de zone cohésive rendant correctement compte de la réalité. Ainsi l'énergie d'adhésion et la contrainte de traction en mode I de l'interface film-substrat seront identifiées.

Conclusions

Ce chapitre permet de présenter le domaine de l'électronique flexible ainsi que les principaux modèles mécaniques utilisés au cours de la thèse. Il permet également de faire un bilan des études qui existent sur l'endommagement de films minces métalliques sur substrats souples.

Pour permettre de retarder l'endommagement, par fissuration ou délaminage, d'un film métallique sur un substrat souple, il faut en général augmenter l'adhésion entre le film et le substrat. Cela peut passer par l'insertion d'une intercouche à l'interface entre le film et le substrat, qui va générer des liaisons plus fortes avec le substrat, par un pré-traitement du substrat ou par un recuit optimal de la couche. L'épaisseur de la couche déposée joue également un rôle majeur sur la déformabilité mais également sur le régime de fissuration. Pour des films très fins d'une épaisseur inférieure à 50 nm ou des films très épais supérieurs à 1,5 μm , il semble que la fissuration soit droite et traversante. Cette fissuration est dramatique pour l'interconnexion puisqu'elle coupe le circuit électrique de façon permanente. Pour des films compris entre 50 nm et 1,5 μm , la fissuration a été observée en zigzag et courte. Cette fissuration reste acceptable puisque elle crée des chemins de percolation dans le film, permettant encore le passage du courant électrique.

Les études sur le flambement par délaminage montrent que les cloques de délaminage sont un bon moyen de quantifier l'énergie d'adhésion à l'interface entre le film et le substrat, qui est une valeur cruciale pour la fiabilité de l'interconnexion.

Bien que des modèles bidimensionnels existent pour décrire la fissuration et le flambement, il semble utile de développer des modèles éléments finis qui permettent de prendre en compte les différents mécanismes, parfois complexes, de ces phénomènes.

Les études sur les films imprimés restent encore bien moins nombreuses que celles sur les films déposés par évaporation ou pulvérisation. Il est donc intéressant d'étudier l'influence de l'épaisseur d'un film imprimé sur la fissuration et le flambement, mais également d'étudier les cloques de délaminage pour déterminer une énergie d'adhésion.

Chapitre 2

Caractérisations

Sommaire

2.1 Étude du substrat	54
2.1.1 Méthode de la corrélation d'images	54
2.1.2 Essais de traction	55
2.1.3 Détermination des propriétés mécaniques	58
2.2 Fabrication des échantillons	59
2.2.1 Impression par jet d'encre	59
2.2.2 Impression par sérigraphie	65
2.2.3 Mesures de contraintes résiduelles	67
2.3 Moyens expérimentaux pour étudier la fissuration	68
2.3.1 Description de l'essai de traction	69
2.3.2 Analyses d'images	69
2.3.3 Caractérisations de la fissuration	76
2.3.4 Bilan et questionnement	87
2.4 Moyens expérimentaux pour étudier le cloquage	88
2.4.1 Description de l'essai de traction	88
2.4.2 Analyses des cloques	89
2.4.3 Évolution de la taille d'une cloque en fonction de la déformation	92
2.4.4 Analyse du flambement pour les films imprimés par jet d'encre	96
2.4.5 Bilan et questionnement	101
Conclusions	103

Ce chapitre présente les différentes méthodes de caractérisation développées au cours de la thèse pour étudier les mécanismes d'endommagement par déformation des films métalliques déposés sur substrats souples. Ces mécanismes sont la fissuration et le flambement.

Durant leur utilisation, les composants sur substrats souples sont amenés à fléchir. La flexion d'une coque engendre des contraintes de traction sur la partie convexe, au-dessus de la fibre neutre et des contraintes de compression sur la partie concave, en-dessous de la fibre neutre. Lorsqu'un bicouche, composé d'un film déposé sur un substrat, est fléchi, le film, qui se trouve dans la partie convexe, est soumis à une traction homogène dans son épaisseur selon les deux directions principales. Il est possible de relier la déformation imposée en traction à un ensemble film/substrat au rayon de courbure imposé à l'ensemble en flexion. En raison de la souplesse des échantillons sur substrats flexibles, les essais de traction sont plus faciles à mettre en place que les essais de flexions. Ils sont donc choisis pour étudier les principaux mécanismes d'endommagement des films minces métalliques sur substrats souples, à savoir la fissuration et le flambement par délaminage.

La première étude de ce chapitre identifie les propriétés mécaniques du substrat, déterminées grâce à des essais de traction couplés à des mesures de champ de déformation par corrélation d'images. La fabrication des échantillons constitués d'un film de nanoparticules d'argent déposé sur un substrat souple de Kapton, un polyimide (PI), ainsi que le plan expérimental sont ensuite décrits. Les paragraphes suivants présentent les méthodes développées pour étudier la fiabilité mécanique de ces films métalliques, à savoir :

- Une méthode d'analyse d'images, enregistrées sous microscope optique pendant les essais de traction, pour étudier la fissuration ;
- Une méthode de suivi des cloques de délaminage, obtenues grâce à des profils 2,5D ($z(x, y)$) des films, mesurés par interférométrie optique au cours des essais de traction.

2.1 Étude du substrat

Au cours de cette thèse, le substrat sur lequel sont déposés les films métalliques est le Kapton HN. Ce polyimide est un polymère robuste, capable de supporter des températures allant jusqu'à 350 °C sans modifier son état solide. En effet sa température de transition vitreuse (T_g) est comprise entre 360 °C et 410 °C. Ces températures sont élevées comparées à la T_g des polymères fréquemment utilisés, qui sont généralement inférieures à 150 °C. En comparaison la température de transition vitreuse du PET est de 70 °C. Différentes épaisseurs de Kapton sont disponibles à savoir 25, 75 et 125 μm .

L'objectif de la thèse étant de caractériser les endommagements au cours de la déformation, la caractérisation du substrat, ainsi que les observations du comportement du film d'argent, vont être des données de base pour étudier et analyser la réponse en traction du film sur son substrat. Pour caractériser le comportement mécanique du substrat, des essais de traction couplés à des mesures de champs de déformation par corrélations d'images sont réalisés sur un substrat de Kapton de 75 μm d'épaisseur. D'après les données du fabricant [101], l'épaisseur du Kapton n'influence pas les propriétés mécaniques de celui-ci.

2.1.1 Méthode de la corrélation d'images

La corrélation d'images est une méthode optique qui permet de mesurer le champ de déplacement et de déduire le champ de déformation entre deux images. Contrairement aux mesures traditionnelles par extensomètre ou jauge de déformation, qui ne donnent qu'une valeur moyenne de la déformation de l'échantillon, la corrélation d'images permet de mesurer le champ de déplacement complet à la surface d'un échantillon. Développé dans les années 1980, par Sutton *et al.* [102], cette technique s'est rapidement répandue grâce à l'appareil photo numérique mais également grâce à l'amélioration des processeurs de calcul, qui ont permis de réduire le temps de calcul inhérent à cette méthode. Pour une description détaillée de cette méthode, le lecteur peut se référer au livre de Grediac *et al.* [103].

Le principe de cette technique, illustré sur la Figure 2.1, est de comparer deux images acquises à deux niveaux de déformation afin d'estimer le champ de déplacement de la surface déformée. Le but est d'identifier le motif de pixels le plus similaire à celui de l'image de référence dans l'image déformée.

La première étape consiste à définir une ROI (Region of Interest) qui correspond à la partie de l'image étudiée. Les motifs de pixels, appelés ZOI (Zone of Interest), sont ensuite définis par leur taille et leur espacement. L'identification d'une ZOI entre l'image de référence et l'image déformée est réalisée par maximisation du coefficient de corrélation. Les déplacements de chaque ZOI sont ainsi déterminés, puis le champ de déformation est calculé à partir du gradient du champ de déplacement.

Le succès de la corrélation d'images repose donc sur l'identification et le suivi des ZOI. Pour cela des mouchetis présents à la surface de l'échantillon permettent d'avoir des ZOI uniques et traçables. Ces mouchetis peuvent être naturels ou artificiels. Si le mouchetis est artificiel, il peut

être réalisé à la surface de l'échantillon à l'aide d'un dépôt de peinture ou de poudre de tonner par exemple.

Au cours de cette thèse, le logiciel de corrélation Correli STC® [104] est utilisé.

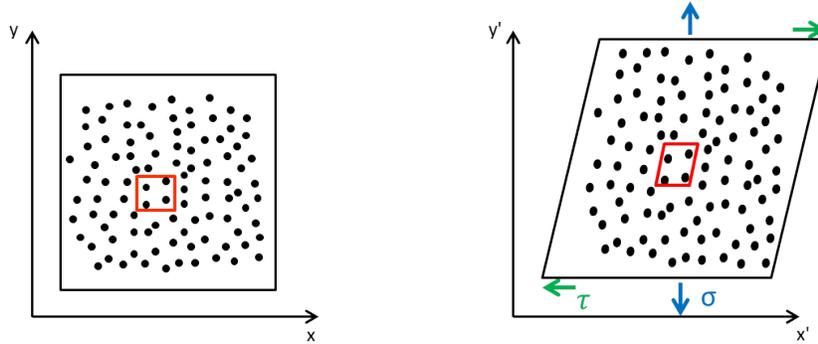


FIGURE 2.1 – Principe de la corrélation d'images.

2.1.2 Essais de traction

Dans cette partie, les essais de traction sont décrits de manière détaillée. Tout d'abord la fabrication des éprouvettes et du mouchetis est présentée. Ensuite des résultats préliminaires montrent l'influence de la feuille de Kapton et de la direction de traction. Pour finir les paramètres des tests de traction et les courbes de contrainte-déformation obtenues sont exposés.

2.1.2.1 Éprouvettes

Afin d'assurer une meilleure répétabilité des tests, les éprouvettes de traction sont découpées en forme d'haltère avec une machine de découpe automatique au cutter dans des feuilles A4 de Kapton. La Figure 2.2 donne les dimensions en millimètres d'une éprouvette de traction. La longueur utile des éprouvettes est de 50 mm et la largeur de 5 mm. Des talons d'aluminium de 1 mm d'épaisseur sont collés aux extrémités de l'éprouvette sur les deux faces pour éviter aux mors crantés de la platine d'endommager le substrat de Kapton.

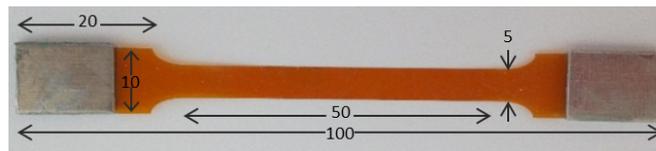


FIGURE 2.2 – Éprouvette de traction (dimensions en mm).

Le mouchetis utilisé pour la corrélation d'images est réalisé grâce à une bombe de peinture gris métallisé. Un exemple de mouchetis est donné sur la Figure 2.3. L'histogramme de l'intensité du mouchetis, donné sur la Figure 2.4, couvre une large gamme du spectre des niveaux de gris. Ce mouchetis devrait donc permettre d'obtenir de bons résultats de corrélation. En effet plus la gamme

des niveaux de gris est importante et plus les ZOI seront différentes les unes des autres et donc facilement traçables. Il faut absolument éviter les images binaires.

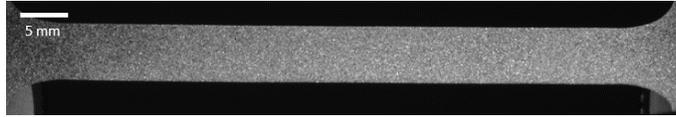


FIGURE 2.3 – Mouchetis sur une éprouvette de traction.

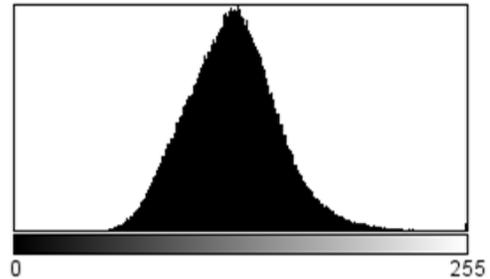


FIGURE 2.4 – Histogramme du mouchetis.

2.1.2.2 Tests préliminaires

Avant de réaliser les essais de corrélation d'images, des tests de traction sont réalisés sur une machine de traction MTS avec un capteur de force de 250 N à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Ces tests montrent une influence de la feuille de Kapton sur la courbe force-déplacement (Figure 2.5) mais également l'influence du sens de découpe, c'est-à-dire la direction le long de laquelle l'éprouvette est extraite. Les sens de découpe sont illustrés sur la Figure 2.6. À une déformation donnée, la force exercée sur une éprouvette découpée dans le sens parallèle à la longueur de la feuille de Kapton est supérieure à la force exercée sur une éprouvette découpée dans le sens perpendiculaire. Cette différence pourrait venir du laminage des feuilles de Kapton au cours de leur élaboration, qui ici serait effectué dans le sens parallèle.

Il est donc important d'utiliser la même feuille de Kapton ainsi que le même sens de découpe des éprouvettes pour pouvoir comparer les tests entre eux.

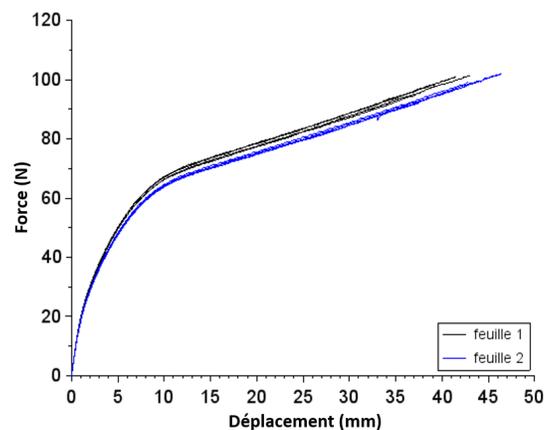


FIGURE 2.5 – Courbes force-déplacement pour deux feuilles de Kapton.

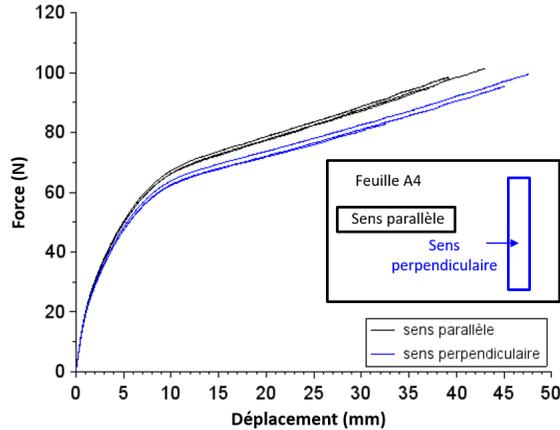


FIGURE 2.6 – Courbes force-déplacement pour deux sens de traction sur la même feuille de Kapton.

2.1.2.3 Paramètres du test et de la corrélation

Les tests de traction, couplés à la corrélation d'images, sont réalisés sur une machine de traction Tinius Olsen avec une cellule de force de 5 kN. Quatre vitesses de déformation sont testées deux fois chacune : 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} s^{-1} . Pour réaliser l'acquisition d'images, une caméra de 25 Mégapixels est utilisée. En fonction de la vitesse de déformation, différents intervalles de temps entre l'acquisition de 2 images sont utilisés pour la caméra (Tableau 2.1).

Pour effectuer la corrélation d'images, un set d'images est sélectionné à partir de l'ensemble des images acquises durant le test, afin de limiter le temps de calcul. La corrélation est réalisée avec des ZOI de 16×16 pixels, espacées de 16 pixels, et les calculs de corrélation sont réalisés d'une image à l'autre.

Vitesse de déformation (s^{-1})	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Intervalle de temps entre 2 images (s)	0,25	0,3	1	4

Tableau 2.1 – Paramètres du test.

2.1.2.4 Courbes contrainte-déformation

La Figure 2.7 montre l'influence de la vitesse de déformation sur la courbe de la contrainte nominale ($\sigma_n = \frac{F}{S_0}$, avec S_0 la surface initiale) en fonction de la déformation nominale ($\varepsilon_n = \frac{\Delta l}{L_0}$, avec L_0 la longueur utile initiale) obtenue par corrélation d'images. Lorsque la vitesse de déformation augmente, la limite élastique σ_y augmente. La partie plastique quant à elle apparaît insensible à ce paramètre.

En effet le rapport $\frac{T_{amb}}{T_g}$ est environ égal à 0,5 car $T_g = 350^\circ\text{C} = 350 + 273 = 623 \text{ K}$ et $T_{amb} \approx 300 \text{ K}$. Ce rapport de 0,5 indique le début de la gamme de température pour laquelle les effets de vitesses de déformation et de températures apparaissent sur les courbes de contrainte-déformation. Ici ils sont modestes pour le substrat à l'étude.

Le croisement de la contrainte pour les essais réalisés à la vitesse de 10^{-1} s^{-1} avec celle pour ceux à 10^{-2} s^{-1} à 45 % de déformation pourrait s'expliquer par un adoucissement thermique, lié à des effets d'auto-échauffement des chaînes du Kapton pendant les essais de traction à une forte vitesse de déformation. La courbe contrainte-déformation varie cependant peu avec la vitesse. Dans la suite, les vitesses de déformation utilisées étant faibles, les effets viscoplastiques du Kapton seront donc négligés. La courbe contrainte-déformation du Kapton, acquise à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} , est ensuite utilisée dans les simulations pour modéliser le comportement élastoplastique du substrat.

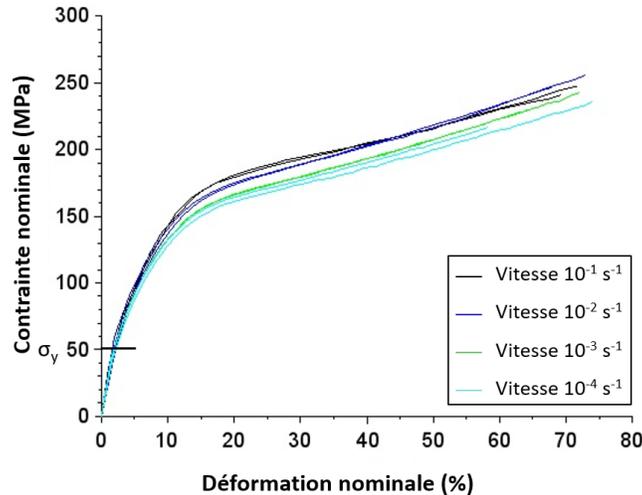


FIGURE 2.7 – Courbe contrainte-déformation pour différentes vitesses de déformation.

2.1.3 Détermination des propriétés mécaniques

La limite d'élasticité σ_y est égale à 50 MPa et est définie comme étant la valeur de contrainte pour laquelle un changement de pente de la loi de comportement est observé. La limite d'élasticité est la contrainte à partir de laquelle le comportement devient plastique ; il n'est plus réversible.

Pour déterminer le module d'Young du Kapton, une régression linéaire est réalisée sur la courbe contrainte-déformation obtenue par corrélation d'images dans le domaine élastique. Un module d'Young de $3,04 \pm 0,41$ GPa est mesuré avec un coefficient de corrélation de 0,995.

Le coefficient de Poisson est calculé à partir de l'Équation 2.1 ci-dessous et des mesures des déformations axiale ε_{11} et transverse ε_{22} dans le domaine élastique.

$$\nu = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}}. \quad (2.1)$$

Un coefficient de Poisson moyen de $0,28 \pm 0,04$ est calculé. La contrainte à rupture σ_{max} ainsi que la déformation à rupture ε_{max} valent respectivement 239 MPa et 68,8 %. Les paramètres mécaniques déterminés expérimentalement par corrélation d'images sont comparables aux paramètres donnés par le fabricant du Kapton [101] comme le montre le Tableau 2.2.

	Paramètres mesurés	Paramètres fabricants
E (GPa)	$3,04 \pm 0,41$	2,5
ν	$0,28 \pm 0,04$	0,34
σ_{max} (MPa)	$239 \pm 12,1$	231
ε_{max} (%)	$68,8 \pm 5,3$	72

Tableau 2.2 – Paramètres mécaniques du Kapton.

Ces essais de traction couplés à des calculs de corrélation d’images ont permis de déterminer le comportement mécanique du substrat de Kapton, qui sera utilisé lors de la modélisation de l’ensemble film+substrat.

2.2 Fabrication des échantillons

Durant cette thèse, des échantillons composés d’un film de nanoparticules d’argent déposé sur un substrat de Kapton sont étudiés. Deux types d’impression sont testés : l’impression par jet d’encre et l’impression par sérigraphie. Dans une première partie, la fabrication des échantillons par impression par jet d’encre, ainsi que la détermination des propriétés du film d’argent sont décrites. Le plan expérimental testé est également présenté dans ce paragraphe. Dans une seconde partie, la fabrication des échantillons effectuée par le LITEN sur la plateforme PICTIC par impression sérigraphie est présentée.

2.2.1 Impression par jet d’encre

Dans ce paragraphe, la fabrication des échantillons composés d’un film d’argent imprimé par jet d’encre est décrite ; à savoir l’encre utilisée, les paramètres d’impression puis les propriétés du film d’argent. Pour finir les éprouvettes de traction ainsi que le plan expérimental sont présentés.

2.2.1.1 Description de l’encre utilisée

Pour imprimer les films d’argent, l’encre EMD5603 est utilisée. Cette encre, commercialisée par SunChemical, contient 20 % massique de nanoparticules (NP) d’argent ayant un diamètre, annoncé par le fabricant de 70 nm. Les nanoparticules sont entourées de PVP, également appelé povidone, un polymère organique, afin de prévenir l’agglomération de celles-ci. Cette encre a été utilisée lors d’une précédente thèse, réalisée par Sette, au CEA [4]. L’encre SunChemical a été choisie pour différentes raisons : son coût abordable de 1000 € pour 100 ml, sa stabilité dans le temps et la non-toxicité du solvant composé d’éthanol et d’éthylène glycol.

Les propriétés physiques de l’encre ont été mesurées au cours de la thèse de Sette [4]. Des images MEB de la surface d’une couche d’encre déposée sur un substrat de silicium, séchée 20 minutes à 60 °C (Figure 2.8), permettent de mesurer précisément la taille des nanoparticules de l’encre. Le séchage ne modifie pas la taille des NP. La répartition de la taille des nanoparticules est donnée sur la Figure 2.9. Celle-ci suit une loi gaussienne avec une taille moyenne de 32 μm et un écart type

de 14 nm. La taille moyenne mesurée est la moitié de celle fournie par le fabricant. La tension de surface de l'encre ainsi que sa viscosité valent respectivement $24 \pm 8 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $13,5 \text{ mPa.s}$. La tension de surface est mesurée avec la méthode de la goutte pendante, qui consiste à déterminer une énergie de surface à partir de la forme d'une goutte pendante en équilibre. Cette mesure est réalisée grâce à un goniomètre OCA Dataphysics sur une goutte de $5 \mu\text{l}$. La viscosité quant à elle est mesurée à l'aide d'un rhéomètre Anton Paar Physica MCR 301 à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ et à 1000 s^{-1} .

Afin d'éviter le bouchage des buses, les nanoparticules doivent être dix fois plus petites que le diamètre des buses, qui mesurent $2 \mu\text{m}$ de côté. L'encre est donc filtrée avec des filtres de polytétrafluoroéthylène (PTFE), ayant des pores de 200 nm , avant de remplir la cartouche.

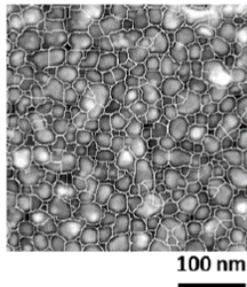


FIGURE 2.8 – Observation MEB d'une surface de l'encre EMD5603, séchée 20 min à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ [4].

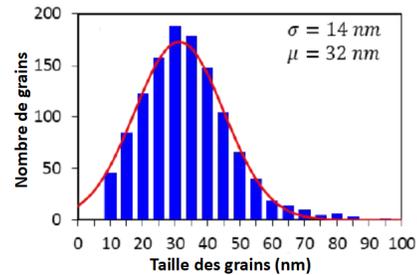


FIGURE 2.9 – Répartition de la taille des nanoparticules [4].

2.2.1.2 Description des paramètres d'impression

L'impression des films d'argent étant réalisée en salle blanche, son environnement permet de prévenir la contamination de la surface du substrat par la poussière. Aucun traitement de surface n'est réalisé avant l'impression, le substrat est seulement nettoyé à l'isopropanol. L'imprimante utilisée est une Dimatix DMP2 800 avec des têtes d'impression DMP11 610, qui éjectent des gouttes de 10 pL . Le support est chauffé à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant l'impression afin d'accélérer l'étape de séchage du film de NP. Puisque le support est chauffé, les buses situées à 1 mm au-dessus du substrat chauffent également. La température des buses est donc fixée à $33 \text{ }^\circ\text{C}$, afin que cette température reste constante au cours du dépôt. Ainsi la viscosité et la tension de surface de l'encre sont diminuées. La tension d'activation des buses de la tête d'impression est ajustée entre 15 V et 17 V et la variation temporelle de la tension est fournie par SunChemical, le fabricant de l'encre. Les meilleures conditions d'impression avec l'encre EMD5603 sur un substrat de Kapton sont obtenues pour une résolution de $18 \mu\text{m}$ d'espacement entre les gouttes d'encre déposées. Tous ces paramètres sont récapitulés sur la Figure 2.10 et dans le Tableau 2.3. Au cours de l'impression, il est possible d'imprimer plusieurs couches afin d'augmenter l'épaisseur du film.

Après impression, le séchage des films d'argent est réalisé sur une plaque chauffante, à $70 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 30 à 60 min, afin d'évaporer complètement le solvant. Une étape de recuit est réalisée ensuite

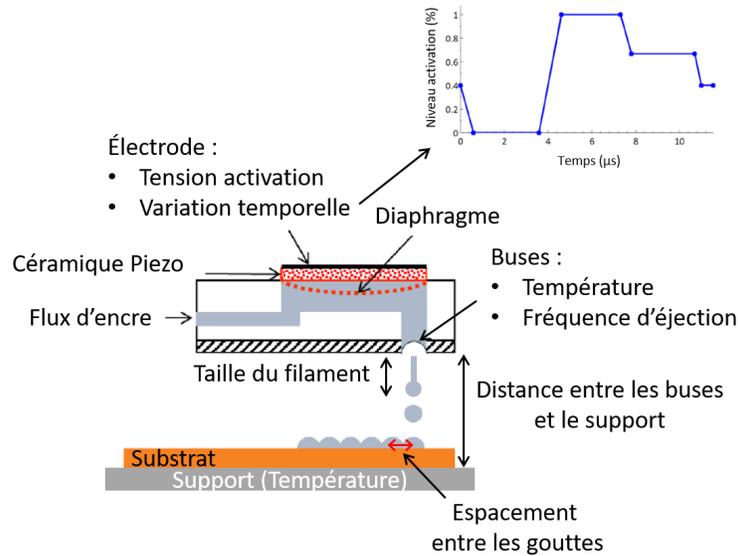


FIGURE 2.10 – Schéma du dispositif d'impression.

dans un four, avec une rampe de 15 min de la température ambiante à la température de recuit, fixée à 150 °C, puis 60 min à la température de recuit. Le recuit permet de consolider le matériau afin de former des liaisons solides entre les nanoparticules. Ces conditions de recuit sont motivées par une étude réalisée par Sette [4], qui montre l'influence de la température de recuit sur la morphologie et sur les propriétés électriques et mécaniques du film. Cette température de recuit n'influencera pas le comportement du substrat de Kapton puisqu'il possède une température de transition vitreuse autour de 400 °C. Le refroidissement des films d'argent se fait ensuite à température ambiante.

Paramètres	Valeurs	Commentaires
Température des buses	33 °C	Compense la chauffe du support
Tension d'activation	15-17 V	
Variation temporelle de la tension d'activation	Fournie par SunChemical	
Fréquence d'éjection	5 kHz	
Taille du filament	300 μm à partir de buses	Goutte sphérique sans satellite
Distance entre les buses et le support	1 mm	
Température du support	60 °C	
Espacement entre les gouttes	18 μm	Résolution optimale

Tableau 2.3 – Paramètres d'impression optimisés.

2.2.1.3 Propriétés du film d'argent

Les propriétés mécaniques du film d'argent, utilisés pour sa modélisation, sont ensuite déterminées. Des échantillons, composés d'un film de NP d'argent imprimé sur un wafer de silicium de 200 mm et recouvert d'une couche de 500 nm d'oxyde, sont utilisés dans la thèse précédente [4] pour obtenir les propriétés morphologiques et mécaniques des films. Des analyses d'images ont permis de mesurer une taille de grain de $34,1 \pm 12$ nm après recuit (peu différente du diamètre de 32 nm, mesuré expérimentalement avant recuit), et une porosité de $31,7 \pm 2,5$ %. La porosité est mesurée grâce à la reconstruction tridimensionnelle d'un petit volume d'encre, imagé par une technique de « slice-and-view » au FIB. Des mesures de résistance 4 pointes, réalisées sur des motifs van der Pauw, permettent de mesurer une résistivité de $2,22 \cdot 10^{-7} \pm 0,02 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$. Cette valeur de résistivité, nettement supérieure à la résistivité de l'argent massif qui vaut $0,16 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$, s'explique par la porosité du film.

Des mesures de nanoindentation sur ces échantillons ont permis de déterminer un module d'Young de $36,37 \pm 1$ GPa, une dureté de $1,0 \pm 0,2$ GPa. Le module d'Young du film d'argent est deux fois plus faible que celui de l'argent massif, qui est compris entre 69 et 80 GPa, et la dureté est au moins trois fois plus faible. Cette différence s'explique par la porosité des films mais également par la taille nanométrique des grains constituant le film. D'après la relation de Tabor, la limite élastique de l'argent est estimée par $\sigma_y = \frac{H}{3}$ et vaut 333 MPa.

Les propriétés plastiques du film d'argent sont également déterminées par nanoindentation. La méthode utilisée est présentée dans l'Annexe A et permet de déterminer la limite d'élasticité et le coefficient d'érouissage. Grâce à une optimisation des mesures de nanoindentation, une gamme de valeurs est obtenue :

- la première borne donne un coefficient d'érouissage n de 0,11 et une limite d'élasticité σ_y de 270 MPa ;
- la seconde borne donne $n = 0,36$ et $\sigma_y = 105$ MPa.

Les premières études préliminaires montrent que le premier jeu de paramètre donne de meilleurs résultats que les seconds paramètres. En effet les premiers paramètres semblent rendre compte des observations expérimentales, contrairement aux seconds. Les paramètres plastiques utilisés ont donc une limite d'élasticité de $\sigma_y = 270$ MPa et un coefficient d'érouissage n de 0,11.

2.2.1.4 Préparation des éprouvettes de traction

Pour assurer la répétabilité des essais de traction, le substrat de Kapton est découpé avant impression des films, avec une machine de découpe automatique, en forme d'haltère. Les éprouvettes de traction ont ainsi une longueur utile de 20 mm et mesurent 5 mm de large au centre. Les films sont ensuite imprimés au centre des éprouvettes sous forme de rectangle de 10 mm de long et 1,5 mm de large. Un exemple d'éprouvette de traction est illustré sur la Figure 2.11. Des talons d'aluminium de 1 mm d'épaisseur sont également collés aux extrémités supérieures et inférieures de l'éprouvette pour éviter l'endommagement du Kapton par les mors crantés de la platine de traction.

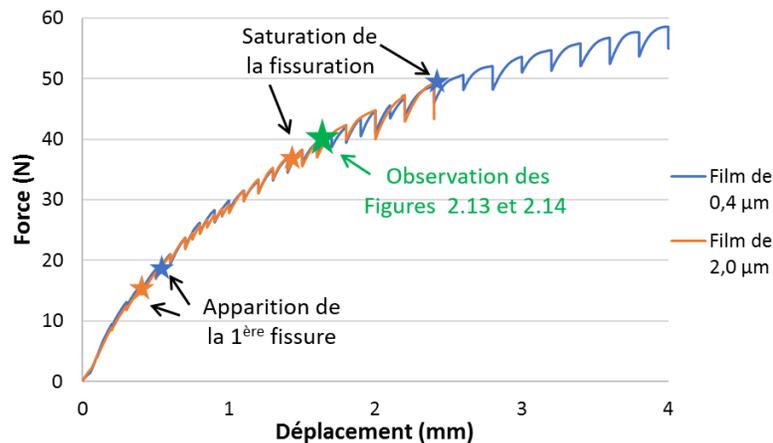


FIGURE 2.11 – Éprouvette de traction.

2.2.1.5 Description du plan expérimental

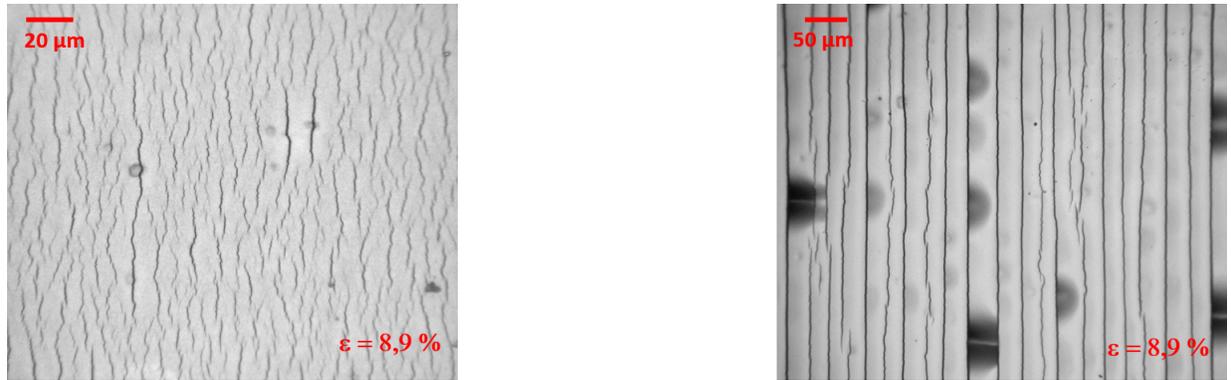
Afin de comprendre les mécanismes d'endommagement que sont la fissuration et le flambement, des essais de traction sont réalisés sur des films d'argent déposés sur des substrats de Kapton. Au cours de ces essais, des observations locales des mécanismes sont réalisées sous microscope optique ou sous interféromètre.

Sur la Figure 2.12, la courbe force-déplacement obtenue pour un film de $0,4\ \mu\text{m}$ et un film de $2\ \mu\text{m}$, déposé sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$, est illustrée avec les différentes étapes de la fissuration. Les chutes de force correspondent aux différentes pauses réalisées au cours du test afin d'effectuer les observations.

FIGURE 2.12 – Courbes force-déplacement pour le film de $2,0\ \mu\text{m}$ et $0,4\ \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$.

Les premiers essais de traction mettent en évidence une influence de l'épaisseur du film sur la morphologie des fissures. En effet pour la même déformation de $8,9\%$, deux comportements très différents sont observés pour un film de $0,4\ \mu\text{m}$ et un film de $2\ \mu\text{m}$, tous deux déposés sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$. Sur le film mince (Figure 2.13a), de nombreuses fissures courtes et en forme de zigzag se forment progressivement dans le film alors que pour le film épais (Figure 2.13b), de longues fissures droites se propagent très rapidement et traversent la largeur du film.

Des films mesurant entre $0,4$ et $3,0\ \mu\text{m}$ et constitués d'une à cinq couches sont testés. La superposition de couches au moment de l'impression permet de générer des couches homogènes, comme le montrent les différentes coupes FIB réalisées dans les épaisseurs des films. Un exemple de coupe, réalisée à l'aide d'un FIB, dans un film composé de 5 couches est donné sur la Figure 2.14 et



(a) Film de 0,4 μm d'argent sur un substrat de 75 μm .

(b) Film de 2 μm sur un substrat de 75 μm .

FIGURE 2.13 – Observation des deux régimes de fissuration pour une déformation imposée de 8,9 %.

confirme cette homogénéité du film.

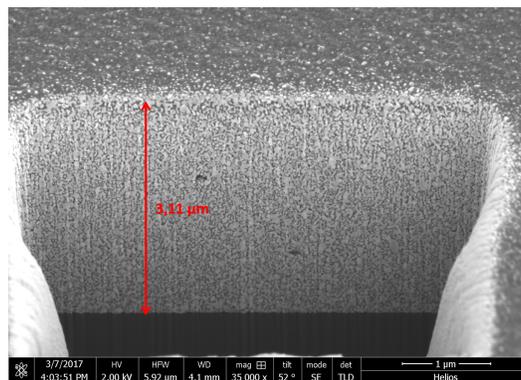


FIGURE 2.14 – Image MEB d'une coupe FIB dans un film de 5 couches.

Le ratio des raideurs du film et du substrat pouvant être la grandeur qui dirigerait le type de fissuration, l'influence de l'épaisseur du substrat est également étudiée. Trois épaisseurs de substrats sont donc testées : 25, 75 et 125 μm , ainsi que différentes épaisseurs de film en augmentant le nombre de couches imprimées. Le plan d'expérience décrivant les différents types d'échantillons testés est présenté sur la Figure 2.15. Le numéro dans les cercles bleus correspond au nombre d'échantillons testés en traction pour chaque type.

Pour chaque épaisseur de film, afin d'obtenir le profil des films, des mesures d'interférométrie sont réalisées sur un profilomètre optique Wiko. Cette technique permet d'atteindre une résolution inférieure au nanomètre selon la direction z et une résolution en micromètre selon les directions x et y . Le profil d'un film d'argent composé de deux couches montre des bords légèrement plus épais que le centre du film (Figure 2.16). Cet effet provient du procédé d'impression par jet d'encre. Après de nombreuses mesures au profilomètre, il s'est avéré que ce procédé d'impression ne permettait pas d'obtenir des films ayant une épaisseur répétable, surtout pour les films épais (à partir de 3 couches). Des coupes FIB sont donc réalisées post-mortem sur tous les échantillons testés afin d'avoir la mesure

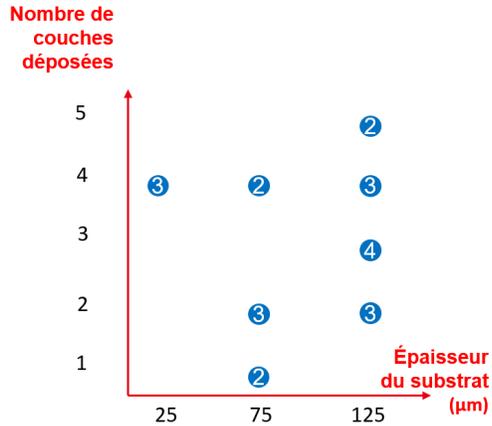


FIGURE 2.15 – Plan expérimental.

la plus précise possible de l'épaisseur du film testé.

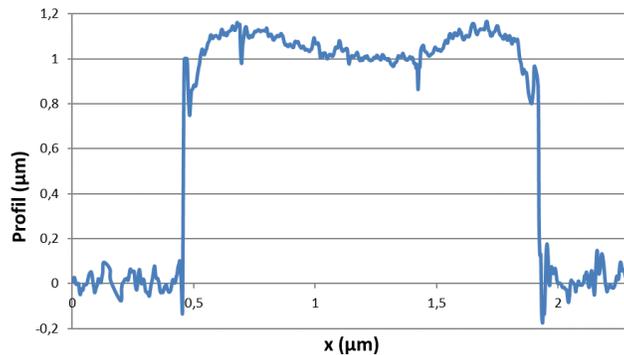


FIGURE 2.16 – Profil obtenu par interférométrie d'un film d'argent de deux couches.

2.2.2 Impression par sérigraphie

Les impressions par sérigraphie des échantillons étudiés dans cette thèse sont réalisées sur la plateforme PICTIC du LITEN, spécialisée dans l'impression de grandes surfaces.

L'encre utilisée pour imprimer les films est une pâte d'argent spéciale sérigraphie, la DGP-NO fabriquée par ANP (Advanced Nano Products). Cette encre contient entre 70 et 80 % de nanoparticules d'argent et entre 15 et 20 % de solvant, qui est ici le α -terpineol, un alcool de formule brute $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$ issu d'huile de pin principalement. D'après les données fournies par le fournisseur, les nanoparticules d'argent ont un diamètre de 80 nm. Les motifs imprimés par sérigraphie sont représentés sur la Figure 2.17. Plusieurs films de différentes largeurs (Δl) sont imprimés. Deux types d'échantillons sont étudiés au cours de la thèse.

Échantillon de type 1 Pour le premier type d'échantillons, appelé échantillon type 1 dans la suite du manuscrit, hormis un nettoyage à l'isopropanol, aucune préparation du substrat n'est réalisée

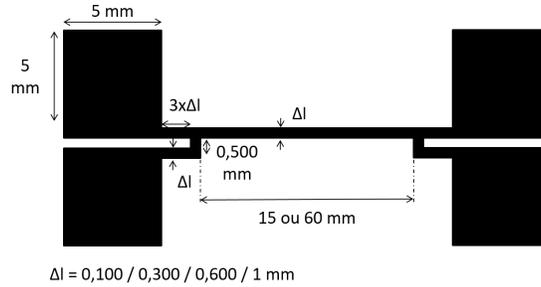


FIGURE 2.17 – Motif imprimé par sérigraphie.

avant dépôt. Après impression, les films sont recuits à 150 °C dans une étuve sous vide pendant 30 min. Les films sont déposés sur des substrats de Kapton de 125 μm . Une coupe FIB réalisée dans un échantillon après essais de traction, illustrée sur la Figure 2.18, permet de mesurer une épaisseur de 4,2 μm .

Échantillon de type 2 Le substrat de 125 μm du second type d'échantillons, appelé échantillon type 2, est passé 30 min dans une étuve sous vide à 80 °C avant dépôt. L'encre et les motifs utilisés sont les mêmes que pour le premier type d'échantillons. Différentes étapes de recuit, résumées dans le Tableau 2.4, sont réalisées dans une étuve sous vide après impression des films d'argent. Ce procédé est utilisé afin d'augmenter l'adhésion entre le film et le substrat. Une coupe FIB est également réalisée dans un film après essai afin de mesurer l'épaisseur du film. La Figure 2.19 est une image MEB de cette coupe et permet de déterminer une épaisseur de film de 5,4 μm . Cette coupe FIB confirme la mesure de profil réalisée au Wiko sur la Figure 2.20. Le film a une largeur de 600 nm.

N° de l'étape	Température de recuit	Durée du recuit
1	80 °C	5 min
2	110 °C	5 min
3	130 °C	5 min
4	150 °C	30 min

Tableau 2.4 – Étapes de recuit pour les échantillons de type 2.

Les coupes FIB, réalisées dans chaque type d'échantillons, montrent une microstructure très semblable entre elles et très semblables aux films imprimés par jet d'encre. Les deux types d'échantillons sont donc considérés comme étant un même matériau et les propriétés mécaniques d'un film imprimé par sérigraphie, telles que le module d'Young et la limite élastique, seront prises comme étant similaires à celles d'un film imprimé par jet d'encre.

Avant de réaliser les essais mécaniques de ces films, les échantillons sont découpés aux ciseaux et des talons d'aluminium sont collés aux extrémités supérieures et inférieures de l'échantillon, comme pour les échantillons imprimés par jet d'encre.

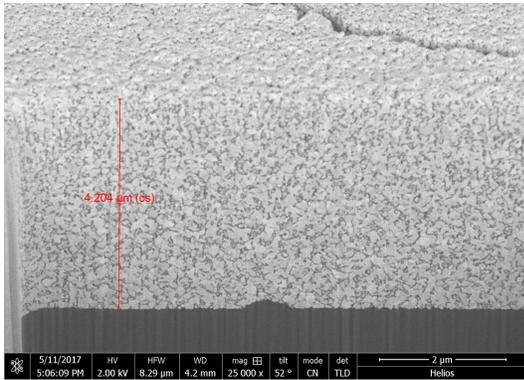


FIGURE 2.18 – Coupe FIB d'un film sérigraphié testé de type 1.

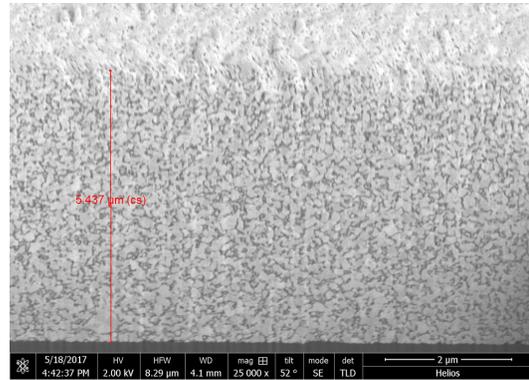


FIGURE 2.19 – Coupe FIB d'un film sérigraphié testé de type 2.

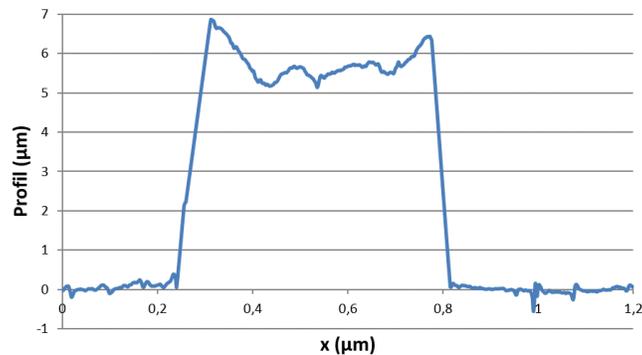


FIGURE 2.20 – Profil d'un film d'argent de type 2 imprimé par sérigraphie.

2.2.3 Mesures de contraintes résiduelles

Afin de réaliser une analyse mécanique des films d'argent imprimés sur des substrats de Kapton, il est important de connaître la contrainte résiduelle des films d'argent. Pour cela des mesures par diffraction de rayons X (DRX) sont réalisées sur un équipement X'Pert Panalytical, en utilisant la méthode $\sin^2\Psi$.

Pour les films imprimés par jet d'encre, les contraintes résiduelles sont comprises entre 16 et -43 MPa, avec une valeur moyenne autour de -17,6 MPa. Pour les films imprimés par sérigraphie, elle est de -95,6 MPa pour un substrat de 125 μm et de -46,4 MPa pour un substrat de 75 μm . Toutes les contraintes résiduelles sont résumées dans le Tableau 2.5.

En supposant un film mince, infiniment large, déposé sur un substrat infiniment épais, la contrainte résiduelle σ_r dans le film peut être estimée par l'Équation 2.2 suivante [105] :

$$\sigma_r = \frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_s - \alpha_f) (T_{air} - T_{recuit}), \quad (2.2)$$

avec E_f le module d'Young du film, ν_f le coefficient de Poisson, α_s et α_f les coefficients d'expansion thermique du substrat et du film respectivement, T_{air} la température ambiante et T_{recuit}

Échantillons	Nombre de couche	Épaisseur du substrat (μm)	Contraintes résiduelles (MPa)	Moyenne des contraintes résiduelles (MPa)
Jet d'encre	1	25	-29	-17,6
	2	25	-14,7	
	3	25	0,5	
	1	75	15,9	
	2	75	-21,2	
	3	75	-2,8	
	1	125	-43,2	
	2	125	-31,1	
	3	125	-32,8	
Sérigraphie	1	75	-46,4	-71
	1	125	-95,6	

Tableau 2.5 – Résultats des mesures de contraintes résiduelles.

la température de recuit. Les coefficients d'expansion thermique du substrat α_s et du film α_f valent respectivement $20.10^{-6} / ^\circ\text{C}$ et $19,7.10^{-6} / ^\circ\text{C}$. Le recuit s'effectuant à 150°C , la contrainte résiduelle σ_r théorique est égale à $-2,03$ MPa.

Les contraintes mesurées par mesure DRX sont plus importantes que la valeur estimée. Cette différence peut venir d'une contrainte intrinsèque due à la découpe du Kapton ou à la densification du film par croissance de grains. Dans la littérature, des mesures similaires ont été réalisées dans des films d'argent, déposés par jet d'encre, sur des substrats de Kapton, par DRX [106] et une contrainte résiduelle de $-21,4 \pm 1,9$ MPa est obtenue. Cette valeur est similaire à celles obtenues dans cette étude. Cauchois *et al.* ont étudié l'évolution de la contrainte résiduelle au cours du recuit d'un film de nanoparticules d'argent sur un substrat de silicium [107]. Dans cette étude, des contraintes résiduelles inférieures à 70 MPa ont été mesurées dans le film d'argent. Ces contraintes étant bien plus faibles que celles mesurées dans les films déposés par évaporation, les auteurs associent cela à la porosité des films déposés par jet d'encre.

Pour les films imprimés par jet d'encre, sur lesquels la fissuration est étudiée, la contrainte résiduelle est négligée, car celle-ci est faible par rapport à la limite d'élasticité de l'argent qui est égale à 270 MPa et par rapport aux contraintes dans les films pour les déformations étudiées. Pour les films imprimés par sérigraphie, sur lesquels le flambement est étudié, il serait intéressant d'étudier l'influence de la contrainte résiduelle, car celle-ci est du même ordre de grandeur en valeur absolue que la contrainte critique de flambement, qui est égale à 164 MPa (voir Chapitre 4).

2.3 Moyens expérimentaux pour étudier la fissuration

Dans cette partie, la méthode développée pour étudier la fissuration est décrite. Des essais de traction sous microscope optique permettent d'obtenir des images tout au long de la déformation du film. Une analyse d'images binaires permet ensuite de détecter et de suivre les fissures d'une image

à une autre et donc d'étudier précisément le phénomène de fissuration. Cette étude est réalisée uniquement sur les films imprimés par jet d'encre.

2.3.1 Description de l'essai de traction

Les essais de traction uniaxiale sont réalisés à l'aide d'une micro-platine (Gatan). Cette platine est munie d'une cellule de force de 200 N ayant une précision de ± 2 N et une résolution de 0,2 N. L'extensomètre, qui permet de mesurer le déplacement des mors, a une précision de ± 10 μm et une résolution de 3 μm . Les essais sont réalisés à une vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Afin de suivre la fissuration, la platine de traction est installée sous un microscope optique disposant d'objectifs de $\times 5$, $\times 20$ et $\times 50$ (Figure 2.21). Les images sont acquises au cours du test à intervalle régulier de déformation $\Delta\varepsilon$, généralement égal à 0,5 %. Un exemple d'image, obtenue pendant un essai de traction d'un film de 0,4 μm sur un substrat de 75 μm , est illustré sur la Figure 2.22. Ces images sont ensuite analysées par un traitement d'images.



FIGURE 2.21 – Essai de traction sous microscope optique.

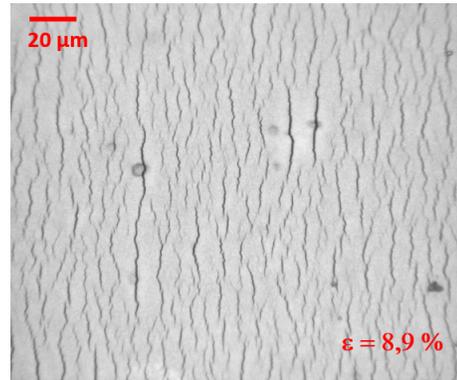


FIGURE 2.22 – Film fissuré.

2.3.2 Analyses d'images

L'objectif de l'analyse d'images est d'obtenir des données statistiques sur la propagation des fissures à savoir sur leur taille, leur densité, l'espacement moyen entre fissures ou encore sur leur lieu de germination. Cette analyse d'images est développée sous le logiciel de programmation Scilab. La stratégie de cette analyse est d'appliquer différents filtres, afin de faire ressortir les fissures en réduisant le bruit de l'image, puis un seuillage permet d'obtenir une image binaire des fissures. Cette image binaire, composée de pixels noirs et blancs, permet ensuite de détecter les fissures d'une image. Un programme réalise ensuite le suivi des fissures d'une image à l'autre et un autre définit des blocs entre les fissures afin de déterminer l'espacement entre celles-ci. Un bilan de toutes ces données statistiques est ensuite établi.

2.3.2.1 Traitement d'images pour obtenir des images binaires

Comme évoqué précédemment, l'analyse d'images est développée sous Scilab. Ce logiciel utilise deux boîtes à outils pour le traitement des images : SIVP (Scilab Image and Video Processing) [108] et IPD (Image Processing Design) [109]. Les opérations, telles que le filtrage ou le double seuillage, développées dans les paragraphes suivants sont inspirées de [110].

Réduction du bruit par un filtre Gaussien La première étape de l'analyse d'images est donc l'application d'un filtre Gaussien, qui permet de lisser l'image. Il agit comme un filtre passe-bas, en enlevant les fréquences hautes, qui correspondent aux détails et au bruit.

En deux dimensions, une distribution isotrope gaussienne est définie par l'Équation 2.3, où σ est l'écart type de la distribution.

$$G(x, y) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} e^{-\frac{x^2+y^2}{2\sigma^2}} \quad (2.3)$$

L'Équation 2.3 est définie de façon continue, or une image est une matrice de pixels discrets. Pour appliquer un filtre, il faut donc réaliser une convolution de la matrice image I , de taille $M \times N$, par la matrice filtre FG , de taille carré $m \times m$. Une convolution est une « multiplication glissante » qui s'effectue comme suit : le centre du filtre est placé sur le pixel à traiter, les coefficients du filtre sont multipliés par les valeurs des pixels correspondants et les résultats sont ajoutés. Pour conserver le niveau initial du signal, la matrice de convolution est constituée d'entiers, divisés par leur somme. La convolution permet ainsi d'obtenir une matrice de l'image filtrée IF , de taille $M \times N$, où chaque cellule est calculée grâce à l'Équation 2.4.

$$IF(i, j) = \sum_{k=0}^m \sum_{l=0}^m I(i+k-1, j+l-1) \times FG(k, l) \quad (2.4)$$

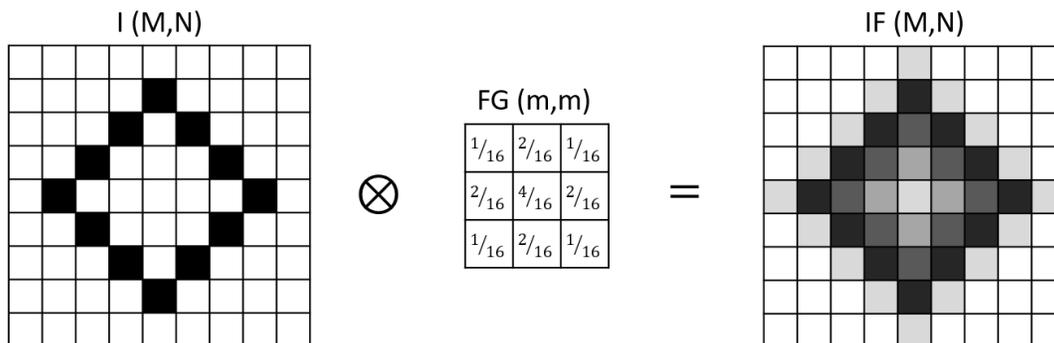


FIGURE 2.23 – Opération de convolution par une matrice de filtre Gaussien de 3×3 . Inspirée de [4].

La matrice filtre est calculée en échantillonnant la fonction gaussienne, définie par l'Équation 2.3. La Figure 2.23 illustre une opération de convolution où la matrice filtre FG est une matrice de 3×3 . Pour effectuer un filtre Gaussien, deux paramètres vont ainsi jouer sur l'image filtrée : la

taille de la matrice filtre m et l'écart type de la fonction de filtre σ , comme le montre la Figure 2.24. Plus σ et m augmentent, plus l'image se floute.

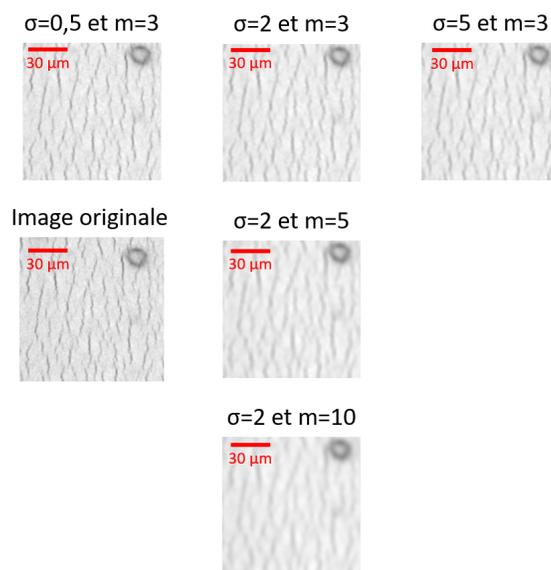


FIGURE 2.24 – Influence de σ et m sur le filtre Gaussien.

Réduction du bruit par un filtre FFT (Fast Fourier Transformation) La deuxième étape consiste à appliquer un filtre Fast Fourier Transformation (FFT). Une image peut être assimilée à un signal 2D, présentant des variations d'intensité lumineuse dans l'espace. La transformée de Fourier permet de passer du domaine spatial au domaine fréquentiel.

Cette étape aurait pu servir à mesurer directement l'espacement moyen entre fissures. En effet les fissures peuvent être assimilées à un réseau de lignes, qui se transforme en un réseau de point dans le domaine fréquentiel. En mesurant la distance entre ces points, il est ensuite possible de retrouver l'espacement entre fissures. Le réseau de points n'étant pas visible dans l'image transformée par FFT, le filtre est utilisé pour nettoyer les images en réduisant le bruit.

L'Équation 2.5 est la formulation de la transformée de Fourier 2D définie de façon discrète. Dans cette équation, (x, y) sont les coordonnées dans le domaine spatial et (v_x, v_y) celles dans le domaine fréquentiel. L'effet 2D d'une FFT est illustré sur la Figure 2.25. Le domaine fréquentiel est divisé en quatre quadrants, qui contiennent tous la même information.

$$F(v_x, v_y) = \frac{1}{MN} \sum_{x=0}^{M-1} \sum_{y=0}^{N-1} I(x, y) \times e^{-2i\pi(\frac{v_x x}{M} + \frac{v_y y}{N})} \quad (2.5)$$

La suppression de fréquences suivie d'une transformation inverse de la FFT permet de supprimer des données dans l'image originale. Dans une image, les basses fréquences correspondent aux variations lentes et faibles du domaine spatial et représentent des zones presque uniformes et les parties floues. Les hautes fréquences correspondent aux variations rapides et contrastées, c'est-à-dire

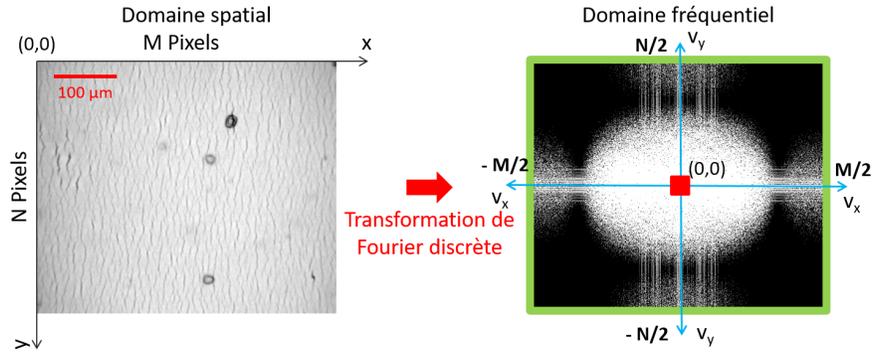


FIGURE 2.25 – Principe de la FFT.

les contours, les détails ou le bruit. Sur la Figure 2.25, les bords du domaine fréquentiel, en vert, correspondent ainsi aux hautes fréquences et le centre, en rouge, aux plus basses fréquences.

Pour les images de fissuration, les hautes fréquences dans la direction x correspondent aux fissures, elles sont donc conservées. Sur l'image initiale de la Figure 2.26, un changement de contraste dû à l'objectif est présent dans la direction x (le haut et le bas de l'image sont plus sombres que le centre). Ces variations lentes correspondent aux basses fréquences et sont donc supprimées.

Dans la direction y , les fréquences correspondant aux fissures sont les basses car les fissures étant plus longues que larges dans cette direction, leurs variations d'intensité sont lentes. Les hautes fréquences sont quant-à-elles supprimées car elles correspondent au bruit.

Le filtre noir présent sur l'image filtrée dans le domaine fréquentiel est donc appliqué aux images, afin d'obtenir l'image filtrée de la Figure 2.26.

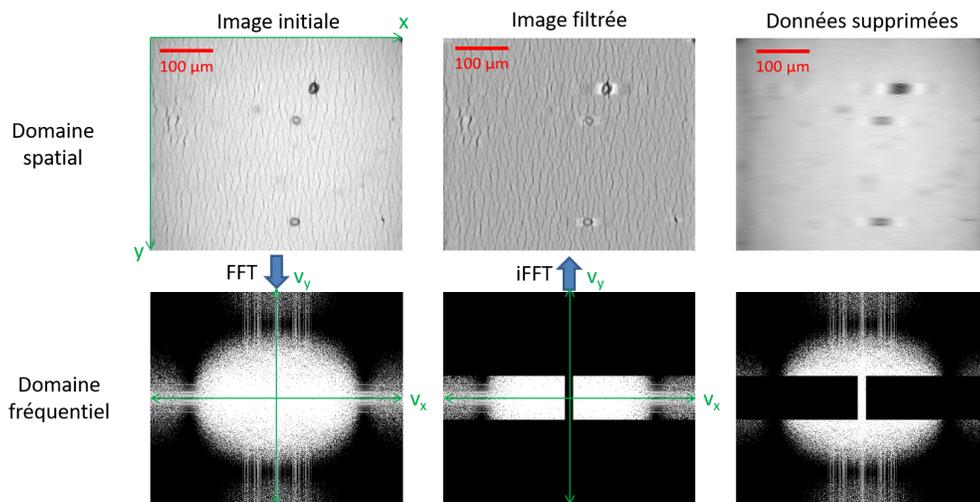


FIGURE 2.26 – Application du filtre FFT pour une image de film fissuré.

Double seuillage Après l'application de ces deux filtres, une étape de seuillage est réalisée. Le seuillage est la plus simple façon de segmenter une image, c'est-à-dire de diviser une image en un nombre fini d'ensemble. Le seuillage d'images en niveaux de gris permet d'obtenir des images binaires, comportant uniquement deux valeurs le noir et le blanc. Ces images sont ensuite faciles à analyser pour compter ou mesurer des objets. Le seuillage permet de remplacer chaque pixel ayant une valeur supérieure au seuil par un pixel blanc et ceux ayant une valeur inférieure en noir. Les pixels noirs correspondent alors aux fissures.

Un double seuillage est utilisé pour segmenter les images afin de supprimer les défauts qui pourraient avoir une intensité de couleur proche des fissures. Cette méthode consiste en un seuillage par deux valeurs de seuil, appelé seuil haut (pour la valeur la plus élevée) et seuil bas (pour la valeur la plus faible). Ces seuils sont définis comme sur la Figure 2.27 à partir de l'Équation 2.6, où σ est l'écart type de l'histogramme de l'image et α un paramètre d'ajustement.

$$\begin{aligned} T_{bas} &= T - \alpha \\ T_{haut} &= T + \alpha \\ \text{avec } T &= -\sigma \end{aligned} \quad (2.6)$$

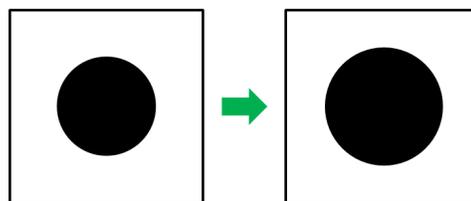
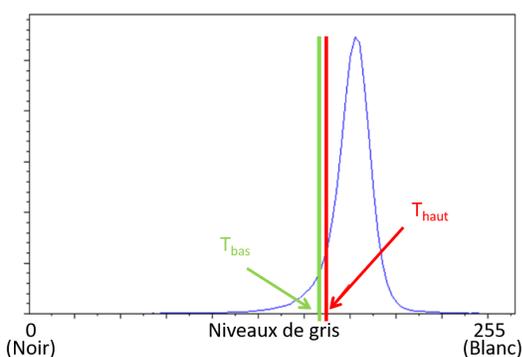


FIGURE 2.28 – Principe de la dilatation.

FIGURE 2.27 – Histogramme d'une image filtrée et définition des seuils.

Le seuillage haut détecte toutes les fissures mais également les défauts (le point orange sur la Figure 2.29 : Im_{haut}). Le seuillage bas quant-à-lui révèle des fissures fragmentées (non complètes) mais à l'avantage de ne pas déceler de défauts. Les morceaux de fissures de l'image seuil bas (Figure 2.30 : Im_{bas}) servent de germes et permettent de reconstruire les fissures par dilatation. La dilatation consiste à élargir les zones sombres d'une image. Pour une image binaire, il s'agit des zones en noires, la dilatation ajoute ainsi un pixel sur le contour de l'objet (Figure 2.28).

Cette étape est répétée jusqu'à ce que les germes soient complètement inclus dans l'image seuil haut afin d'obtenir l'image seuillée de la Figure 2.31. Pour définir si un germe dilaté est inclus dans un objet de l'image seuillée haute, le nombre de pixels identiques entre le germe dilaté et la fissure de l'image seuillée haute est établi. Tant que la différence entre le nombre de pixels identiques entre

une étape n et une étape $n + 1$ de dilatation est différente de zéro, le germe est dilaté. L'image seuillée finale ne contient plus de défaut et les fissures sont ainsi complètes.

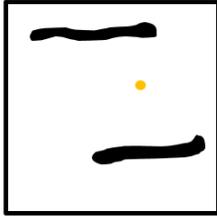


FIGURE 2.29 – Image seuillée haut.

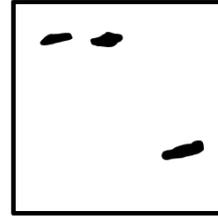


FIGURE 2.30 – Image seuillée bas.

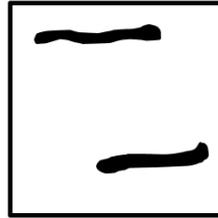


FIGURE 2.31 – Image seuillée finale.

2.3.2.2 Détection des fissures et suivi des fissures

Les images étant maintenant binaires, l'étape suivante est la détection des fissures. Pour cela, un algorithme de comptage d'objets est utilisé.

Tout d'abord les objets présents sur le bord de l'image sont fermés par l'ajout d'un cadre blanc autour de l'image. Ensuite les lignes de niveaux de l'image sont définies. Pour une image binaire, ces lignes de niveaux correspondent aux contours des objets. Une boucle sur ces différents contours permet ensuite de dénombrer et d'analyser les contours fermés. Ce programme permet d'obtenir des informations sur l'objet détecté, telles que son aire, les coordonnées de son centre et sa taille selon les directions x et y . Ces objets sont ensuite triés afin de supprimer les éventuels petits défauts restants. Deux critères sont appliqués pour supprimer les défauts :

- Tous les objets trop circulaires c'est-à-dire répondant au critère $\frac{\text{taille}_y}{\text{taille}_x} \geq 0,7$;
- Tous les objets ayant une taille selon x inférieure à 500 nm.

Un programme est également développé afin de suivre les fissures d'une image à une autre, en utilisant les coordonnées des centres des fissures d'une image à une autre. Ce programme permettrait ainsi de connaître la vitesse de propagation des fissures.

2.3.2.3 Définition des blocs entre les fissures

L'espacement entre fissures est un paramètre clé pour la compréhension de la fissuration. Pour le régime de fissures courtes et denses, celles-ci ne sont pas alignées les unes au-dessus des autres, la détermination de l'espacement n'est donc pas triviale. Une méthodologie d'analyse permet de définir

des blocs entre les fissures afin de déterminer la distance entre les fissures. L'espacement entre deux fissures correspond alors à la hauteur d'un bloc qui les sépare (Figure 2.32).

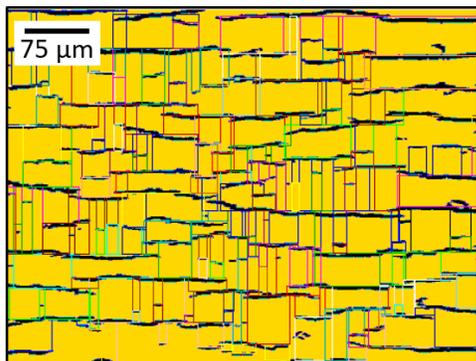


FIGURE 2.32 – Blocs entre les fissures.

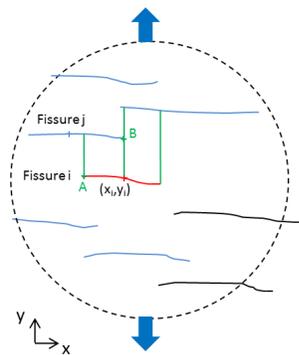


FIGURE 2.33 – Définition des blocs.

Ce programme peut se résumer avec les étapes suivantes pour l'étude d'une fissure i de coordonnées (x_i, y_i) :

- La première étape consiste à sélectionner les fissures voisines, dans un rayon dépendant de la longueur de la fissure i (toutes les fissures dans le cercle de pointillé de la Figure 2.33).
- Ensuite, les fissures sont sélectionnées à partir de la longueur de recouvrement l_{recouv} entre les fissures. La longueur de recouvrement correspond au nombre de pixels d'une fissure j ayant la même abscisse que les pixels de la fissure i . Seules les fissures bleues sur la Figure 2.33 sont conservées. En effet les autres fissures ont une longueur de recouvrement trop faible.
- Dans la dernière étape, les blocs de recouvrement sont définis entre les fissures (correspondant aux rectangles verts) et l'espacement entre fissures est quant à lui défini comme étant la hauteur des blocs.

Ce programme est réalisé pour chaque étape de déformation étudiée, permettant ainsi d'obtenir l'évolution de la répartition des espacements entre fissures, définis par le symbole Λ , au cours de la déformation.

2.3.2.4 Avantages de cette méthode d'analyse d'images

Bien que l'analyse d'images présentée précédemment puisse sembler complexe par rapport à d'autres méthodes plus classiques telles qu'une méthode des interceptes [111], cette analyse présente plusieurs avantages.

La méthode des interceptes consiste à compter le nombre de fissures par ligne et est facilement programmable sur des images binaires. Sur la Figure 2.34, l'image seuillée d'un film de $1,9 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125 \mu\text{m}$ à 2 % de déformation montre qu'après le seuillage des défauts circulaires peuvent encore être présents. Bien que ces défauts disparaissent des images binaires au cours des tests, ils sont problématiques pour appliquer une méthode des interceptes en début de test. En effet rien ne les distingue des fissures, si seule une ligne est analysée. La méthode développée ici permet

de pallier ce problème. En effet les objets étant détectés grâce à leur contour, la taille selon x et selon y est connue. Un tri est donc effectué pour supprimer tous les objets détectés avec une taille inférieure à une limite fixée.

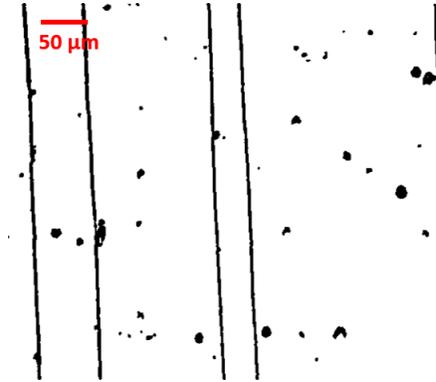


FIGURE 2.34 – Image seuillée d'un film de $1,9\ \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125\ \mu\text{m}$ à 2% de déformation.

Le second avantage concerne les données collectées par la méthode ci-dessus comparée à une méthode classique. La méthode des interceptes ne permet d'avoir que la densité de fissures et un espacement moyen des fissures. L'analyse d'images développée au cours de la thèse permet d'obtenir des informations statistiques sur la densité de fissures, la taille des fissures, le lieu de germination des fissures, l'espacement entre chaque fissure et donc la répartition des espacements à chaque étape. Autant d'informations qui permettent de faire une analyse complète de la fissuration.

2.3.3 Caractérisations de la fissuration

Les observations en microscopie optique des essais de traction confirment l'existence de deux régimes de fissuration : fissuration courte en forme de zigzag et fissuration longue et droite, selon la direction transverse à la direction de traction dans les deux cas. La Figure 2.35 présente une image de l'état de fissuration pour chaque type de test en fonction de l'épaisseur du substrat et du nombre de couches déposés. Les films ayant été imprimés en trois couches ou plus semblent fissurer en bande alors que pour les films ayant moins de trois couches la fissuration courte est observée.

Des observations MEB de coupes réalisées au FIB dans les films, après déchargement des essais de traction, montrent que les fissures traversent complètement l'épaisseur du film quel que soit le régime de fissuration. Pour la fissuration courte (Figure 2.36a), la fissure est ouverte sur une cinquantaine de nanomètres, alors que pour la fissuration longue (Figure 2.36b), elle est ouverte de quatre cents nanomètres. Comme précisé dans le paragraphe 2.2.1, des coupes FIB sont réalisées dans chaque film étiré afin de mesurer l'épaisseur précise de celui-ci.

Dans un premier temps, à titre d'exemple, les résultats de l'analyse d'images sont présentés pour deux essais ayant des régimes de fissuration différents, puis les résultats pour tous les vingt essais réalisés sont analysés.

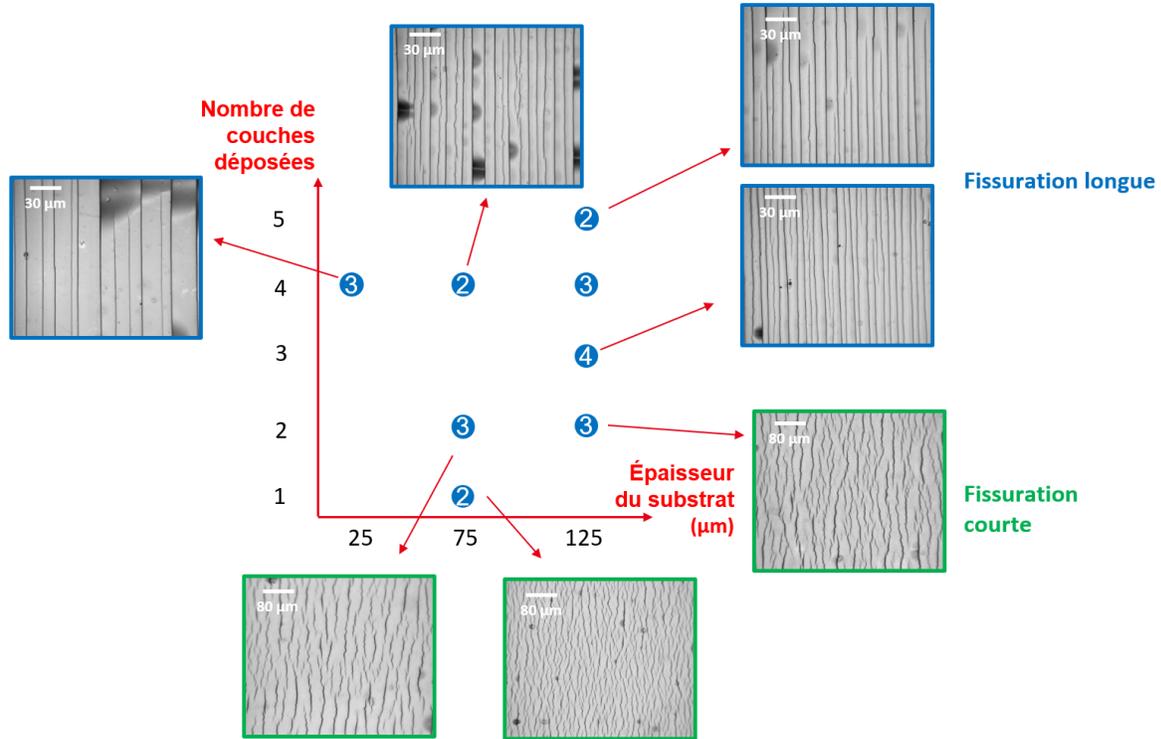
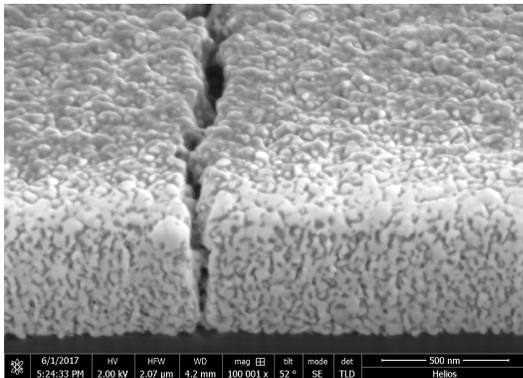


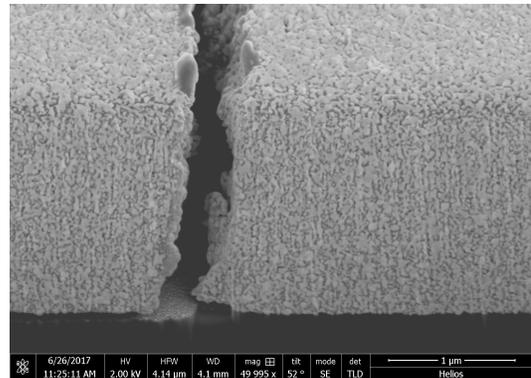
FIGURE 2.35 – Régime de fissuration pour les différents types d'échantillons testés.

2.3.3.1 Caractérisations détaillées de la fissuration pour deux échantillons

Les deux essais détaillés sont réalisés sur un film de 1 µm déposé sur un substrat de 75 µm pour la fissuration courte et sur un film de 1,88 µm déposé sur un substrat de 125 µm pour la fissuration longue. Les courbes force-déplacement de chaque essai, ainsi que les étapes importantes de la fissuration sont reportées sur la Figure 2.37. Les chutes de force correspondent aux différentes pauses réalisées au cours du test afin d'effectuer les observations. Bien qu'aucune différence n'était



(a) Avec le régime de fissuration courte.



(b) Avec le régime de fissuration longue.

FIGURE 2.36 – Observations MEB de coupes FIB dans des films fissurés.

visible sur les courbes force-déplacement pour les deux épaisseurs de films différents déposés sur une même épaisseur de substrat (Figure 2.12, au paragraphe précédent), ici la force nécessaire à étirer un substrat de 125 μm est plus importante que celle nécessaire à étirer un substrat de 75 μm . L'état de fissuration à 8 % de déformation pour chaque essai détaillé, dans la suite du paragraphe, est illustré sur les Figures 2.38a et 2.38b.

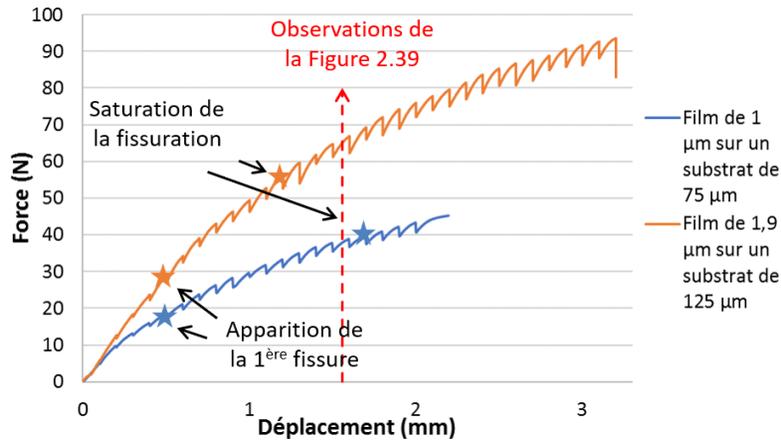
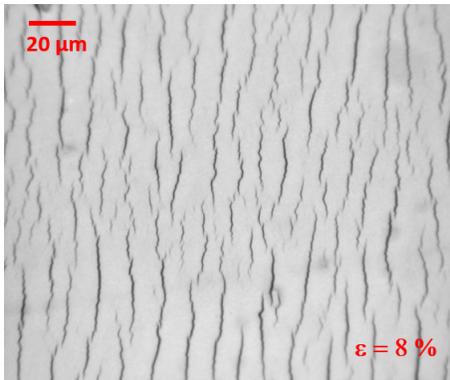
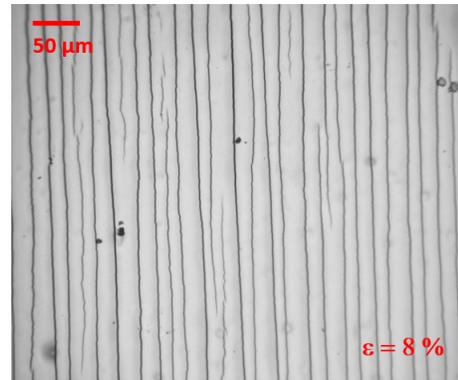


FIGURE 2.37 – Courbes de force-déplacement pour les deux essais détaillés.



(a) Film de 1 μm déposé sur un substrat de 75 μm .



(b) Film de 1,9 μm déposé sur un substrat de 125 μm .

FIGURE 2.38 – État de fissuration des deux échantillons étudiés pour une déformation imposée de 8 %.

Densité de fissures La première grandeur étudiée est la densité de fissures. L'analyse d'images permet d'obtenir le nombre précis de fissures par image à chaque étape de déformation. Deux façons de calculer la densité de fissures sont utilisées en fonction de l'unité la plus représentative du régime de fissuration. Pour la fissuration longue, puisque les fissures traversent complètement l'image, une seule dimension est nécessaire pour représenter la densité. Celle-ci est donc calculée en divisant le nombre de fissures de l'images par la longueur de l'image. Une densité linéique en μm^{-1} est ainsi

obtenue. Pour la fissuration courte, ce calcul ne semble pas être une bonne façon de représenter la densité. En effet les fissures ayant une taille finie dans les deux dimensions, la densité surfacique est calculée en divisant le nombre de fissures de l'image par la surface de l'image et est donc exprimée en μm^{-2} .

Avant de diviser le nombre de fissures, la longueur ou la surface de l'image sont tout d'abord corrigées par la déformation subie par le film ε , respectivement par $(1 - \varepsilon)$ et $(1 - \varepsilon)(1 - \nu_{Kapton}\varepsilon)$, avec ν_{Kapton} le coefficient de Poisson du Kapton. Cette correction est nécessaire afin de prendre en compte les fissures qui sortent de l'images. Sans cette correction, une diminution de la densité serait observée une fois l'étape de saturation atteinte.

L'évolution de la densité surfacique de fissures en fonction de la déformation pour la fissuration courte sur le film de $1\mu\text{m}$ est donc illustrée sur la Figure 2.39. À la fin du test, la densité est de $60 \cdot 10^{-4}\mu\text{m}^{-2}$, soit de 6000 fissures par mm^2 .

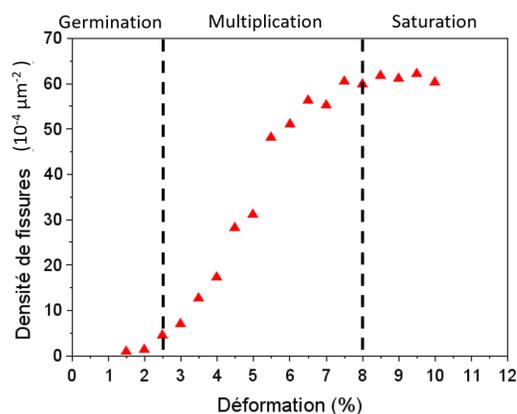


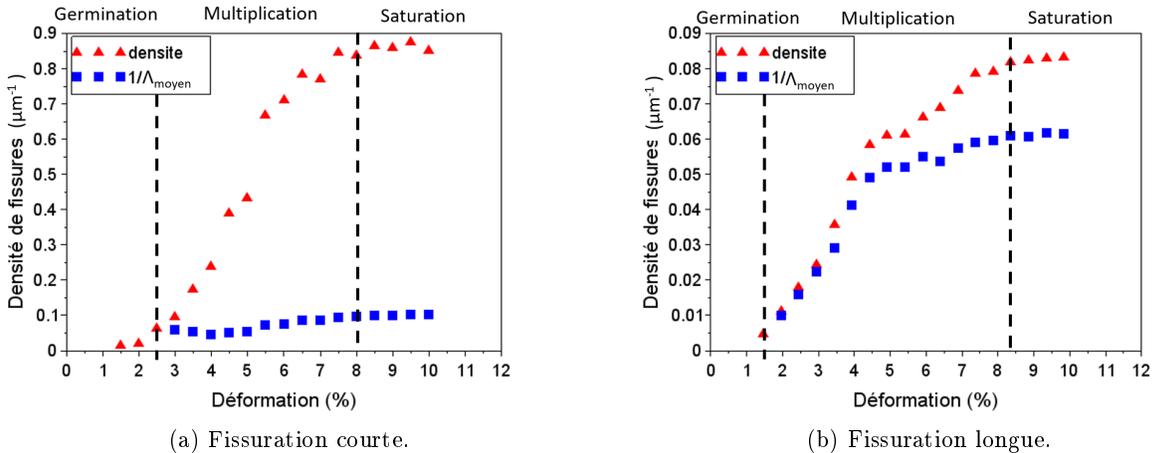
FIGURE 2.39 – Évolution de la densité de fissures, exprimé en μm^{-2} , au cours de la déformation pour la fissuration courte.

Sur les Figures 2.40a et 2.40b, la densité linéique de fissures est illustrée en fonction de la déformation pour la fissuration courte et la fissuration longue. Sur ces graphes, la densité linéique calculée à partir de l'inverse de l'espacement moyen entre fissures Λ_{moyen} est également tracée.

Comme attendue, pour la fissuration courte, ces deux grandeurs sont très éloignées. Les fissures n'étant pas traversantes, le nombre de fissures par unité de longueur ne peut être définie en divisant le nombre total de fissures sur l'image. L'inverse de l'espacement moyen donne alors une meilleure estimation de la densité linéique de fissures.

Pour la fissuration longue, la densité linéique calculée à partir du nombre de fissures ou à partir de l'inverse de l'espacement entre les fissure sont identiques au début du test. La densité calculée à partir de l'inverse des espacements devient inférieure à la densité calculée à partir du nombre de fissures. Cette différence peut s'expliquer par l'apparition de quelques petites fissures qui ne traversent pas complètement l'image à partir de 3% de déformation. Ces fissures non traversantes sont en effet visibles sur la Figure 2.38b.

Sur ces graphes, présentant l'évolution de la densité de fissures, trois étapes de fissuration


 FIGURE 2.40 – Évolution de la densité, exprimé en μm^{-1} , de fissures au cours de la déformation.

peuvent être distinguées : la germination, la multiplication et la saturation. Ces trois étapes sont caractéristiques de la fissuration et ont déjà été largement étudiées [53]. Dans l'étape de germination, les premières fissures se forment généralement aléatoirement, à partir de défauts. Ensuite les fissures se propagent rapidement et de nombreuses autres se forment, c'est l'étape de multiplication. Enfin le nombre de fissures se stabilise, plus aucune fissure ne se forme. La fissuration a atteint une étape stable de saturation. Les densités de l'étape de germination sont calculées manuellement car le nombre de fissures est très faible. Pour les films de 1 et 1,9 μm , les fissures apparaissent pour 1,5 % de déformation. Pour le film de 1,9 μm , l'étape de germination est réduite car le nombre de fissures augmente très rapidement, la fissuration sature à 8,4 % de déformation. Pour le film de 1 μm , la multiplication commence à partir de 2,5 % de déformation et la saturation est atteinte pour 8 % de déformation. Ces déformations à saturation ε_{sat} sont extraites pour chaque test et sont ensuite rassemblées sur deux graphes présentés plus loin (Figures 2.45a et 2.46a).

L'espacement entre fissure La seconde grandeur extraite de l'analyse d'images est l'espacement entre fissures. L'évolution de l'espacement minimal A_{min} , de l'espacement maximal A_{max} et de l'espacement moyen A_{moyen} peut ainsi être étudiée en fonction de la déformation, pour la fissuration courte sur la Figure 2.41a et pour la fissuration longue sur la Figure 2.41b. Pour la fissuration courte, l'espacement entre fissures augmente jusqu'à 4 % de déformation pour ensuite diminuer et atteindre une valeur de saturation de 10,0 μm . Au début du test, les fissures apparaissent aléatoirement unes à unes. Peu de blocs sont définis entre les fissures. Il est donc possible qu'un bloc plus grand (que ceux de l'état de déformation précédent) apparaisse, entraînant ainsi une augmentation de l'espacement entre fissures. Pour la fissuration longue, l'espacement entre fissures décroît tout au long du test jusqu'à atteindre un espacement de saturation de 16,2 μm . Les trois étapes de la fissuration sont également distinctes sur l'évolution de l'espacement entre fissures.

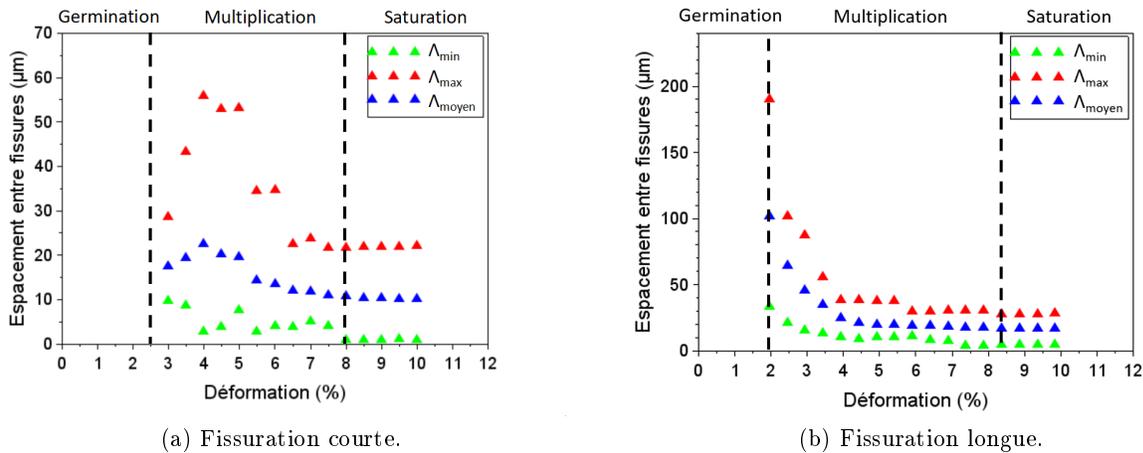


FIGURE 2.41 – Évolution de l’espace entre fissures au cours de la déformation.

Le lieu de germination Pour le régime de fissuration longue, le lieu de germination des fissures est étudié. Sur la Figure 2.42, les deux traits noirs représentent deux fissures déjà existantes et le trait rouge, la nouvelle fissure. Pour chaque nouvelle fissure, le lieu de germination est défini comme la position relative d’une nouvelle fissure entre deux fissures existantes, soit $d = a/b$. La moyenne des lieux de germination de d est calculée pour chaque étape de déformation afin d’avoir son évolution au cours de l’essai (Figure 2.43). Les barres correspondent à l’écart type sur les valeurs de d . Ces valeurs moyennes sont pratiquement toutes comprises entre 0,3 et 0,4. *Les fissures apparaissent donc quasiment au milieu de deux fissures déjà existantes.* Ces valeurs de d sont également calculées pour les autres tests de régime de fissuration longue et montrent le même résultat.

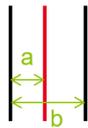


FIGURE 2.42 – Définition du lieu de germination.

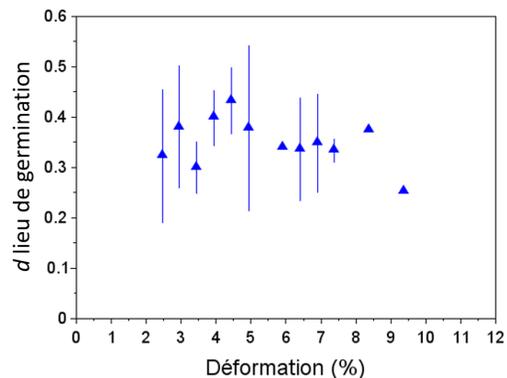


FIGURE 2.43 – Évolution du d (lieu de germination) en fonction de la déformation pour la fissuration longue.

2.3.3.2 Caractérisation de la fissuration pour tous les échantillons

Cette analyse est réalisée pour tous les échantillons testés et les résultats sont ensuite rassemblés sur les graphes suivants (Figure 2.44, 2.45, 2.46, 2.47, 2.48). Tous ces résultats et la description des échantillons sont rassemblés dans l'Annexe B. Afin de pouvoir distinguer tous les vingt échantillons, qui ont une épaisseur de film et une épaisseur de substrat différents, le ratio des raideurs R est défini par l'Équation 2.7, où E_S et E_f sont les modules d'Young respectivement du substrat et du film, e_S et e_f sont les épaisseurs du substrat et du film.

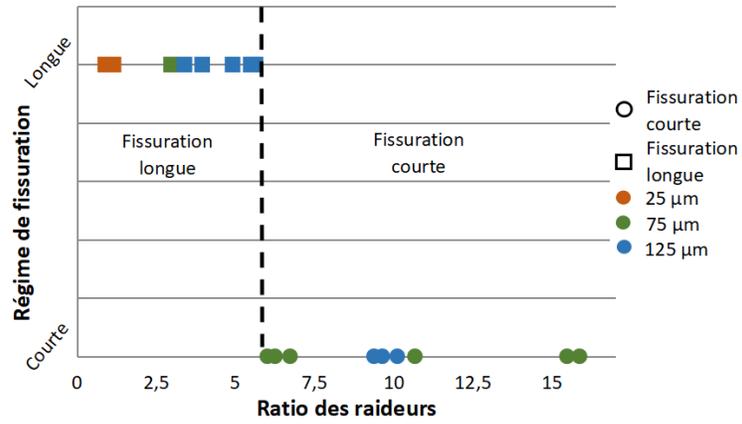
$$R = \frac{E_S e_S}{E_f e_f} \quad (2.7)$$

Régime de fissuration Le régime de fissuration est représenté en fonction du ratio des raideurs et de l'épaisseur du film sur la Figure 2.44. Le ratio des raideurs permet de regrouper les films, ayant une épaisseur similaire, déposés sur la même épaisseur de substrat. La transition entre le régime de fissuration longue et de fissuration courte s'effectue pour un ratio des raideurs de 6. Les deux régimes de fissuration sont séparés en deux groupes bien distincts en fonction de l'épaisseur du film. Une transition entre ces deux régimes existe donc pour une épaisseur de film comprise entre 1,2 et 1,7 μm .

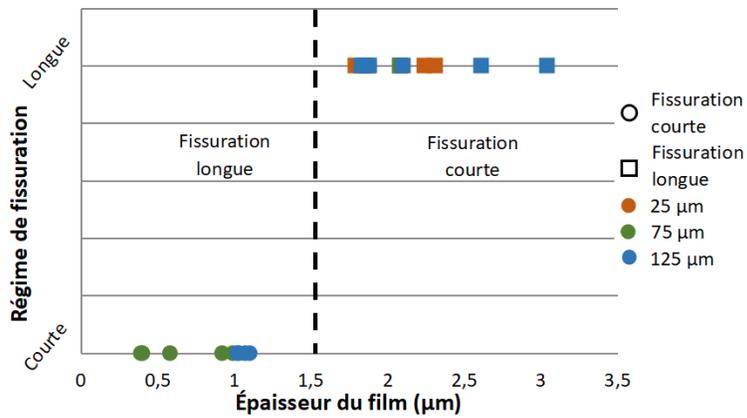
Déformation critique de fissuration La déformation critique de fissuration ε_r , correspondant à l'apparition de la première fissure, est déterminée pour chaque test puis est tracée en fonction du ratio des raideurs et de l'épaisseur du film sur la Figure 2.45. Cependant aucune tendance n'est vraiment remarquable. La déformation critique ε_r , autour de 2 % de déformation, est peu sensible à l'épaisseur du film e_f ou au ratio des raideurs, sauf peut-être pour les films déposés sur un substrat de 25 μm , qui semblent avoir une déformation de fissuration plus faible. Dans les modèles développés au Chapitre 3 suivant, les valeurs expérimentales de déformation critique de chaque test sont utilisées. Ces observations ne permettent pas de confirmer les observations réalisées dans la littérature par Lu [67] et Men [56], pour des films de cuivre sur des substrats de polyimide, pour lesquels la déformation de fissuration augmente avec l'épaisseur du film.

Déformation de saturation La déformation de saturation ε_{sat} est ensuite tracée en fonction du ratio des raideurs et de l'épaisseur du film sur la Figure 2.46. La déformation de saturation augmente linéairement en fonction du ratio des raideurs et diminue avec l'épaisseur du film. La décroissance de la déformation de saturation avec l'épaisseur du film est également observée par Jin [79] pour des films de chrome sur un substrat de PET. Trois tendances peuvent être distinguées en fonction de l'épaisseur du substrat, une par épaisseur de substrat (Figure 2.46b). Il semble que la déformation de saturation diminue lorsque l'épaisseur du substrat diminue.

L'espacement moyen entre fissures à saturation Sur la Figure 2.47, l'espacement moyen entre fissures à saturation Λ_{sat} est tracé en fonction du ratio des raideurs et de l'épaisseur du film. Cet

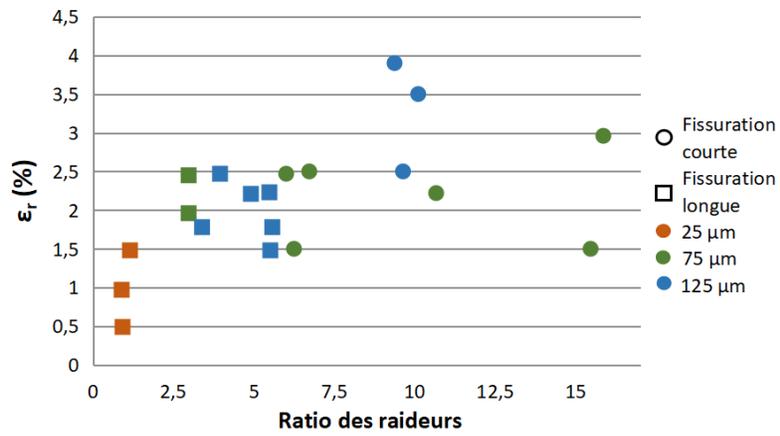


(a) En fonction du ratio des raideurs.

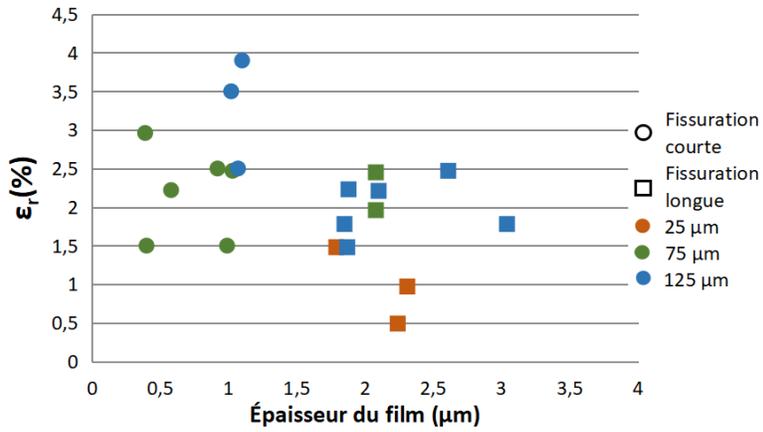


(b) En fonction de l'épaisseur du film.

FIGURE 2.44 – Répartition du régime de fissuration.

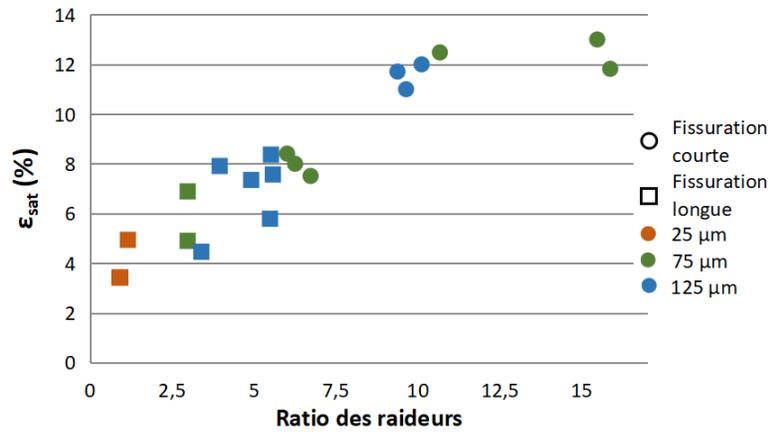


(a) En fonction du ratio des raideurs.

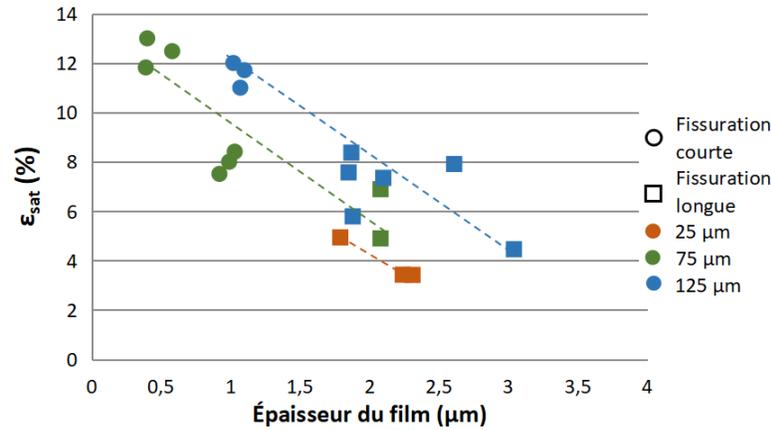


(b) En fonction de l'épaisseur du film.

FIGURE 2.45 – Répartition de la déformation critique de fissuration.



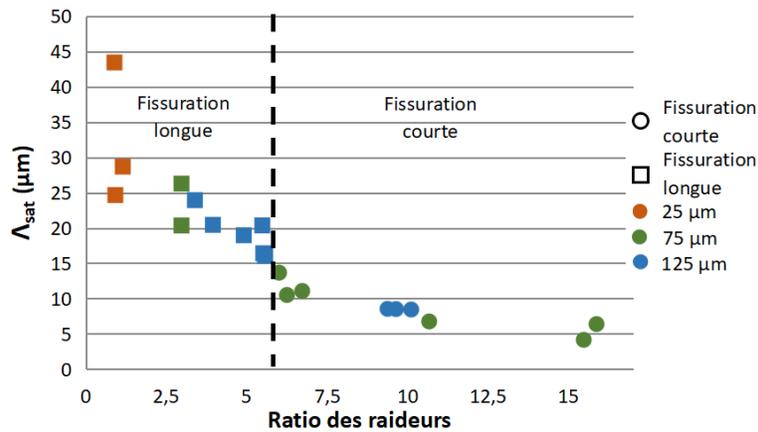
(a) En fonction du ratio des raideurs.



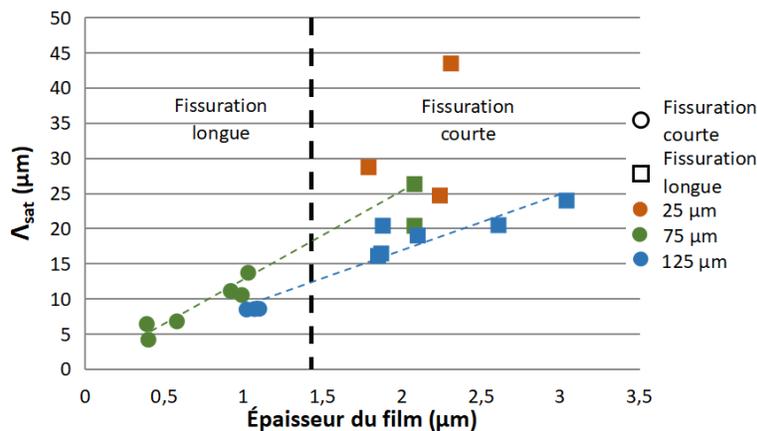
(b) En fonction de l'épaisseur du film.

FIGURE 2.46 – Répartition de la déformation de saturation.

espacement moyen décroît avec le ratio des raideurs et augmente avec l'épaisseur du film. Cette tendance est confirmée par différentes études réalisées par Cordill [54] et Men [56] pour des films de chrome ou de cuivre déposés sur un substrat de polyimide. Sur la Figure 2.47b, l'espacement moyen à saturation augmente linéairement selon deux droites définies pour une épaisseur de substrat de 125 μm et de 75 μm . Pour le substrat de 25 μm , les trois tests représentés ne permettent pas de dégager une tendance linéaire. L'espacement entre fissures semble augmenter lorsque l'épaisseur du substrat diminue. En outre ce graphe montre que l'espacement moyen à saturation est environ égal à un dixième de l'épaisseur du film.



(a) En fonction du ratio des raideurs.



(b) En fonction de l'épaisseur du film.

FIGURE 2.47 – Répartition de l'espacement moyen entre fissures à saturation.

La variation relative de l'espacement entre fissures à saturation, $\Delta\Lambda$, est définie par l'Équation 2.8. Cette variation $\Delta\Lambda$ est représentée en fonction du ratio des raideurs sur la Figure 2.48. Elle augmente très faiblement en fonction du ratio des raideurs. La variation relative de l'espacement est autour de 1,5 pour la fissuration longue et autour de 2,0 pour la fissuration courte.

$$\Delta\Lambda = \frac{\Lambda_{max} - \Lambda_{min}}{\Lambda_{moyen}}. \quad (2.8)$$

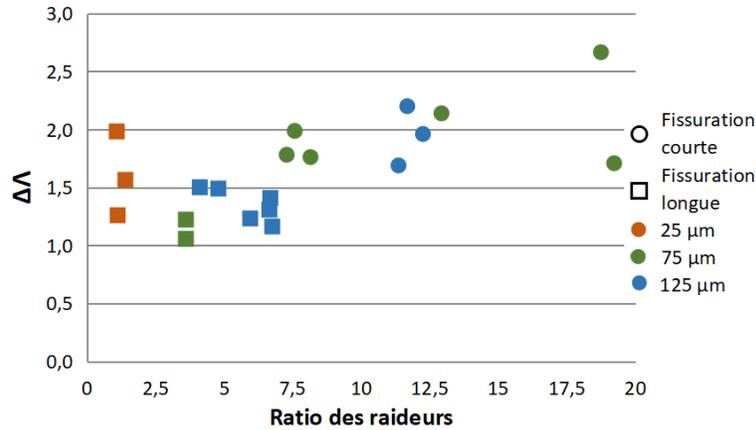


FIGURE 2.48 – Répartition de la variation relative de l’espacement moyen entre les fissures à saturation en fonction du ratio des raideurs.

2.3.4 Bilan et questionnement

Dans cette partie, une analyse d’images permettant d’étudier la fissuration de films métalliques sur substrats souples est développée. Cette analyse d’images donne des informations statistiques sur la fissuration. L’évolution de la densité de fissures permet de distinguer les trois étapes classiques de la fissuration à savoir la germination, la multiplication et la saturation.

Les différents essais de traction mettent en évidence la présence de deux régimes de fissuration : la fissuration longue pour les épaisseurs de film supérieures à $1,7\ \mu\text{m}$ et la fissuration courte pour les épaisseurs de films inférieure à $1,2\ \mu\text{m}$. La fissuration longue pourrait traduire une instabilité de la propagation des fissures, qui engendrait une propagation brutale. Est-ce que la variation de l’épaisseur du film, permet à elle seule d’expliquer la transition entre les deux régimes ?

L’étude des différents tests réalisés montre que la déformation de saturation augmente linéairement avec le ratio des raideurs. L’espacement entre fissures quant à lui décroît avec le ratio des raideurs. Est-il possible d’estimer l’évolution de cet espacement entre fissures au cours de la déformation ?

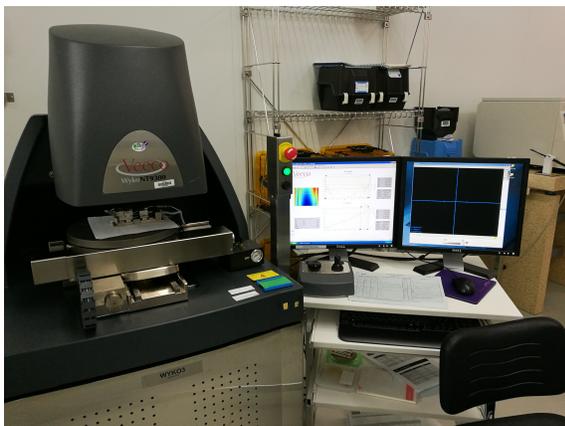
Dans le Chapitre 3 suivant, les modèles de relaxation de contraintes, décrits au Chapitre 1, vont être appliqués aux différents échantillons analysés, afin d’obtenir un encadrement de l’espacement entre fissures à saturation. Il se peut que ces modèles soient mis en défaut, alors des modèles éléments finis seront développés afin d’obtenir un meilleur encadrement.

2.4 Moyens expérimentaux pour étudier le cloquage

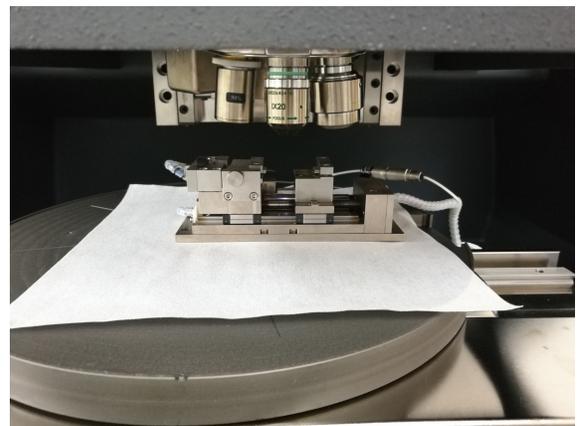
Dans cette partie, la méthode d'identification de la taille et de la morphologie de cloque au cours de la déformation est présentée. L'objectif de cette analyse est d'identifier la forme des cloques formées par flambement-délaminage par une fonction polynomiale connue afin d'étudier l'évolution des paramètres géométriques de la cloque en fonction de la déformation. L'évolution de la taille de cloque permettra ensuite de déterminer l'énergie d'adhésion entre le film et le substrat. Les profils 2,5D des cloques sont mesurés par interférométrie lors des essais de traction. L'analyse de suivi de paramètres de cloque est réalisée sur les deux types d'échantillons imprimés par sérigraphie. Cette analyse a été trop peu fiable pour les films déposés par jet de matière, en raison de la petite taille des cloques. Une analyse statistique réalisée sur les films imprimés par jet d'encre est présentée à la fin de cette partie.

2.4.1 Description de l'essai de traction

Les essais de traction sont réalisés sur la micro-platine Gatan, utilisée précédemment, à une vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. La platine de traction est placée sous un interféromètre optique Wiko (Figure 2.49) qui permet d'obtenir le profil 2,5D des cloques de délaminage tout au long de la déformation du film. Les échantillons sont décrits dans le paragraphe 2.2.2.



(a) Le poste de travail.



(b) Zoom sur la partie interféromètre et platine de traction.

FIGURE 2.49 – Essais de traction sous interféromètre optique.

Pour les échantillons de type 1, des profils sont réalisés tous les 0,67 % de déformation sur un échantillon ayant une longueur utile initiale de 30 mm. Les profils sont réalisés avec l'objectif $\times 10$ muni d'un doubleur afin d'obtenir un grossissement de $\times 20$.

Pour les échantillons de type 2, ayant une longueur utile initiale de 20,3 mm, des profils sont réalisés tous les $\sim 0,5$ % de déformation. L'objectif utilisé est le $\times 20$, permettant également d'obtenir des images en $\times 40$ et $\times 10$. Des mesures au début de la formation de la cloque sont réalisées avec l'objectif $\times 40$, cependant les profils sont trop bruités pour être exploités.

Les courbes de force-déplacement de ces deux essais sont tracées sur la Figure 2.50. L'apparition des premières fissures et des premières cloques ainsi que les zones observées à l'interféromètre et analysées sont également détaillées sur ce graphe.

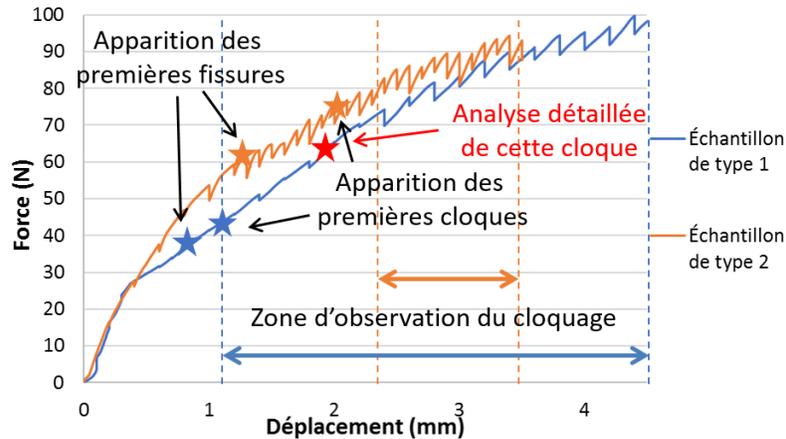


FIGURE 2.50 – Courbes force-déplacement pour les deux types d'échantillons testés sous interféromètre optique.

2.4.2 Analyses des cloques

Après un essai de traction, une analyse des cloques permet d'identifier la forme de la cloque de délaminage par une fonction connue. Un programme, développé sous Scilab, permet de réaliser l'analyse. Les différentes étapes de l'analyse d'une cloque de délaminage, formée sur un échantillon de type 1, mesurée à 6,7% (étoile rouge sur la Figure 2.50), sont résumées ci-dessous. Les figures de profil 2,5D des cloques ont deux unités : selon la direction z , l'axe est en micromètres alors que selon la direction x et y , ils sont en pixels.

Étape 1 : Mise à niveau de la cloque La Figure 2.51a, représentant la topographie brute de la cloque, est penchée selon la direction y . Cette pente provient d'un tilt lors de la mise en place de l'éprouvette. Pour mettre à niveau le profil 2,5D, un plan médian est calculé à partir de trois zones autour de la cloque puis est soustrait aux données. Les valeurs négatives sous la cloque, qui correspondent à la mesure du substrat dans le fond de fissure, sont supprimées. Le profil mis à niveau est donc obtenu sur la Figure 2.51b.

Étape 2 : Définition des contours de la cloque Les cloques se formant sur des fissures parfois tortueuses comme le montre la Figure 2.52a, il est important de bien définir le contour de la cloque. Pour cela l'image optique de la cloque est utilisée afin de définir à l'aide de pointeurs les bords exacts de la cloque, en suivant précisément la fissure sur laquelle celle-ci se forme. À partir de ce contour, un masque est généré puis appliqué au profil 2,5D de la cloque. Le masque multiplie tous les points à l'extérieur des pointillés rouges par 0 et tous ceux à l'intérieur par 1, afin de ne conserver que la cloque du côté de la fissure souhaitée (Figure 2.52b).

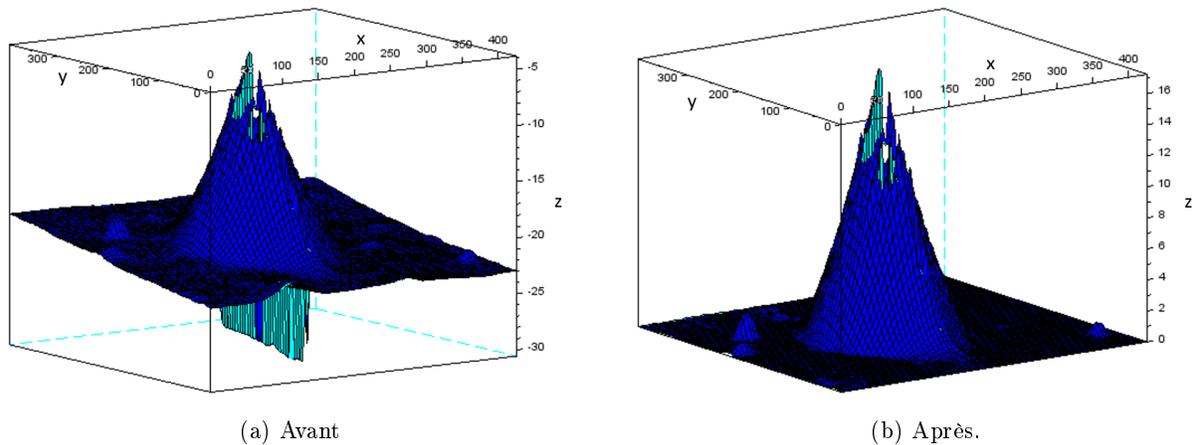


FIGURE 2.51 – Mise à niveau de la cloque.

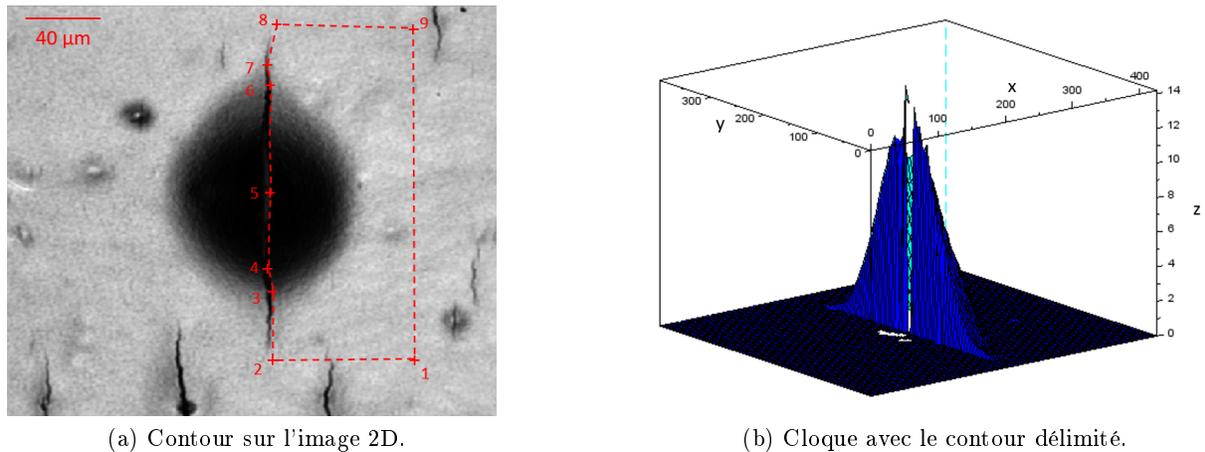
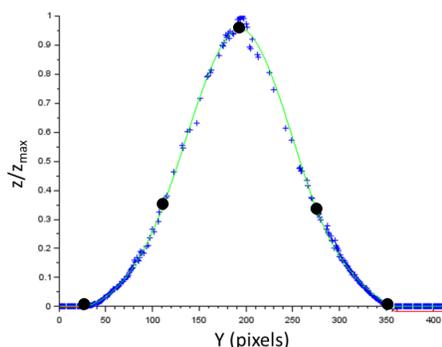


FIGURE 2.52 – Détermination des contours de la cloque.

Étape 3 : Identification du profil en x_0 grâce à une spline La première étape de l'identification à proprement parler est une interpolation par la méthode des splines. Une spline est une fonction définie par morceaux par des polynômes. Le profil est identifié en x_0 , l'abscisse selon la direction x , du point le plus haut du profil 2,5D. L'interpolation se fait donc sur le profil normé de z/z_{max} en fonction de y (croix bleues de la Figure 2.53) en cinq points, répartis régulièrement sur le profil (ronds noirs sur le profil).

Étape 4 : Identification de la cloque

Définition de la fonction déformée de la cloque Afin d'identifier la forme de la cloque, il faut définir la déformée d'une membrane encastree sur trois côtés et libre sur un côté, représentative du film mince flambé en bord de fissure (côté libre). La membrane de taille a selon la direction x et $2b$ selon la direction y est décrite dans le plan (Oxy) par une déformée respectant les conditions


 FIGURE 2.53 – Fit du profil en x_0 par une spline.

d'encastrement aux trois bords fixes (Figure 2.55). Cela correspond classiquement à une tangente nulle pour les déplacements $W(x, y)$ selon la direction z . Ces déplacements sont également choisis afin de respecter l'absence de moments de flexion sur le bord libre, à savoir $\frac{\partial^2 W}{\partial y^2}(0, y) = 0$. Ainsi la fonction polynomiale la plus simple permettant de respecter ces conditions avec une déformée en forme de cloche est :

$$W(x, y) = h \left(\frac{y^2}{b^2} - 1 \right)^2 \left(\frac{2 - \sqrt{3}}{2 + \sqrt{3}} \right) \left(\frac{x}{a} - 1 \right)^2 \left(\frac{x}{a} - \frac{\sqrt{3} + 3}{\sqrt{3} - 3} \right)^2 \quad (2.9)$$

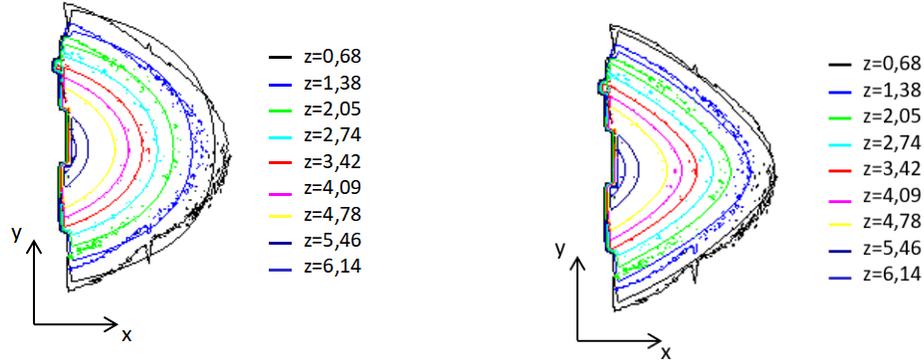
Méthode des moindres carrés L'Équation 2.9 est définie pour un centre de cloque en $(0, 0)$, or ce n'est pas le cas pour les données expérimentales. Le changement de variable $(x, y) \leftarrow (x - x_0, y - y_0)$ est donc appliqué à l'équation, avec (x_0, y_0) les coordonnées dans le plan (Oxy) du point le plus haut de cloque.

D'après l'Équation 2.9, trois paramètres sont donc à identifier : h la hauteur de la cloque, a la longueur de la cloque dans la direction de traction selon la direction x et b la demi-longueur de la cloque au bord de fissure selon la direction y . Ces trois paramètres sont illustrés sur la Figure 2.55. Le profil de la cloque étant déjà identifié par la spline en $x = x_0$, le paramètre b est déjà établi. La méthode des moindres carrés est utilisée pour identifier les deux autres paramètres h et a . Une matrice de pondérations permet de ne sélectionner que les valeurs de la cloque expérimentale qui sont supérieures à 10 % du maximum de la cloque. Les paramètres initiaux rentrés dans la fonction des moindres carrés afin de faciliter l'optimisation sont définis comme suit : h_{ini} est égale à la hauteur maximale de la cloque z_{max} et a_{ini} correspond à la taille du masque de contour dans la direction x .

Une première identification avec les paramètres définis comme précédemment permet d'obtenir le contour d'une cloque ajustée, présent sur la Figure 2.54a (contour le plus lisse). La superposition du contour de la cloque ajustée et de la cloque expérimentale montre une différence selon la direction y . Pour obtenir une identification plus juste de la cloque, le paramètre de la demi-largeur de cloque b dans la direction y , doit être dépendant de la variable x . Une loi en racine carrée donnée par l'équation 2.10 a été choisie.

Le paramètre b est donc remplacé par b_x dans l'Équation 2.9. La comparaison entre la cloque expérimentale et la cloque identifiée, après avoir ajouté la dépendance en x dans la définition de b , est obtenue sur la Figure 2.54b, où les deux contours sont alors très similaires.

$$b_x = b \sqrt{\frac{x - (x_0 + a)}{a}} \quad (2.10)$$



(a) Sans dépendance en x de b .

(b) Avec dépendance en x de b .

FIGURE 2.54 – Contour de la cloque expérimentale et de la cloque identifiée.

Le profil identifié obtenu, en rouge, est illustré sur la Figure 2.56. L'erreur entre le profil identifié et le profil expérimental passe de 1,2 % sans prise en compte de la dépendance en x du paramètre b à 0,37 % avec prise en compte de la dépendance en x . L'erreur est déterminée comme étant la moyenne des écarts entre la cloque expérimentale et la cloque ajustée, divisée par le maximum de la cloque expérimentale (Équation 2.11).

$$erreur = moyenne \left(\frac{|z_{expé} - z_{fit}|}{z_{max}} \right) \quad (2.11)$$

Par exemple, pour la cloque présentée ici, formée sur un film d'un échantillon de type 1 de $4,2 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125 \mu\text{m}$, mesurée à 6,67 % de déformation, les paramètres identifiés sont les suivants :

$$\begin{aligned} a &= 50,11 \mu\text{m}, \\ b &= 71,0 \mu\text{m}, \\ h &= 6,24 \mu\text{m}. \end{aligned}$$

2.4.3 Évolution de la taille d'une cloque en fonction de la déformation

Cette analyse est ensuite appliquée à tous les profils 2,5D acquis au cours des essais de traction afin d'obtenir l'évolution de h la hauteur de la cloque, b la demi-largeur dans la direction y et a la longueur dans la direction x en fonction de la déformation.

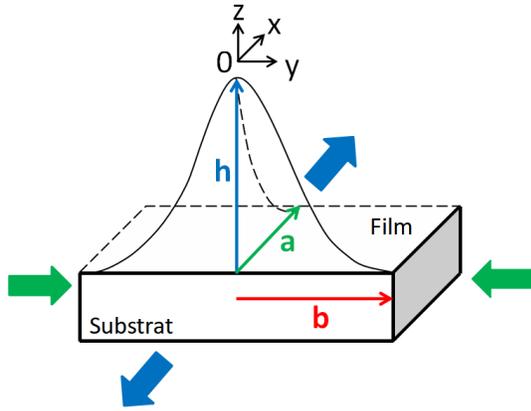


FIGURE 2.55 – Définition des paramètres de cloques.

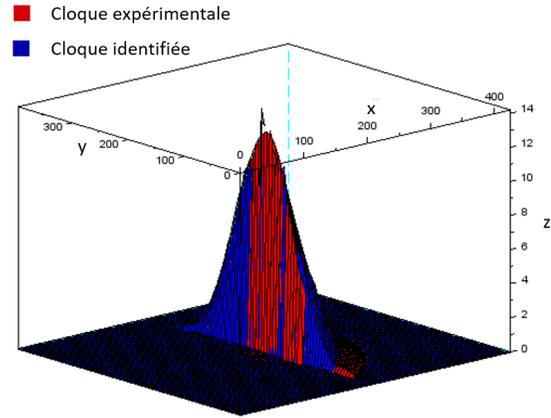
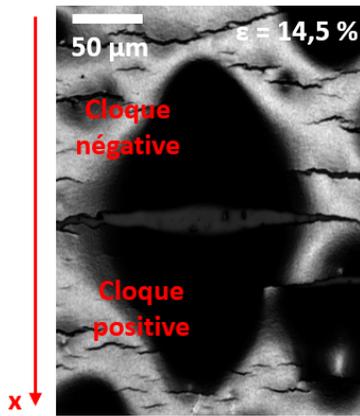
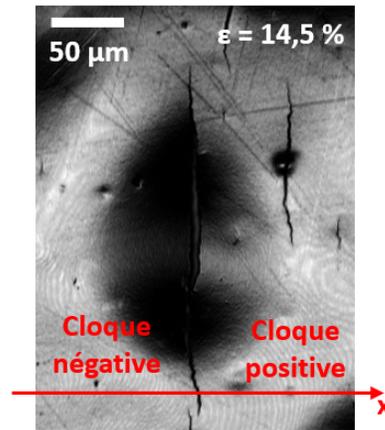


FIGURE 2.56 – Identification de la forme de la cloque.

Une image optique des cloques de délaminage suivies au cours des essais de traction pour chaque type d'échantillons est donnée sur la Figure 2.57. Deux cloques sont présentes de part et d'autre de chaque fissure. L'analyse de suivi de cloque est donc réalisée pour un échantillon de chaque type sur la cloque « positive » et « négative ». Les deux cloques sont décrites sur les Figures 2.57a et 2.57b.



(a) Échantillon de type 1.



(b) Échantillon de type 2.

FIGURE 2.57 – Cloque de délaminage sur des films déformés à 14,5 % de déformation.

Les Figures 2.58 et 2.59 montrent l'évolution des paramètres de cloques au cours de la déformation. L'échantillon de type 1 est analysé entre 4 et 15 % de déformation. Les premières fissures apparaissent à 3 % de déformation. Pour l'échantillon de type 2, les premières fissures apparaissent autour de 7 % de déformation et les premières cloques autour de 11 %. La cloque suivie est analysée entre 13,5 et 17,5 % de déformation. Comme évoqué dans le paragraphe 2.2.2, des mesures sont réalisées entre 11 et 13,5 % avec un objectif $\times 40$ afin de capturer la formation de la cloque. Ces mesures

sont cependant trop bruitées pour être exploitées.

L'évolution des paramètres de cloques (Figure 2.58) montrent que pour l'échantillon de type 1, la hauteur h et la longueur selon la direction x , a , augmentent continuellement au cours de test, alors que la demi-longueur dans la direction y , b , sature, quel que soit l'orientation de cloque. Pour la cloque de l'échantillon de type 2 (Figure 2.59), tous les paramètres semblent augmenter au cours du test.

Sachant que les cloques analysées sont parmi les premières à être apparues sur l'échantillon, la cloque de l'échantillon de type 2 se forme pour une déformation plus importante que la cloque de type 1. L'adhésion entre le film et le substrat semble donc plus importante dans le cas du type 2, comme attendu grâce aux étapes de recuit.

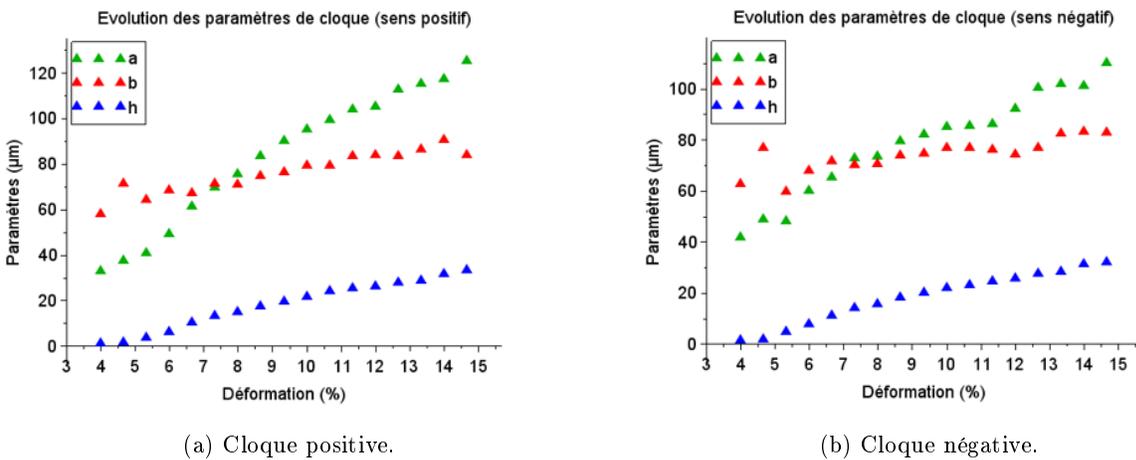


FIGURE 2.58 – Évolution de la taille de cloque en fonction de la déformation pour un échantillon de type 1.

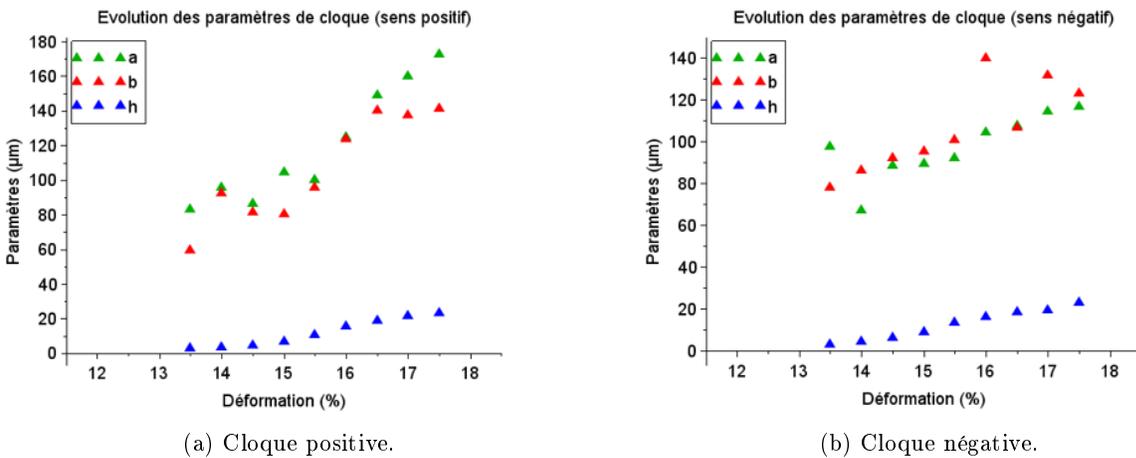
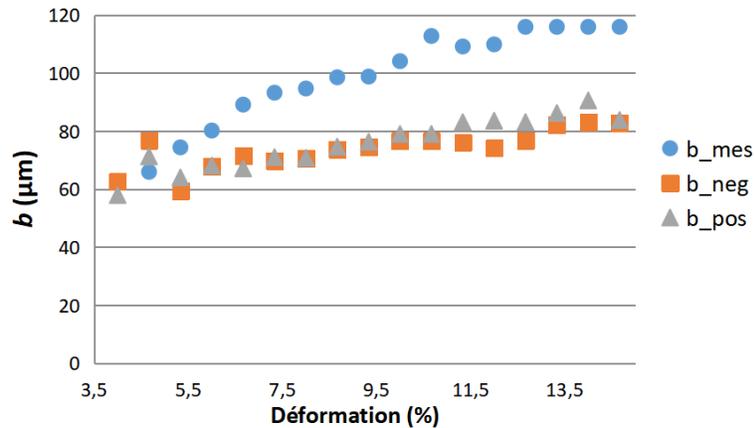


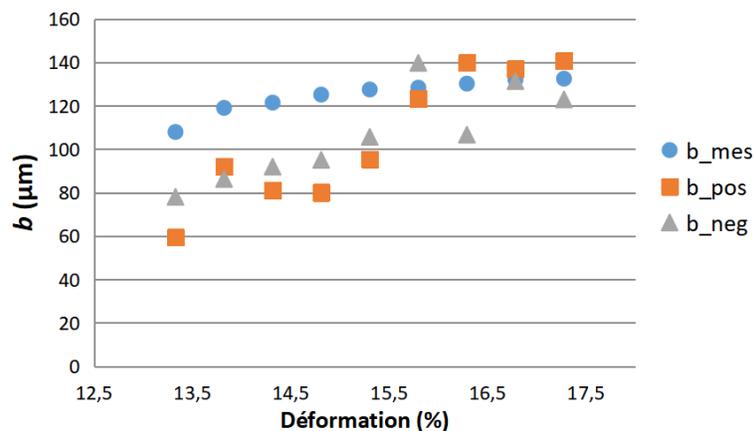
FIGURE 2.59 – Évolution de la taille de cloque en fonction de la déformation pour un échantillon de type 2.

Afin de comprendre la saturation du paramètre b pour la cloque de l'échantillon de type 1, la longueur de la fissure est mesurée sur les images optiques au cours de l'essai par pointage des extrémités sous ImageJ. La demi-longueur de la fissure b_{mes} est mesurée sous image J et est comparée aux valeurs de b mesurés pour les cloques positives b_{pos} et pour les cloques négatives b_{neg} , pour les deux types d'échantillons, sur les Figures 2.60a et 2.60b. Pour la fissure de l'échantillon de type 1, à partir de 12,67%, la fissure sort de l'image et la taille tracée est donc égale à la largeur de l'image complète.

Les demi-longueurs de cloque selon la direction y , b_{pos} et b_{neg} , pour les films de type 1, sont comparables à la longueur de la fissure jusqu'à 5,33% de déformation et sont inférieures à la longueur de la fissure après. Il semble donc que ce ne soit pas la fissure qui borne la taille de la cloque selon la direction y . Pour les échantillons de type 2, la taille de la cloque est inférieure à la taille de la fissure pour des déformations inférieures à 16,28% et devient semblable après cette déformation.



(a) Échantillon de type 1.



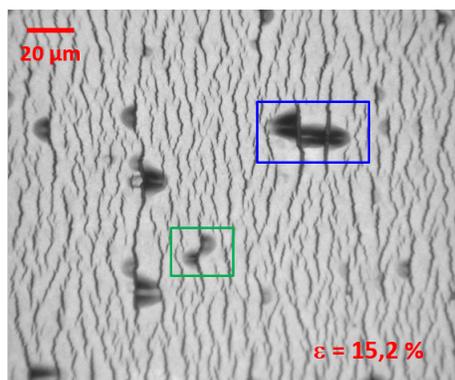
(b) Échantillon de type 2.

FIGURE 2.60 – Comparaison de la taille des fissures au paramètre b .

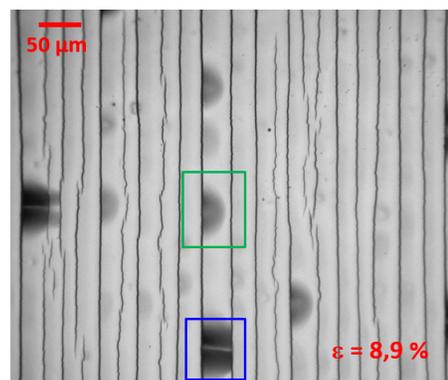
2.4.4 Analyse du flambement pour les films imprimés par jet d'encre

L'analyse du suivi de cloque est réalisée sur les échantillons imprimés par sérigraphie car la taille des cloques, qui se forment sur ces films, est adaptée aux objectifs présents sur le Wiko. Sur les échantillons imprimés par jet d'encre, les cloques sont trop petites et ne permettent pas une mesure correcte des cloques. En effet les cloques ont une taille correspond à l'espacement entre fissures pour les fissures longues, soit environ $30\ \mu\text{m}$ et pour les fissures courtes, les cloques mesurent de quelques microns à $15\ \mu\text{m}$. L'étude des images optiques permet cependant d'obtenir des données statistiques sur la déformation de formation de la première cloque, appelée déformation de flambement, et la densité de cloques.

Sur les Figures 2.61a et 2.61b, les deux régimes de fissuration sont représentés. Sur la Figure 2.61a, il s'agit d'un film de $0,4\ \mu\text{m}$ sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$, déformé à $15,2\%$ de déformation. Sur la Figure 2.61b, les cloques se forment dans un film de $2\ \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$, déformé à $8,9\%$ de déformation. Pour les deux régimes de fissuration, il existe deux types de cloques : des demi-cloques dans les cadres verts et des cloques « tunnels » dans les cadres bleus. Une cloque tunnel se forme par la propagation de demi-cloque jusqu'à la plus proche fissure voisine. Cette cloque traverse ainsi la bande de film entre deux fissures.



(a) Cloques et fissuration courte sur un film de $0,4\ \mu\text{m}$ sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$.



(b) Cloques et fissuration longue sur un film de $2,0\ \mu\text{m}$ sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$.

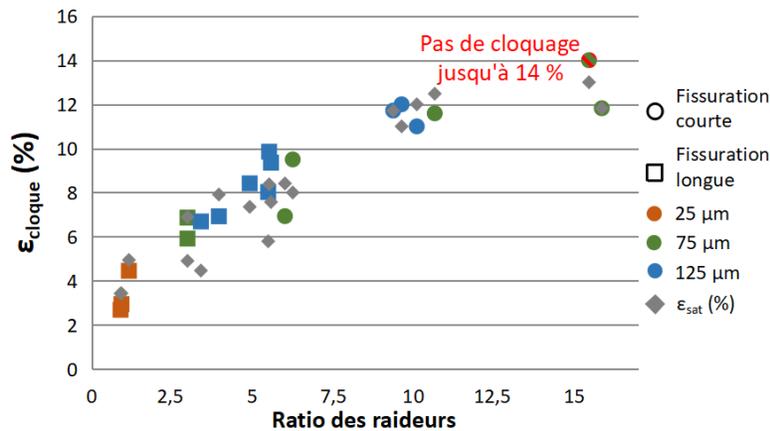
FIGURE 2.61 – Les différents types de cloques : demi-cloque (cadres verts) et cloque tunnel (cadres bleus).

Déformation au seuil de flambement Pour chaque essai réalisé sous microscope optique, la déformation de flambement est déterminée, pour les cloques de type demi-cloques et cloques tunnels, et est tracée en fonction du ratio des raideurs sur les Figures 2.62a et 2.63. La déformation de flambement correspond à la déformation lors de l'apparition de la première cloque. Le ratio des raideurs du film et du substrat est défini par l'Équation 2.7.

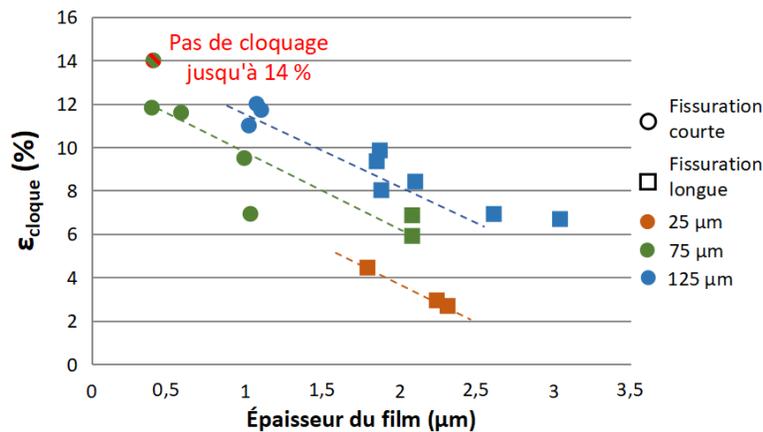
La déformation de flambement des demi-cloques ε_{cloque} augmente linéairement en fonction du ratio des raideurs (Figure 2.62a). L'échantillon testé, ayant un ratio des raideurs égal à $18,75$, ne flambe pas jusqu'aux 14% de déformation de la fin du test. La déformation de flambement est

comparée à la déformation de saturation de la fissuration ε_{sat} , cependant aucune tendance n'est observée. Le flambement apparaît aléatoirement avant ou après la saturation, toujours pour une déformation proche de la déformation de saturation. Une supposition possible à cette observation est que pour accommoder la déformation, il existe trois mécanismes. Le premier est l'élastoplasticité du film. Une fois la limite de déformation plastique atteinte dans le film, celui-ci se fissure jusqu'à atteindre l'étape de saturation de la fissuration. Le film ne peut alors plus accommoder la déformation par fissuration, il va donc délaminer du substrat en formant des cloques pour accommoder la déformation.

Sur la Figure 2.62b, la déformation de flambement ε_{cloque} est tracée en fonction de l'épaisseur du film. Trois courbes peuvent être distinguées sur ce graphe : une par épaisseur de substrat montrant ainsi l'influence du substrat sur la déformation de flambement. La déformation de flambement diminue lorsque l'épaisseur du film augmente et lorsque l'épaisseur du substrat diminue. Cette observation est en accord avec l'étude de Jin [79] pour des films de chrome sur un substrat de PET.



(a) En fonction du ratio des raideurs.



(b) En fonction de l'épaisseur.

FIGURE 2.62 – Déformation de flambement de la première demi-cloque.

Comme pour les demi-cloque, la déformation de flambement des cloques tunnels augmente

linéairement avec le ratio des raideurs (Figure 2.63). Deux essais n'ont pas flambé en cloques tunnels, les films ayant un ratio de 11,7 et 12,2. Les essais qui ne forment pas de cloques tunnels, voire pas de cloques du tout, correspondent aux films les plus fins, ayant une épaisseur comprise entre 0,4 et 0,6 μm .

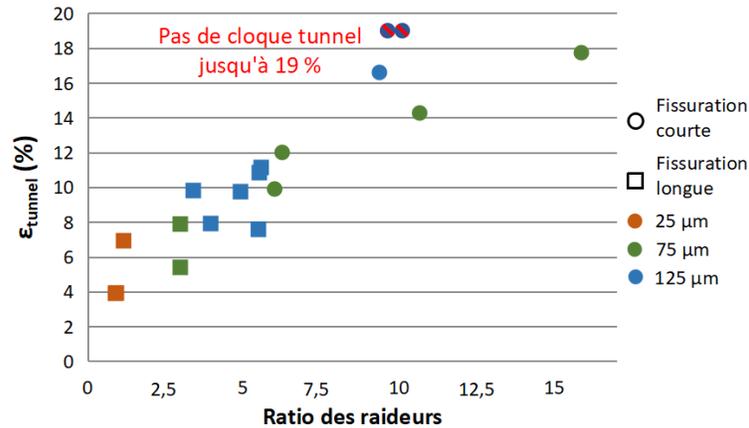


FIGURE 2.63 – Déformation de flambement de la première cloque tunnel.

Densité des cloques La densité des deux types de cloques est déterminée en comptant manuellement le nombre de cloques par image et en divisant ce nombre par la surface de l'image corrigée par la déformation subie par le film (paragraphe 2.3.3). L'évolution de la densité de cloques est ainsi évaluée au cours de l'essai comme sur la Figure 2.64, pour un film de 2,31 μm déposé sur un substrat de 25 μm . Ce film fissure sous le régime de fissuration longue. Une première étape de germination des cloques se situe entre 2,7 et 8,3 % de déformation. Puis au-delà de 8,3 % de déformation, la densité de cloques sature à 0,00012 μm^{-2} , soit 120 cloques par mm^2 . Aucune cloque ne se forme désormais, le film se délamine complètement dès lors.

Autour de 6,8 % de déformation, la densité des demi-cloques diminue. Ceci est dû à la formation d'une grosse cloque tunnel qui emporte deux plus petites cloques. En effet sur la Figure 2.65a de ce film de 2,31 μm , deux cloques sont présentes dans le cadre jaune à 6,3 % de déformation alors que sur la Figure 2.65b à 6,8 % de déformation, une des cloques s'est propagée en tunnel et l'autre a disparu.

La densité des cloques est ainsi déterminée pour chaque essai sous microscope optique et la densité à saturation est reportée sur la Figure 2.66a pour la densité totale de cloques et sur la Figure 2.66b pour la densité de cloques tunnels. La densité de la totalité des cloques et des cloques tunnels augmente avec le ratio des raideurs.

L'évolution de la densité de cloques totales en fonction de l'épaisseur du film est tracée sur la Figure 2.67. La densité de cloques diminue lorsque l'épaisseur du film augmente. Cette tendance est confirmée par les observations de Jin [79] pour des films de chrome déposé sur un substrat de PET. Les densités de cloques très faibles pour les deux échantillons ayant une épaisseur de film d'environ

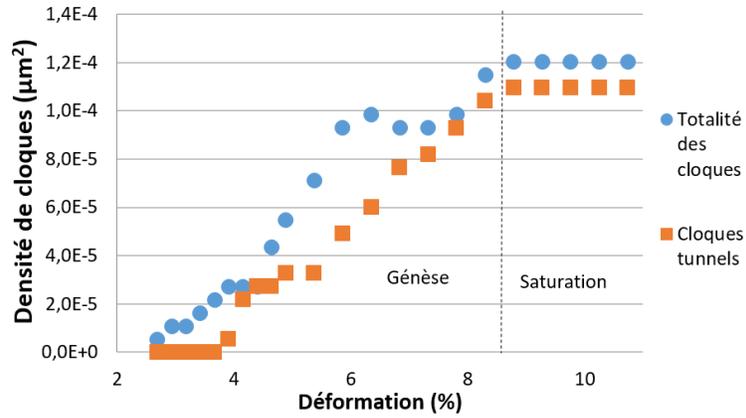
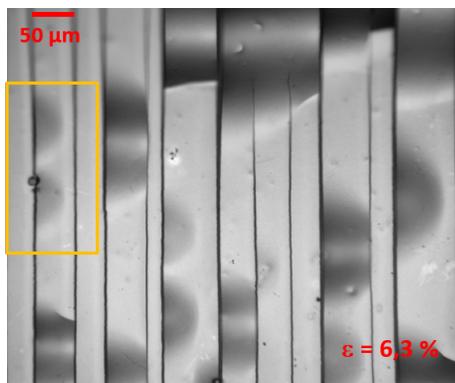
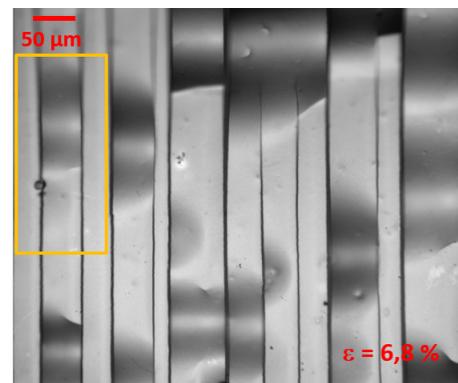


FIGURE 2.64 – Évolution de la densité de cloques au cours de l’essai, pour un film de 2,31 µm déposé sur un substrat de 25 µm.

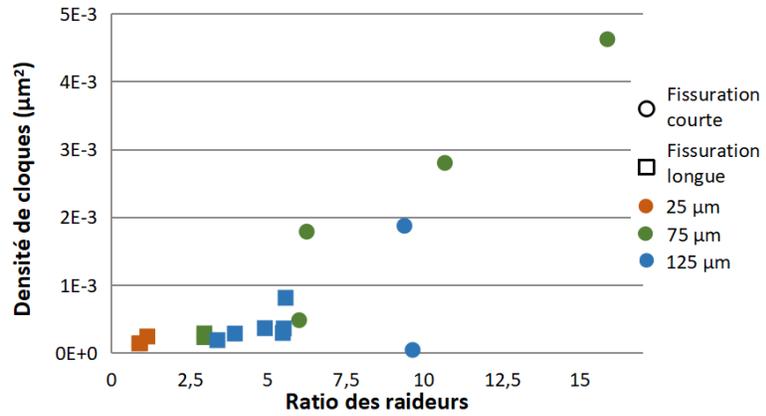


(a) Film déformé à 6,3 %, deux cloques dans le cadre jaune.

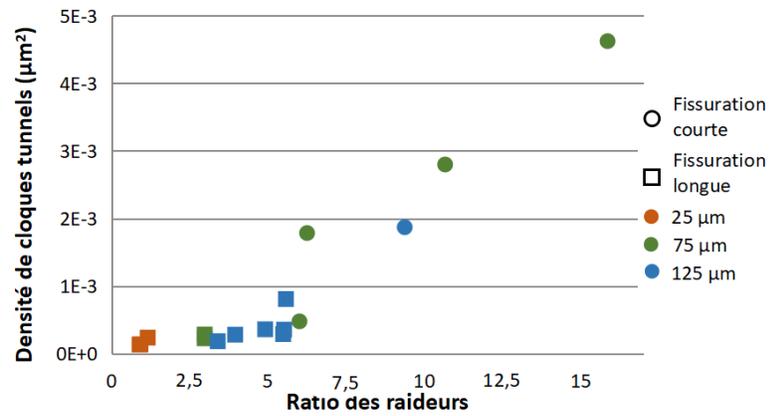


(b) Film déformé à 6,8 %, une cloque dans le cadre jaune.

FIGURE 2.65 – Formation d’une grosse cloque tunnel qui emporte la petite cloque à côté d’elle (cadre jaune).



(a) Totalité des cloques.



(b) Cloques tunnels.

FIGURE 2.66 – Évolution de la densité de cloque à saturation en fonction du ratio des raideurs.

1 μm pourraient s'expliquer par le fait que l'essai de traction n'ait pas été conduit assez loin en déformation et que l'évolution de la densité de cloques n'ait pas encore atteint la saturation.

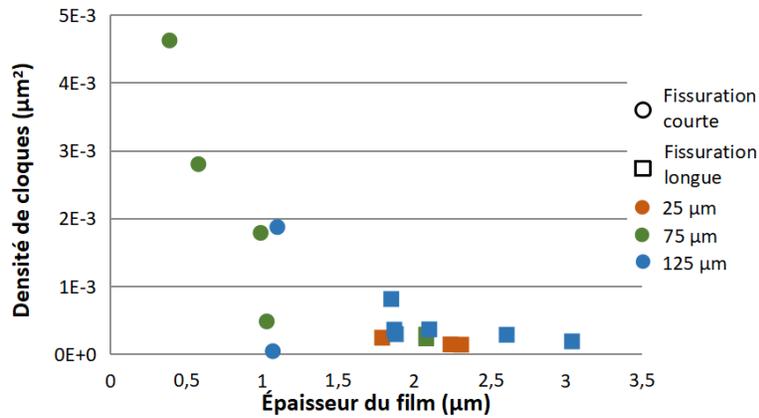


FIGURE 2.67 – Évolution de la densité de cloque à saturation en fonction de l'épaisseur du film.

Sur la Figure 2.68, le ratio entre la densité de cloques tunnels et la densité de cloques totales diminue avec le ratio des raideurs. Plus le film est fin, plus le ratio des raideurs est important et moins il y a de cloques traversantes.

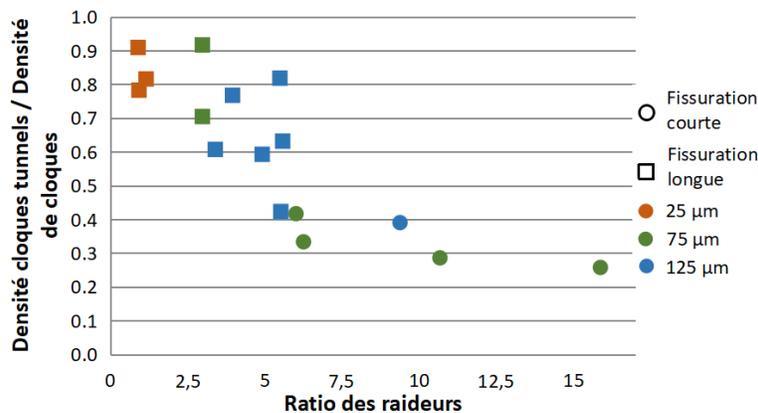


FIGURE 2.68 – Évolution du ratio de la densité de cloques tunnels sur la totalité des cloques en fonction du ratio des raideurs.

2.4.5 Bilan et questionnement

Dans cette partie, une analyse de suivi de cloque est réalisée sur deux types d'échantillons imprimés par sérigraphie seulement. Les échantillons imprimés par jet d'encre n'ont pas pu donner de résultats fiables, en raison de leur petite taille de cloques. Les deux types d'échantillons de sérigraphie sont constitués d'un film d'argent de 4,2 μm sur un substrat de 125 μm pour le type 1 et d'un film de 5,4 μm sur un substrat de 125 μm pour le type 2. Le deuxième type d'échantillon

a subi un recuit plus complexe, devant ainsi permettre une meilleure adhésion entre le film et le substrat. En effet l'analyse des tests montre que le film de type 2 flambe pour une déformation plus importante que le film de type 1, ce qui pourrait appuyer l'argument d'une meilleure adhésion. Par la suite, il semble intéressant de pouvoir caractériser précisément l'adhésion à l'interface entre le film et le substrat, c'est ce que nous allons essayer de faire dans le Chapitre 4.

Une analyse statistique est exécutée sur les essais de traction sous microscope optique réalisés sur les films déposés par jet d'encre sur des substrats de Kapton. Deux types de cloques peuvent se former sur les bords des fissures : des demi-cloques et des cloques tunnels, qui ont traversé la bande de film comprise entre deux fissures. Comme pour la fissuration, le flambement atteint une étape de saturation où aucune cloque ne se forme plus, elles se propagent alors progressivement en cloques tunnels, jusqu'à ce que le film soit complètement délaminé. La déformation de flambement et la densité des cloques augmentent lorsque le ratio des raideurs augmente et diminuent lorsque l'épaisseur du film augmente.

Conclusions

Dans ce chapitre dédié à la caractérisation, les matériaux à l'étude, à savoir le film de nanoparticules d'argent et le substrat de Kapton, sont tout d'abord analysés. Le comportement mécanique du substrat de Kapton est mesuré grâce à des essais de traction uniaxiale couplés à des mesures de champs de déformation par corrélation d'images. Les propriétés élastiques et plastiques du film d'argent sont ensuite mesurées par nanoindentation. Ces paramètres sont nécessaires pour l'utilisation de modèles, permettant de comprendre les phénomènes d'endommagement, qui sont la fissuration et le flambement.

Ensuite la partie suivante s'est intéressée à la caractérisation de la fissuration sur les échantillons imprimés par jet d'encre. La première observation révèle l'existence de deux régimes de fissuration : la fissuration longue et droite et la fissuration courte et en forme de zigzag. Le premier régime de fissuration long est rédhibitoire pour l'utilisation d'un système souple, puisque la propagation d'une fissure sur la largeur de l'échantillon entraîne l'ouverture du circuit électrique. Le second régime en zigzag détériore la capacité du circuit à transmettre le courant mais n'est pas rédhibitoire. Il est donc très important de comprendre l'origine de ces deux régimes. Le paramètre qui semble influencer l'apparition du régime est l'épaisseur du film. En effet pour des films ayant une épaisseur inférieure à $1,2\ \mu\text{m}$, la fissuration est courte alors que pour des échantillons ayant une épaisseur supérieure à $1,7\ \mu\text{m}$, elle est longue (aucun échantillon testé n'a une épaisseur comprise entre $1,2\ \mu\text{m}$ et $1,7\ \mu\text{m}$). *La première recommandation pour l'utilisation de films minces métalliques de nanoparticules d'argent déposés par jet d'encre est l'impression de lignes ayant une épaisseur fine inférieure à $1,2\ \mu\text{m}$.* Dans le Chapitre 3 suivant, un modèle tridimensionnel par éléments finis tentera d'expliquer l'origine de ces deux régimes.

Dans cette partie étudiant la fissuration, le paramètre important est l'espacement entre fissures. Ce paramètre est obtenu grâce à une analyse d'images réalisées au cours d'un essai de traction uniaxiale sous microscope optique. Cet espacement est important car il va permettre d'identifier un modèle représentant la fissuration d'un film dans le chapitre 3. *En outre, étant de l'ordre de grandeur de quelques dizaines de micromètres, l'espacement à saturation pour les films épais permet de définir des règles de conception. En effet si le motif imprimé à une taille inférieure à l'espacement entre fissures à saturation, il ne devrait pas s'endommager par fissuration.*

La dernière partie de ce chapitre étudie le phénomène de flambement du film engendré par la fissuration lors des essais de traction uniaxiale. Ces essais de traction sont réalisés sous un interféromètre optique, permettant ainsi le suivi de la propagation de la cloque de délaminage sur les échantillons imprimés par sérigraphie. Grâce à l'évolution de la taille de cloque expérimentale au cours de la déformation, un modèle tridimensionnel par éléments finis va permettre l'identification de l'énergie d'adhésion à l'interface entre le film et le substrat. Ce modèle, utilisant des éléments cohésifs à l'interface, est développé dans le dernier Chapitre 4.

Chapitre 3

Fissuration

Sommaire

3.1	Détermination du taux de restitution d'énergie	108
3.1.1	Calcul du taux de restitution d'énergie du film	108
3.1.2	Détermination de la distance de propagation Δa	109
3.1.3	Description du modèle éléments finis	110
3.1.4	Détermination du taux de restitution d'énergie	113
3.2	Analyse des deux régimes de fissuration	114
3.2.1	Observations des deux régimes de fissuration	114
3.2.2	Description du modèle éléments finis	116
3.2.3	Propagation d'une fissure dans les deux épaisseurs de film	119
3.2.4	Analyse	122
3.2.5	Conclusion partielle	123
3.3	Analyse de l'espacement entre fissures	123
3.3.1	Application du modèle de relaxation de contraintes	123
3.3.2	Description du modèle éléments finis bidimensionnel	126
3.3.3	Analyse du modèle bidimensionnel	127
3.3.4	Évolution de l'espacement entre fissures	129
3.3.5	Encadrement de l'espacement entre fissures à saturation	132
3.3.6	Conclusion partielle	133
	Conclusions	134

Dans ce chapitre, le phénomène de fissuration est étudié dans les films minces métalliques déposés sur substrats souples à partir des caractérisations effectuées dans le Chapitre 2 précédent. Ces mesures ont permis de montrer qu'il existe deux régimes de fissuration : la fissuration longue et droite et la fissuration courte en forme de zigzag. Il est important de comprendre l'origine de ces deux régimes. En effet le régime de fissuration longue est réhibitoire pour le bon fonctionnement d'un système souple, car il en résulte un circuit électrique ouvert. La configuration en zigzag détériore l'aptitude à conduire le courant mais n'est pas réhibitoire.

L'analyse de la fissuration, effectuée au Chapitre 2, a également permis d'obtenir l'évolution de l'espacement moyen entre fissures, paramètre clé de la fissuration puisqu'il permet de visualiser les trois étapes de la fissuration, à savoir la germination, la multiplication et la saturation. L'espacement entre fissures, en particulier lors des étapes de germination et de saturation, servira à identifier un modèle représentant la fissuration d'un film. De plus cette valeur à saturation pourrait être utilisée par les concepteurs de circuits afin de définir des motifs de circuits spécifiques dans le cas des fissures longues, où cette valeur atteint la vingtaine de micromètres. Pour les fissures courtes, l'espacement des fissures à saturation est bien plus faible (quelque microns), et n'offre pas de marge de manœuvre pour définir des motifs.

Dans un premier temps, les modèles analytiques existants sont utilisés avec les données expérimentales obtenues, afin de tenter d'expliquer les phénomènes observés. Cependant ces modèles seront mis en défaut et des simulations numériques par éléments finis seront développées, afin de tenir compte d'un comportement réaliste du substrat notamment. Ces simulations sont réalisées avec le logiciel de calcul ABAQUS. Dans ce chapitre, seuls les films imprimés par jet d'encre seront analysés.

Le chapitre s'organise comme suit. Dans une première partie, une méthode de calcul du taux de restitution d'énergie du film d'argent est présentée. Des essais de traction sous MEB permettent de déterminer précisément l'avancée d'une fissure dans le film pour un déplacement donné. Deux simulations tridimensionnelles permettent de calculer l'énergie des étapes avant et après avancée de la fissure, pour ensuite calculer le taux de restitution d'énergie.

La seconde partie s'attache à comprendre l'origine des deux régimes de fissuration, à savoir la fissuration longue et la fissuration courte. Pour cela la propagation d'une fissure dans des films de différentes épaisseurs est étudiée à l'aide d'éléments de zones cohésives, décrits dans le Chapitre 1 et permettant de décrire le procédé de fissuration.

La dernière partie permettra d'encadrer l'évolution de l'espacement entre fissures, jusqu'à saturation de la fissuration, en fonction des différentes épaisseurs de film et de substrats étudiées dans le Chapitre 2. Ainsi, un modèle bidimensionnel permettra d'étudier la répartition de contraintes dans le film au cours du chargement, afin d'estimer l'étendue de la région autour de la fissure où la relaxation de contraintes a lieu. Ce modèle permettra ainsi de déterminer l'évolution de l'espacement entre fissures en fonction de la déformation.

3.1 Détermination du taux de restitution d'énergie

Cette première partie présente un modèle tridimensionnel, permettant de calculer l'énergie emmagasinée du système avant et après avancée de la fissure. À partir de ces énergies, le taux de restitution d'énergie du film d'argent est évalué pour une déformation donnée. L'avancée de la fissure est déterminée grâce à des essais de traction *in situ* sous MEB.

3.1.1 Calcul du taux de restitution d'énergie du film

Le taux de restitution d'énergie correspond à l'énergie restituée par le film lorsqu'une fissure se propage et crée la surface libre supplémentaire dA . Dans le Chapitre 1, ce taux est défini pour un matériau élastique linéaire (dans le cas de la mécanique élastique linéaire de la rupture). Ici au vu des déformations étudiées, qui sont supérieures au pourcent, la plasticité des matériaux ne peut être négligée.

La mesure du taux de restitution d'énergie permettant de prendre en compte des effets non linéaires et par la suite un comportement élastique-plastique est le terme J , dont la définition s'écrit :

$$J = -\frac{d\Pi}{dA}, \quad (3.1)$$

avec Π l'énergie potentielle et dA l'incrément d'aire fissurée. L'énergie potentielle est définie par :

$$\Pi = U - F, \quad (3.2)$$

avec U l'énergie de déformation stockée dans le matériau et F le travail réalisé par les forces extérieures.

Si l'avancée de la fissure a lieu pour un déplacement constant, le travail des forces extérieures est nul et l'intégrale J est définie par :

$$J = -\frac{dU}{dA}. \quad (3.3)$$

Sur la Figure 3.1, deux configurations de la fissuration sont considérées : une configuration 1 avec une fissure de longueur a (en bleu) et une configuration 2 avec la même fissure, de longueur $a + \Delta a$, (en vert). Les courbes force-déplacement, jusqu'à un déplacement imposé u_1 , pour les deux configurations, sont présentées sur la Figure 3.2. La fissure s'étant davantage propagée dans la configuration 2, la rigidité du système film fissuré + substrat de cette configuration est plus faible. Ainsi, la force nécessaire pour atteindre le déplacement u_1 pour la configuration 2 est plus faible que celle pour la configuration 1. L'énergie U de chaque configuration correspond à l'aire sous la courbe force-déplacement jusqu'au déplacement u_1 : U_1 l'énergie de la configuration 1 (aire en bleu) et U_2 l'énergie de la configuration 2 (aire en vert). La variation d'énergie, due à la propagation de la fissure, entre ces deux configurations est donc la différence entre les deux énergies $\Delta U = U_2 - U_1$ et correspond à l'aire hachurée en rouge et bleu sur la Figure 3.2. En supposant la fissure traversant l'épaisseur du film, la variation de la surface de propagation dA est égale à la distance de propagation

de la fissure Δa multipliée par l'épaisseur du film e_f .

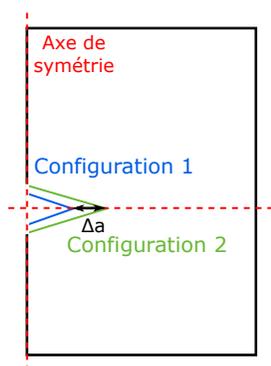


FIGURE 3.1 – Propagation d'une fissure de Δa .

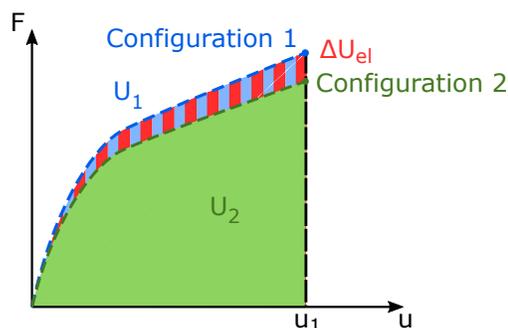


FIGURE 3.2 – Principe du calcul du taux de restitution d'énergie.

Le taux de restitution d'énergie J peut alors être approximé par l'Équation 3.4 :

$$J = -\frac{U_2 - U_1}{\Delta a \times e_f}. \quad (3.4)$$

Pour un film d'une épaisseur e_f connue déposé sur un substrat, connaissant la distance de propagation Δa entre deux configurations ainsi que l'énergie de chaque configuration et en émettant l'hypothèse que la fissure se propage dans toute l'épaisseur du film, le taux de restitution d'énergie peut être calculé. Pour notre étude, les énergies de chaque configuration sont déterminées à l'aide d'un modèle tridimensionnel éléments finis et la propagation de la fissure par un essai de traction *in situ* sous MEB.

3.1.2 Détermination de la distance de propagation Δa

Pour déterminer la distance de propagation Δa , des essais de traction avec un film pré-fissuré sont réalisés sous MEB. Ces essais de traction sont décrits dans la partie suivante, puis dans une seconde partie, les deux configurations de propagations sont présentées.

3.1.2.1 Essais de traction sous MEB

Les essais de traction sont réalisés sur une micro-platine Gatan avec un capteur de force de 200 N, à une vitesse de déformation de $8,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Afin d'effectuer des observations *in situ* de la fissuration, la platine de traction est installée dans un MEB (Figure 3.3).

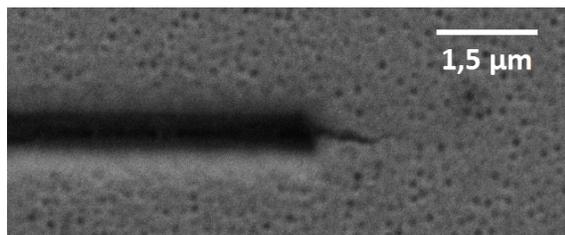
Une image est acquise tous les $\Delta \varepsilon = 0,05 \%$ de déformation, correspondant ainsi à une élongation de 0,01 mm pour des échantillons ayant une longueur utile de 20 mm. Le test est réalisé jusqu'à 2% de déformation, au cours duquel 40 images sont acquises.



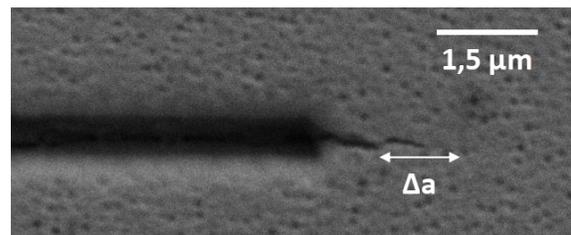
FIGURE 3.3 – Essai de traction *in situ* sous un MEB.

3.1.2.2 Définition des deux configurations de propagation

Les essais de traction, décrits dans le paragraphe précédent, sont réalisés pour un film d'argent de $1,1\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, déposé par jet d'encre, sur un substrat de $125\ \mu\text{m}$. Une pré-fissure est réalisée au FIB et permet de contrôler le lieu de propagation de la fissure. Les deux configurations de propagation de la fissure, servant à calculer le taux de restitution d'énergie, sont présentées sur la Figure 3.4. La configuration 1 correspond au film étiré jusqu'à $1,1\%$ de déformation (Figure 3.4a). La configuration 2 correspond à une avancée de la fissure de $\Delta a = 1,2\ \mu\text{m}$, pour une déformation du film de $1,4\%$ (Figure 3.4b). L'avancée de la fissure est mesurée à l'aide du logiciel de traitement d'images ImageJ.



(a) Image pour un film déformé de $1,1\%$: configuration 1.



(b) Image pour un film déformé de $1,4\%$: configuration 2. Avancée de la fissure : $\Delta a = 1,2\ \mu\text{m}$.

FIGURE 3.4 – Deux images MEB, d'un film de $1,1\ \mu\text{m}$ d'argent déposé sur un substrat de Kapton de $125\ \mu\text{m}$, prises à deux déformations différentes.

3.1.3 Description du modèle éléments finis

Dans ce paragraphe, le modèle éléments finis servant à calculer l'énergie potentielle de chaque configuration est détaillé. Pour rappel, ces simulations sont réalisées grâce au logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS. Deux simulations sont donc réalisées : une première pour la configuration 1 et une seconde pour la configuration 2 avec une fissure plus grande de $\Delta a = 1,2\ \mu\text{m}$. Ces deux simulations sont réalisées pour une même déformation imposée de $1,4\%$.

Géométrie du modèle et conditions aux limites Le modèle tridimensionnel éléments finis, de taille $L_x \times L_y$ de $500 \times 500 \mu\text{m}$ de large, est composé d'un film de $1,1 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125 \mu\text{m}$ (Figure 3.5). Ce modèle est créé à partir d'un seul bloc dans lequel les différentes parties, à savoir le film et le substrat, sont découpées.

Sur la Figure 3.1, deux axes de symétrie sont définis : un le long de la fissure et un perpendiculairement à la fissure. Seulement un quart du système total est nécessaire à la modélisation d'un film fissuré sur un substrat. Deux conditions de symétrie sont donc implémentées, selon la direction x dans le plan $x = 0$, $u_x = 0$, et selon la direction y dans le plan $y = 0$, $u_y = 0$. Les déplacements de l'arête en $y = 0$ et $z = 0$, en bleu sur la figure, sont bloqués selon la direction z ($u_z = 0$).

Selon la direction x , dans le plan $y = 0$, la fissure est modélisée par un bord libre et le front de fissure est bloqué selon la direction x . Pour la configuration 1, la fissure mesure $a_1 = 50 \mu\text{m}$, et pour la configuration 2, $a_2 = 51,2 \mu\text{m}$. Le modèle total est dix fois plus grand que la taille de la fissure afin que la déformation soit homogène loin de celle-ci et que les effets de bord soient ainsi évités.

Pour calculer le taux de restitution d'énergie, les deux simulations sont chargées avec le même déplacement. Ce déplacement $u_{y \text{ imposé}}$, égal à $7,0 \mu\text{m}$, correspond à une déformation $1,4\%$ et est imposé sur le plan $y = L_y$, selon la direction y pour les deux modèles.

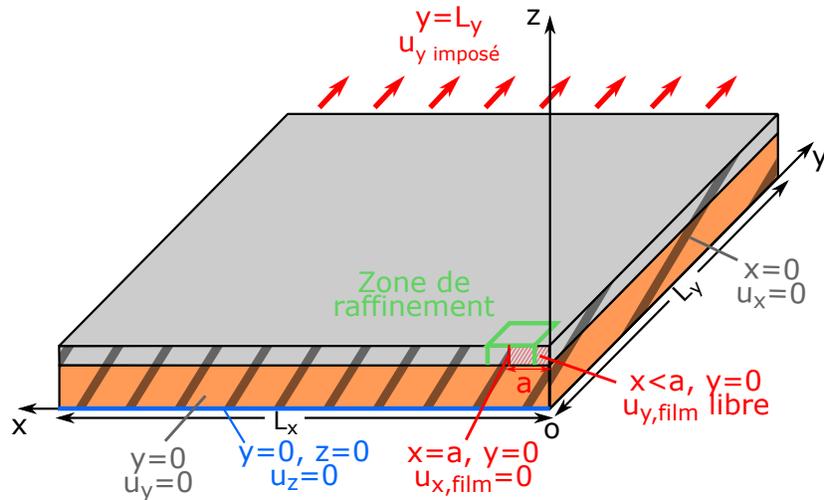


FIGURE 3.5 – Schéma du modèle tridimensionnel éléments finis.

Propriétés des matériaux Les deux matériaux sont définis avec un comportement élastoplastique. En effet même si la déformation imposée est faible, d'importantes concentrations de contraintes sont présentes au voisinage de la fissure entraînant la plasticité du film et du substrat.

La loi élastoplastique du Kapton est identifiée à partir des essais de traction couplés aux calculs de corrélation d'images, présentés dans la partie 2.1, du Chapitre 2. La courbe contrainte vraie-déformation vraie est présentée sur la Figure 3.6. La contrainte vraie est définie par $\sigma_{vraie} = \sigma_n(1 + \varepsilon_n)$ et la déformation vraie par $\varepsilon_{vraie} = \ln(1 + \varepsilon_n)$, avec σ_n la contrainte nominale et ε_n la déformation nominale. Pour faciliter les calculs numériques, une prolongation linéaire de la courbe est réalisée.

Ce point, placé linéairement à la suite des autres, permet d'autoriser des déformations importantes dans le substrat au niveau de la pointe de fissure notamment.

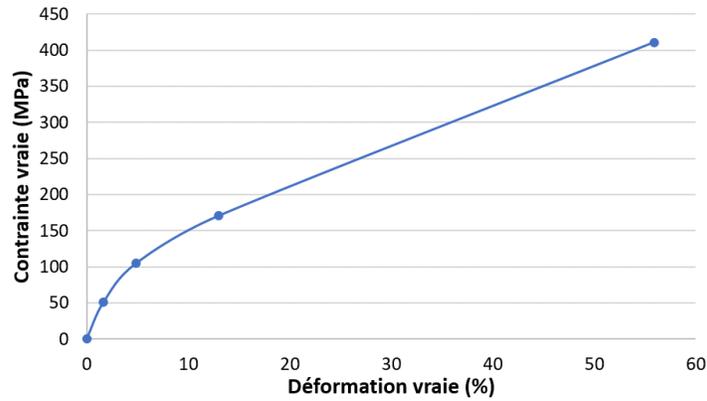


FIGURE 3.6 – Courbe de contrainte vraie-déformation vraie du substrat de Kapton.

Pour définir la loi de comportement élastoplastique de l'argent, les mesures de nanoindentation, présentées à la section 2.2.1.3 du Chapitre 2, ont permis d'obtenir les propriétés élastiques et plastiques du film d'argent, à savoir un module d'Young de 36 GPa (pour un coefficient de Poisson de 0,3), une limite d'élasticité de 270 MPa et un coefficient d'écrouissage de 0,11. En prenant la loi de Krupkowski, le comportement élastoplastique de l'argent est calculé par l'Équation 3.5 et tracé sur la Figure 3.7.

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon & \text{pour } \varepsilon \leq \varepsilon_e, \\ \sigma = K\varepsilon_{tot}^n & \text{pour } \varepsilon \geq \varepsilon_e, \end{cases} \quad \text{avec } \varepsilon = \frac{\sigma_y}{E} \text{ et } K = \varepsilon^n \sigma_y^{1-n}. \quad (3.5)$$

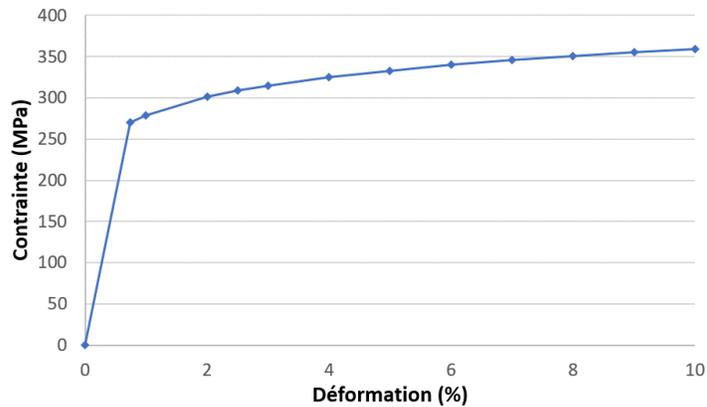


FIGURE 3.7 – Courbe contrainte-déformation du film d'argent.

Maillage Une zone raffinée est définie dans la proximité de la pointe de fissure où les gradients des contraintes sont observés. Cette zone est représentée par le carré vert sur la Figure 3.5. Les éléments de cette zone raffinée mesurent 0,1 μm de côté, alors que les éléments éloignés de cette zone mesurent

50 μm . Des éléments tétraogonaux à interpolation quadratique sont utilisés pour mailler le film et le substrat.

Calcul de l'énergie Pour chaque configuration de calcul, l'énergie totale du système est calculée. Sur l'ensemble des parties, film et substrat, l'énergie élastique et l'énergie plastique de déformation sont extraites pour chaque élément. La somme des énergies emmagasinées de chaque élément correspond alors à l'énergie totale du système. Il faut ensuite appliquer l'Équation 3.4 pour obtenir le taux de restitution d'énergie.

3.1.4 Détermination du taux de restitution d'énergie

Une étude à la sensibilité du maillage est réalisée. La variation du taux de restitution d'énergie calculée en fonction du nombre d'éléments dans le modèle est tracée sur la Figure 3.8. Pour augmenter le nombre d'éléments dans le modèle, la zone raffinée (en verte sur la Figure 3.5) augmente progressivement de 3 μm de côté à 5 μm , par incrément de 0,5 μm à chaque fois. Le taux de restitution d'énergie J diminue lorsque le nombre d'éléments augmente, passant de 18 à 16 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$. À partir de $1,2 \times 10^6$ éléments, ce taux se stabilise pour atteindre une valeur moyenne de 16,13 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$, avec un écart type de 0,025 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$.

Un second calcul a été réalisé pour une déformation imposée de 1,1 % pour la configuration 1 et 2 de fissuration. Ce calcul, réalisé avec un nombre d'éléments de $0,7 \times 10^6$, permet de déterminer un taux de restitution d'énergie J de 14 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$. Cette valeur est proche de la valeur calculée à 1,4 % de déformation et permet donc de valider l'ordre de grandeur de J .

Ce taux de restitution d'énergie J est ensuite utilisé dans les modèles suivants comme étant l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure dans le film.

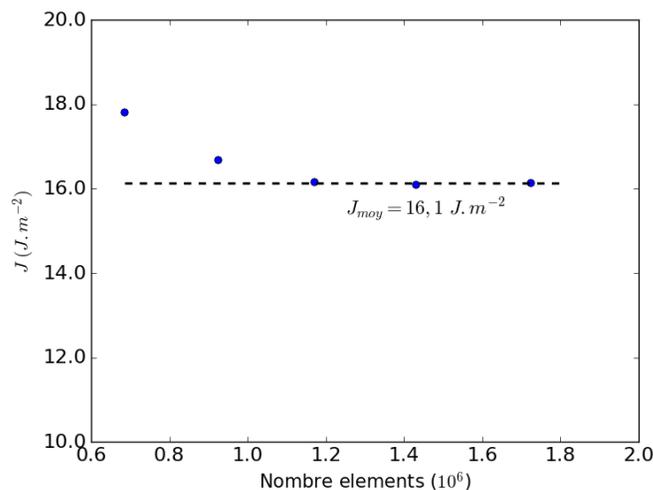


FIGURE 3.8 – Évolution de l'intégrale J en fonction du nombre d'éléments dans le modèle.

3.2 Analyse des deux régimes de fissuration

Les observations des essais de traction sous microscope optique réalisées au Chapitre 2 ont montré l'existence de deux régimes de fissuration. Pour des films ayant un ratio des raideurs (voir la définition dans le Chapitre 2 par l'Équation 2.7) supérieur à 6, soit une épaisseur de film inférieure à $1,2\ \mu\text{m}$, la fissuration courte et en zigzag a été observée dans le chapitre précédent. Pour les films ayant un ratio inférieur à 6, soit une épaisseur supérieure à $1,7\ \mu\text{m}$, la fissuration est longue et droite.

Ces deux régimes ont été observés dans différentes études réalisées par l'équipe de Cordill [80, 81, 76], pour des films de titane et de cuivre sur des substrats de polyimide. Cependant leurs observations étaient contraires à celle de cette étude : pour les films minces, la fissuration est longue et pour les films épais, elle est courte. Les épaisseurs de films, étudiées par Cordill, sont comprises entre 8 et 200 nm. L'auteur justifie ces observations par un changement de comportement du film en fonction de l'épaisseur, passant d'un comportement fragile pour les films minces à un comportement ductile pour les films plus épais. Pour les films minces, le comportement fragile de la couche d'oxyde formée au-dessus des films de titane prédomine. Ces épaisseurs sont bien plus faibles que les épaisseurs étudiées dans ce travail, où elles varient de $0,4$ à $3\ \mu\text{m}$. Ces études, détaillées dans le Chapitre 1 au paragraphe 1.3.2, ne permettent donc pas d'expliquer les deux régimes pour les épaisseurs de films à l'étude ici.

Pour des films en alliage aluminium cuivre déposés sur un substrat de Kapton, Macionczyk [82] a, quant à lui, observé le même comportement de fissuration, que celui observé dans cette étude ; des fissures longues pour des films ayant une épaisseur supérieure à $1,5\ \mu\text{m}$ et des fissures courtes pour des films ayant une épaisseur inférieure. Il justifie l'existence des deux régimes par le changement de comportement mécanique du film, dû à une augmentation de la taille de grains avec l'épaisseur du film.

Les coupes FIB réalisées dans les échantillons à l'étude ici, ne permettent pas de montrer un changement de morphologie en fonction de l'épaisseur du film. Il est donc supposé que le comportement mécanique du film est indépendant de l'épaisseur du film. Contrairement aux études précédentes, dans cette section, les effets géométriques, à savoir l'influence de l'épaisseur du film, seront étudiés afin de justifier les deux régimes.

Le régime de fissuration longue est caractérisé par une propagation brutale des fissures, qui traversent complètement la largeur des échantillons (Figure 3.9). Dans le régime de fissuration courte par contre, les fissures se propagent progressivement (Figure 3.10).

3.2.1 Observations des deux régimes de fissuration

Les essais de tractions sous microscope optique des films métalliques, déposés par jet d'encre, décrits dans la partie 2.3 du chapitre précédent, ont permis d'observer les deux régimes de fissuration. La Figure 3.11 montre ces deux régimes à $8,9\%$ de déformation, pour un film de $2\ \mu\text{m}$ (Figure 3.11a) avec des fissures longues et pour un film de $0,4\ \mu\text{m}$ (Figure 3.11b) avec des fissures courtes. Les deux films sont déposés sur un substrat de $75\ \mu\text{m}$. Ces deux échantillons sont choisis parmi les vingt testés

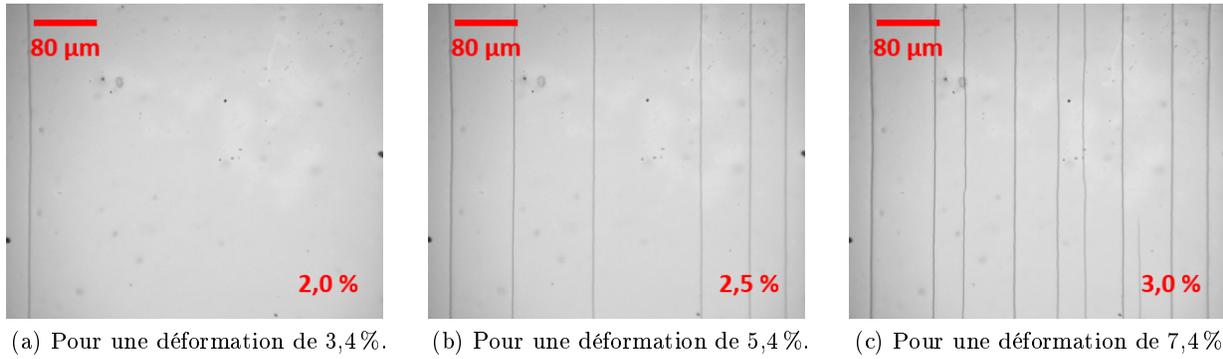


FIGURE 3.9 – Propagation de la fissuration longue dans un film de 2,0 μm sur un substrat de 75 μm .

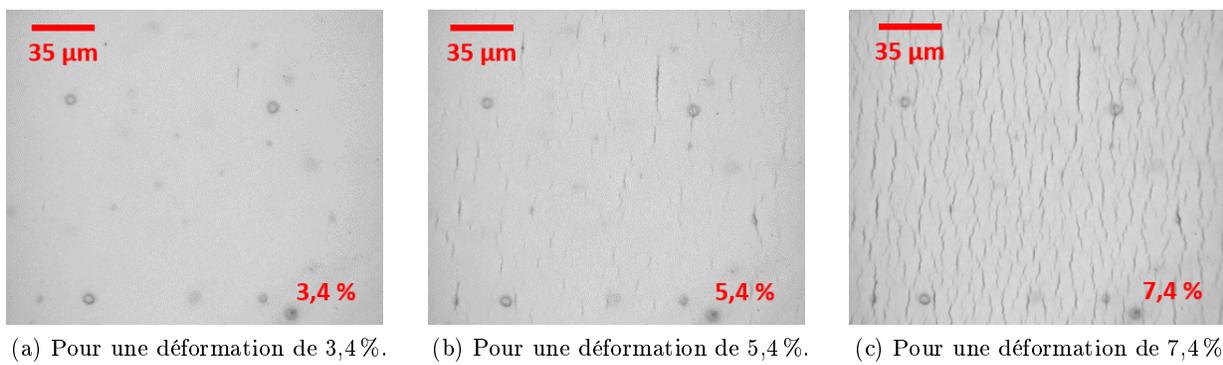
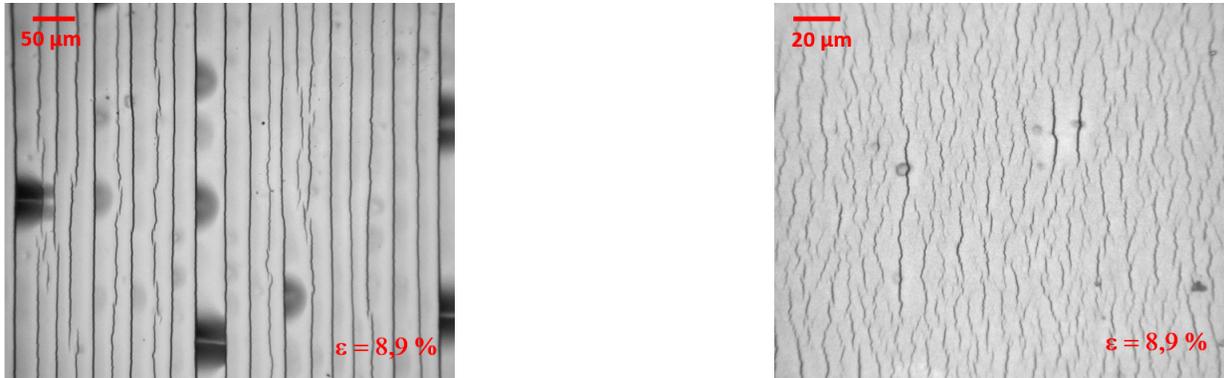


FIGURE 3.10 – Propagation de la fissuration courte dans un film de 0,4 μm sur un substrat de 75 μm .

en traction, car ils sont représentatifs des deux régimes et sont déposés sur la même épaisseur de substrat.

Pour chaque épaisseur de film, deux essais de tractions sont réalisés. Les deux épaisseurs de film fissurent en moyenne pour la même valeur de 2,25 % de déformation. Dans le Chapitre 2, des coupes FIB montrent que dans les deux cas, les fissures traversent l'épaisseur du film (Figure 2.36). Ces deux exemples de films sont modélisés dans la suite de cette partie, afin d'étudier si ces deux régimes peuvent être mis en évidence.



(a) Fissuration longue et droite dans un film de 2 μm sur un substrat de 75 μm .

(b) Fissuration courte et en zigzag dans un film de 0,4 μm sur un substrat de 75 μm .

FIGURE 3.11 – Les deux régimes de fissuration observés au cours des essais de traction pour une déformation imposée de 8,9 % dans les deux cas.

3.2.2 Description du modèle éléments finis

Dans ce paragraphe, le modèle éléments finis permettant d'étudier la propagation d'une fissure dans le film, à l'aide des éléments de zones cohésives, est présenté. Pour ce modèle, l'influence des fissures voisines sur la propagation de la fissure est prise en compte. Cet effet est étudié juste avant l'étape de saturation et appelé écrantage. Ainsi un bloc avec un film fissuré de part et d'autre est modélisé.

Géométrie du modèle Le modèle tridimensionnel est constitué d'un film d'argent, d'une épaisseur variable de 2,0 ou 0,4 μm , déposé sur un substrat de Kapton de 75 μm d'épaisseur. Afin de modéliser la propagation de la fissure dans le film, une zone cohésive, traverse le film en son milieu (voir schéma Figure 3.12). Le modèle mesure $L_y = 250 \mu\text{m}$ selon la direction y , afin de limiter les effets de bord sur la propagation de la fissure. La taille du modèle selon x , appelé L_x , est égale à 10 % de plus que deux fois l'espacement moyen à saturation $\lambda_{sat\ moyen}$, soit 60 μm pour le film de 2,0 μm et 12 μm pour le film de 0,4 μm . Une valeur légèrement supérieure à la valeur de l'espacement à saturation est prise afin d'être certain que la fissure se propage.

Ce modèle est créé à partir d'un seul bloc dans lequel les différentes parties, à savoir le film, la zone cohésive et le substrat, sont découpées. Pour assurer que la propagation de la fissure s'amorce

à partir du plan $y = 0$, deux artifices sont appliqués. Le premier consiste à définir au bord du plan $y = 0$ un parallélépipède rectangle de $0,1\ \mu\text{m}$ de large, d'une longueur variable (de $0,5$ à $10\ \mu\text{m}$) et traversant l'épaisseur du film, qui est ensuite découpé puis vidé de matière. Ce trou représente un défaut dans le film, sur lequel peut germer une fissure. La longueur du parallélépipède correspond à la taille du défaut et son influence est étudiée ci-dessous. Pour le second artifice, un petit morceau de film est ajouté de l'autre côté du modèle au bout de la zone cohésive, afin d'empêcher la propagation du film de ce côté.

Conditions aux limites Dans le plan $x = 0$, les déplacements du substrat sont bloqués selon x ($u_{x\text{ substrat}} = 0$). Dans le plan $x = L_x$, un déplacement $u_{x\text{ imposé}}$ uniforme est imposé au substrat seulement et correspond à une déformation de $3,5\ \%$ pour le film de $2,0\ \mu\text{m}$ et de $7,0\ \%$ pour le film de $0,4\ \mu\text{m}$. Cette déformation est suffisante dans les deux cas pour observer la propagation de la fissure.

Selon la direction y , un plan de symétrie est imposé au plan $y = 0$ ($u_y = 0$) et une condition de périodicité est définie sur le plan $y = L_y$. L'arrête en $x = 0$ et $z = 0$, en vert sur la figure, est bloquée selon la direction z ($u_z = 0$) et l'arrête en $x = 0$ et $z = 0$, en bleu, est bloquée selon la direction y ($u_y = 0$).

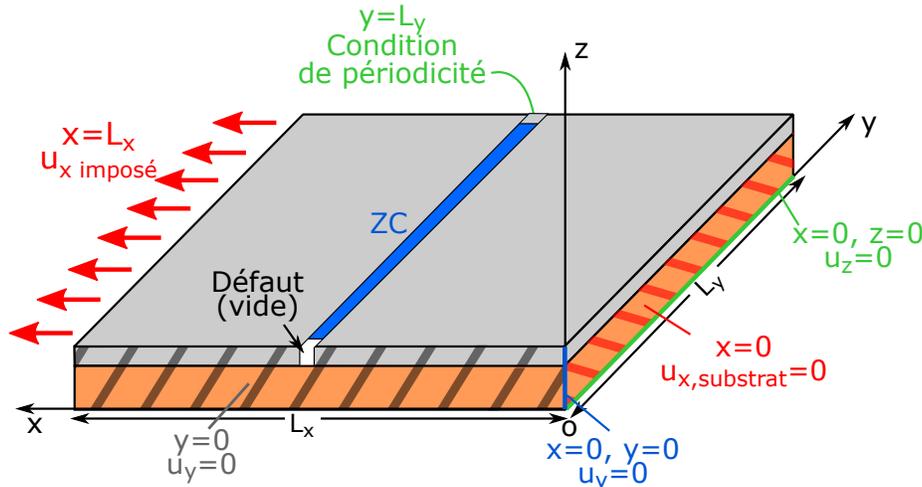


FIGURE 3.12 – Modèle tridimensionnel de fissuration dans le film.

Propriétés des matériaux Pour cette étude, les lois élastoplastiques, présentées dans la partie précédente, sont utilisées pour modéliser le film et le substrat (Figure 3.6 et 3.7).

Paramètres de la zone cohésive La loi de traction-séparation cohésive, implémentée par Camanho [96] sous ABAQUS, est une loi bilinéaire. Cette loi, détaillée dans le Chapitre 1 dans la partie 1.4, est décrite à l'aide des paramètres cohésifs suivants : T_{max} la contrainte critique à partir de laquelle la décohésion est amorcée, δ_{max} l'ouverture critique pour laquelle une fissure est créée

localement et G_c le taux de restitution d'énergie (Figure 3.13). Ces paramètres sont reliés entre eux par l'Équation 3.6 suivante, permettant ainsi de décrire complètement la loi avec seulement deux paramètres :

$$G_c = \frac{T_{max}\delta_{max}}{2} \quad (3.6)$$

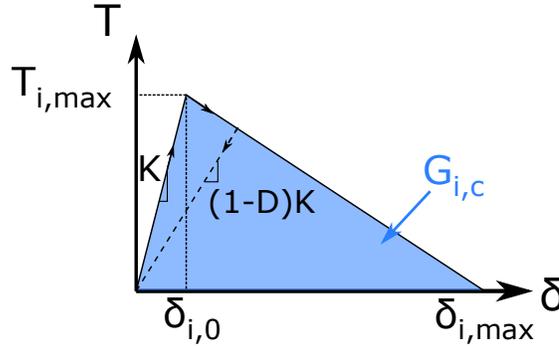


FIGURE 3.13 – Loi de traction-séparation cohésive bilinéaire.

Pour la configuration étudiée, la propagation de la fissure dans le film a lieu selon le mode I. Cependant afin de favoriser ce mode d'ouverture et de limiter les effets du cisaillement, la contrainte critique à l'amorçage de la décohésion dans la direction tangentielle $T_{t,max}$ est égale à 10 fois la contrainte critique normale $T_{n,max}$.

L'amorçage est gouverné par un critère de la forme suivante :

$$\left(\frac{T_n}{T_{n,max}}\right)^2 + \left(\frac{T_t}{T_{t,max}}\right)^2 = 1, \quad (3.7)$$

avec T_n et T_t les composantes normales et tangentielles du vecteur de traction sur le plan de la surface cohésive.

Le critère de rupture de l'élément est quant à lui choisi en énergie, indépendant de la mixité modale. Une fissure apparaît localement lorsque l'aire sous la courbe de traction-séparation atteint le taux de restitution d'énergie G_{Ic} .

Les deux paramètres utilisés pour décrire la loi cohésive sont le taux de restitution d'énergie G_{Ic} et la contrainte critique T_{max} . Puisque le taux de restitution d'énergie du film a été calculé dans la partie précédente, cette valeur est utilisée dans la loi cohésive et est égale à $G_{Ic} = 16 \text{ J.m}^{-2}$. La contrainte de traction critique T_{max} est calculée, pour une déformation de 2,25 %, correspondant à l'apparition de la première fissure dans ces films, à partir de la loi élastoplastique du film et est égale à 310 MPa.

Afin de limiter les instabilités d'ordre numérique liées à l'utilisation des zones cohésives, une régularisation visqueuse doit être introduite. La théorie de la régulation visqueuse n'est pas présentée dans ce manuscrit, mais des calculs préliminaires ont montré que ce paramètre visqueux doit être

inférieur ou égal au pas de calcul, afin d'obtenir la loi cohésive implémentée. Pour ce modèle, il est choisi comme étant égal au pas de calcul du modèle, c'est-à-dire à 1.10^{-3} .

Maillage Une zone de raffinement du maillage est présente autour de la zone cohésive, permettant de mailler la zone cohésive avec des éléments briques à interpolation linéaire ayant une longueur variant de $0,5\ \mu\text{m}$ à $1\ \mu\text{m}$ et une hauteur de $0,2\ \mu\text{m}$. Le film de $0,4\ \mu\text{m}$ contient donc 2 éléments de zone cohésive en hauteur et celui de $2,0\ \mu\text{m}$ en contient 10.

Le film et le substrat sont tous les deux maillés avec des éléments tétraogonaux à interpolation quadratique, raffinés autour de la zone cohésive et très relâchés sur les bords du modèle.

Extraction de la propagation de la fissure Afin d'extraire la propagation de la fissure, il faut tout d'abord définir lorsqu'un élément est complètement rompu. Pour cela, la traction dans l'élément cohésif est extraite. Lorsque la traction de l'élément dans la direction normale est inférieure à 1 % de la valeur maximale de contrainte $T_{n,max}$, l'élément est considéré comme rompu. Le critère de rupture est donc décrit par l'Équation 3.8 suivante :

$$\frac{T_n}{T_{n,max}} < 1\% \quad (3.8)$$

Ensuite le critère de propagation de la fissure est défini comme suit : si tous les éléments dans la hauteur du film sont complètement rompus, c'est-à-dire qu'ils vérifient l'Équation 3.8, alors la fissure est considérée comme ouverte sur une distance égale à la longueur de l'élément rompu. Pour considérer que la fissure se propage, il faut de plus que tous les éléments rompus soient adjacents.

3.2.3 Propagation d'une fissure dans les deux épaisseurs de film

Dans ce paragraphe, plusieurs études sur la propagation d'une fissure sont présentées. La première permet de définir la taille du défaut, puis la propagation d'une fissure dans les deux épaisseurs de film est comparée et enfin l'influence de l'écrantage sur la propagation de la fissure est analysée.

3.2.3.1 Influence de la taille du défaut

Dans cette étude, l'influence de la taille du défaut, depuis lequel se propage la fissure, est étudiée.

Pour le film de $2,0\ \mu\text{m}$ Cinq tailles de défauts sont testées pour le film épais de $2,0\ \mu\text{m}$: $0,5\ \mu\text{m}$, $2\ \mu\text{m}$, $4\ \mu\text{m}$, $10\ \mu\text{m}$ et $20\ \mu\text{m}$. L'évolution de la propagation de la fissure en fonction de la déformation est tracée sur la Figure 3.14a. Quel que soit la taille du défaut, la propagation des fissures suit la même tendance, sauf pour le défaut de $0,5\ \mu\text{m}$, dont la propagation se détache légèrement des autres courbes. La Figure 3.14b est un zoom de la figure précédente, au niveau de la déformation pour laquelle la fissure commence à se propager. La déformation de fissuration diminue et tend vers $0,8\%$

lorsque la taille du défaut augmente. Cette déformation de fissuration de 0,8 % est atteinte pour les défauts de 10 μm et 20 μm .

Un défaut de 10 μm , correspondant à cinq fois l'épaisseur du film, est choisi dans la suite du calcul. En effet le défaut de 20 μm étant égal à 10 % de la taille de boîte de calcul, les effets de bords, dus à la face opposée en $x = x_{size}$, ne pourront plus forcément être négligés.

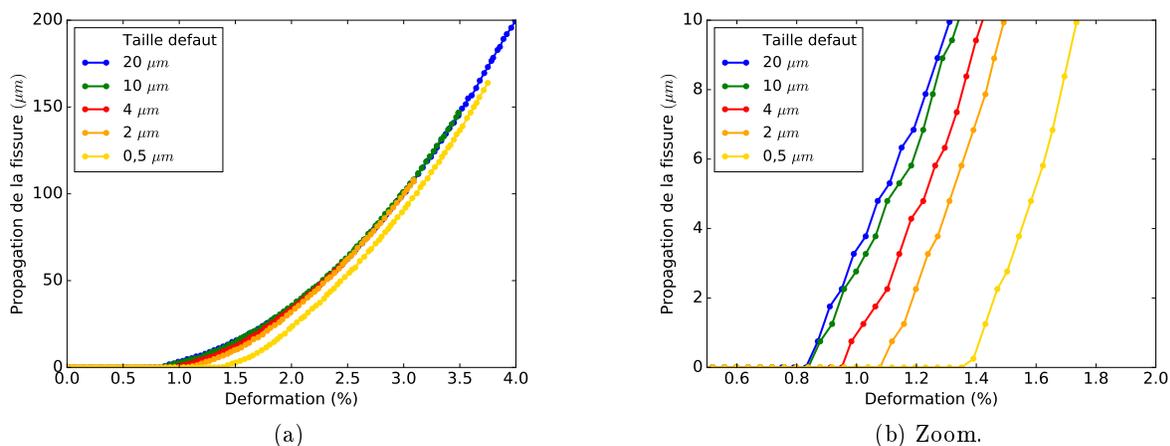


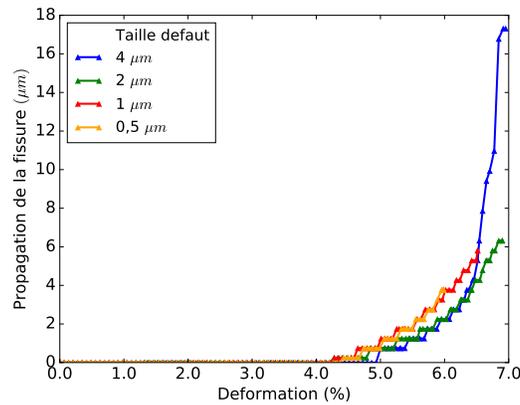
FIGURE 3.14 – Influence de la taille du défaut sur la propagation de la fissure pour le film de 2,0 μm .

Pour le film de 0,4 μm Quatre tailles de défauts sont testées pour le film mince de 0,4 μm : 0,5 μm , 1 μm , 2 μm et 4 μm . L'évolution de la propagation d'une fissure en fonction de la déformation est tracée sur la Figure 3.15. Contrairement au cas du film épais, la déformation de fissuration augmente lorsque la taille du défaut augmente et tend vers 5 %. Pour des fissures inférieures à 6 μm , les courbes de propagation ont sensiblement la même tendance. Lorsque la fissure dépasse les 6 μm , la propagation de la fissure devient plus brutale pour le défaut de 4 μm . Ce comportement n'étant pas observé pour les trois autres tailles de défauts et afin d'être cohérent avec le choix de la taille du défaut pour le film épais, un défaut étant égal à cinq fois l'épaisseur du film, soit de 2 μm , est défini pour le film de 0,4 μm .

3.2.3.2 Comparaison de la propagation dans les deux épaisseurs de films

La propagation d'une fissure dans les deux épaisseurs de film est comparée sur la Figure 3.16. Sur la Figure 3.16a, la propagation de la fissure est tracée en fonction de la déformation depuis le début du calcul. Cette figure permet de montrer que la déformation de fissuration est beaucoup plus importante pour le film mince que pour le film épais. Les fissures se propageant sur des défauts ayant une taille relativement importante et dans un modèle déjà fissuré, la déformation pour laquelle se propage une fissure ne peut être comparée à la déformation critique de fissuration des films ε_r .

Sur la Figure 3.16b, pour chaque fissure, la propagation est tracée en fonction de la déformation depuis le début de la fissuration. Cette figure permet de comparer le taux de propagation pour les

FIGURE 3.15 – Influence de la taille du défaut sur la propagation de la fissure pour le film de 0,4 μm .

deux épaisseurs de film. Le taux de propagation de la fissure, correspondant à la variation de la propagation sur la variation de la déformation, est beaucoup plus important pour le film épais que pour le film mince.

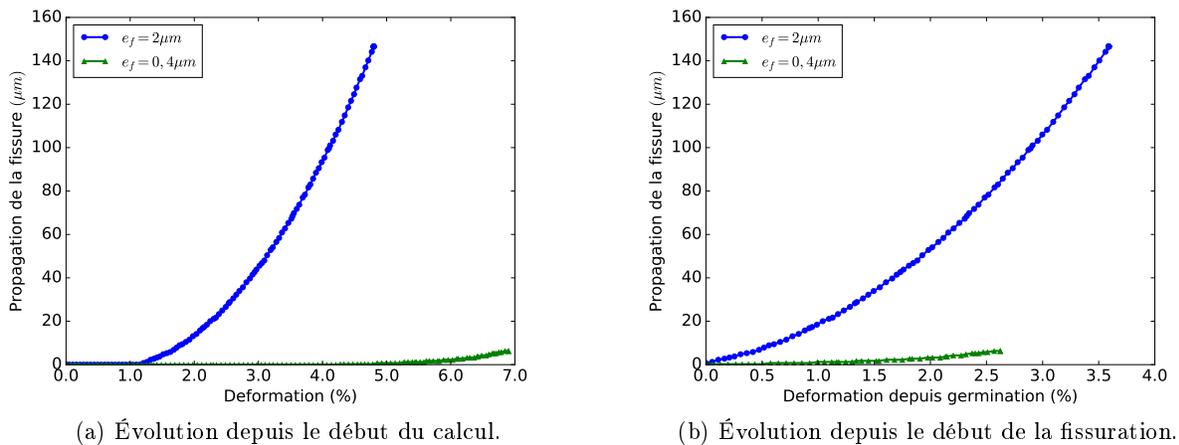


FIGURE 3.16 – Influence de l'épaisseur du film sur la propagation de la fissure.

3.2.3.3 Étude du cas correspondant à la propagation de la première fissure dans le film

La première partie de l'étude présentait la modélisation de la propagation d'une fissure dans un bloc de film fissuré mesurant un peu plus de deux fois l'espacement moyen entre fissures à saturation, c'est-à-dire pour une configuration proche de la saturation. Dans ce cas, la fissure crée deux blocs ne pouvant théoriquement plus être fissurés. Ce premier cas est appelé cas « avec écrantage ». Des calculs complémentaires ont été effectués pour une configuration correspondant à un film non fissuré. Ce second cas est appelé cas « sans écrantage » et correspond aux conditions aux limites suivantes.

Un calcul est réalisé avec une boîte de taille $L_x = 200 \mu\text{m}$ avec le déplacement en L_x et la symétrie en $x = 0$ également imposée au film. Les autres conditions sont identiques aux calculs avec écrantage.

Les propagations avec et sans écrantage pour le film épais et le film mince sont ensuite comparées sur la Figure 3.17. L'écrantage ne change pas beaucoup la déformation de fissuration pour le film épais, mais pour le film mince la déformation de fissuration est plus importante avec écrantage (Figure 3.17a). Le film étant déjà fissuré dans le cas du modèle avec écrantage, il faut davantage déformer le film et donc apporter plus d'énergie pour le fissurer à nouveau. La Figure 3.17b permet de confirmer que le taux de propagation est toujours beaucoup plus faible pour un film mince que pour un film épais, quel que soit le modèle avec ou sans écrantage.

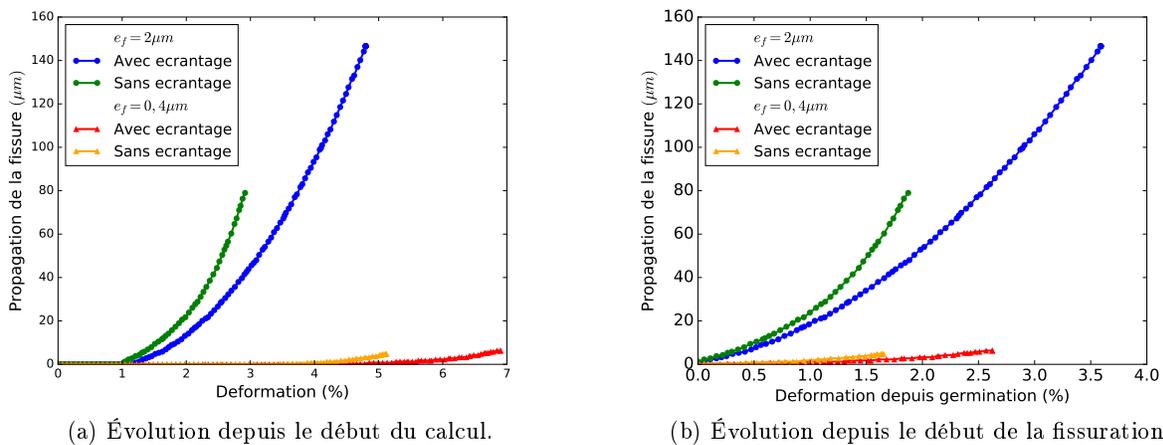


FIGURE 3.17 – Influence de l'écrantage sur la propagation de la fissure pour les deux épaisseurs de film

3.2.4 Analyse

Les résultats des simulations de la propagation d'une fissure dans deux épaisseurs de film montrent l'existence des deux régimes de fissuration avec un taux de propagation notablement différent. En effet la fissure se propageant avec un taux de propagation plus élevé dans le film épais que dans le film mince, elle ne laisse pas la possibilité à de nouvelles fissures de germer à proximité. La fissure va donc traverser toute la largeur de l'échantillon sans rencontrer d'autres fissures. Alors que pour le film mince, le faible taux de propagation laisse la possibilité à de nouvelles fissures de germer autour de la fissure suivie. Toutes ces fissures vont ainsi limiter leur propagation entre elles et générer des fissures plus courtes.

De plus le taux de propagation est plus important dans le cas de la première fissuration (sans écrantage) que dans celui de la propagation avant saturation (avec écrantage) (Figure 3.17b). Pour le film épais, ceci peut expliquer qu'au début toutes les fissures traversent complètement le film alors que lorsque la fissuration est proche de la saturation, des fissures non traversantes sont observées (Figure 3.18).

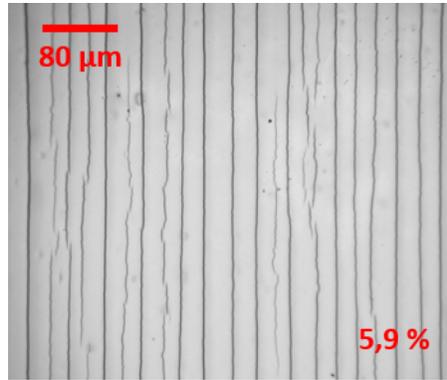


FIGURE 3.18 – Fissuration longue à 5,9 % de déformation.

3.2.5 Conclusion partielle

Dans cette partie, un modèle tridimensionnel, utilisant des éléments de type cohésif, permet d'étudier la propagation d'une fissure dans un film fissuré ou non. Le but de cette simulation était de justifier l'existence des deux régimes de fissuration, à savoir la fissuration longue et la fissuration courte. Contrairement aux études de la littérature qui justifient l'existence des deux régimes de fissuration en évoquant un changement du comportement mécanique du film, cette étude permet de montrer qu'un effet géométrique, dû à l'épaisseur du film, peut limiter la propagation d'une fissure et générer ainsi des fissures courtes pour les films minces et des fissures longues pour les films épais.

3.3 Analyse de l'espacement entre fissures

Dans cette partie, l'étude concerne l'évolution de l'espacement entre les fissures, depuis la germination jusqu'à l'étape de saturation. Une première analyse utilisant les modèles de *shear lag*, présentés au Chapitre 1, compare les bornes, obtenues grâce aux modèles, à l'espacement moyen entre fissures, obtenu expérimentalement à saturation. Ensuite un modèle éléments finis bidimensionnel permet d'étudier la répartition de la contrainte dans le film. Une analyse mécanique, s'inspirant des modèles de relaxation de contraintes, permet ainsi d'encadrer l'espacement entre fissures au cours de la déformation.

3.3.1 Application du modèle de relaxation de contraintes

Dans le Chapitre 1, les modèles de relaxation de contraintes (modèles de *shear lag*) permettent d'obtenir un encadrement de l'espacement entre fissures dans l'étape de saturation. Ce modèle explique la saturation de la fissuration par une relaxation des contraintes au bord des fissures par transfert d'un cisaillement du substrat au film. Deux modèles ont été présentés : le modèle de Hu [57], qui considère une contrainte de cisaillement à l'interface film/substrat constante, et le modèle d'Agrawal [58], qui considère une contrainte de cisaillement de forme sinusoïdale. Les encadrements de ces deux modèles sont rappelés par les Équations 3.9 ci-dessous :

$$\begin{cases} \sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y} \leq \frac{\Lambda_{sat}}{e_f} \leq 2\sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y}, & \text{Modèle de Hu;} \\ \pi\sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y} \leq \frac{\Lambda_{sat}}{e_f} \leq 2\pi\sqrt{3}\frac{\sigma_r}{\sigma_y}, & \text{Modèle d'Agrawal;} \end{cases} \quad (3.9)$$

avec Λ_{sat} l'espacement entre les fissures à saturation, σ_r la contrainte de fissuration du film, c'est-à-dire la contrainte du film à l'apparition de la première fissure, e_f l'épaisseur du film et σ_y la limite d'élasticité du substrat, pris avec un comportement élastique parfait.

En utilisant les équations précédentes, les encadrements de l'espacement entre fissures de chaque modèle sont ensuite reportés vis-à-vis des mesures pour les différents échantillons expérimentaux présentés au Chapitre 2 dans la partie 2.3. Les vingt cas expérimentaux testés et étudiés sont décrits dans l'Annexe B. Les essais de traction ont permis de déterminer la déformation critique de fissuration ε_r de chaque échantillon. La contrainte de fissuration dans le film est alors égale à $\sigma_r = E_f \varepsilon_r$, avec E_f le module d'Young du film. L'épaisseur du film e_f est mesurée à partir de coupes FIB, réalisées dans chaque film testé, afin d'avoir précisément l'épaisseur au centre de l'échantillon, où l'observation est faite. La limite d'élasticité du substrat σ_y est déterminée à partir des essais de traction du Kapton couplés aux mesures de déformation par corrélation d'images, présentés dans la partie 2.1 et vaut 50 MPa.

Avec ces paramètres, les bornes inférieures et supérieures des modèles peuvent être calculées et comparées à l'espacement entre fissures à saturation pour les différents ratios des raideurs (Figure 3.19). Le ratio des raideurs est défini par l'Équation 2.7 dans le chapitre précédent au paragraphe 2.3.3. Pour chaque modèle, les espacements qui sont à l'intérieur des bornes sont représentés par des triangles verts (Λ_{moy} in) alors que ceux qui sont à l'extérieur par des triangles rouges (Λ_{moy} out). Pour le modèle de Hu [57], seuls deux cas se trouvent dans les bornes alors que pour le modèle d'Agrawal, aucun cas expérimental ne se trouve dans les bornes.

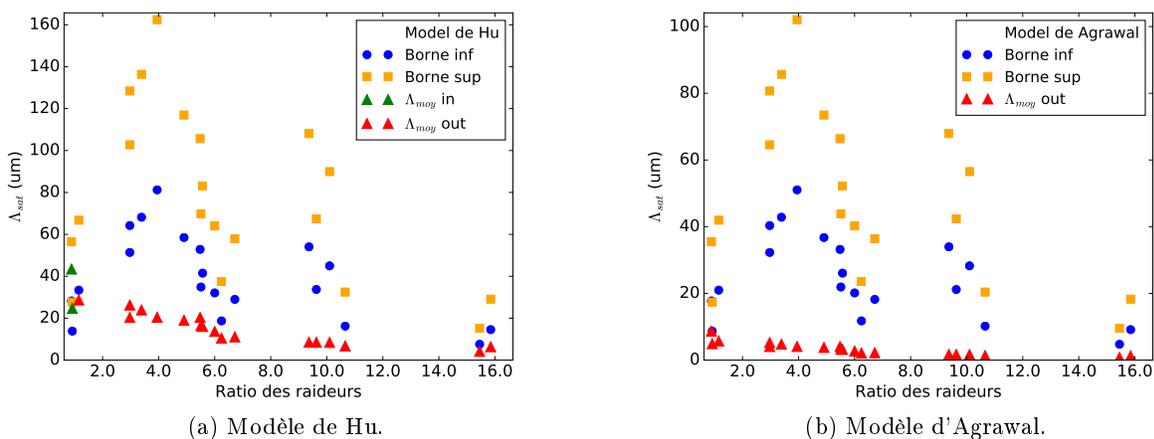


FIGURE 3.19 – Encadrement des espacements entre fissures.

Les modèles de relaxation de contraintes supposent un substrat avec une loi élastoplastique parfaite, or la limite d'élasticité du substrat utilisée dans les modèles ci-dessus est définie pour une loi

élastoplastique avec un durcissement (Figure 3.20). Une seconde approche a été d'ajuster la limite d'élasticité, avec une limite d'élasticité équivalente $\bar{\sigma}_y$, pour que les bornes définies par les deux modèles de *shear lag* encadrent les espacements expérimentaux. Pour le modèle de Hu, la limite d'élasticité équivalente qui permet d'encadrer le maximum de valeurs expérimentales est égale à 175 MPa et pour le modèle d'Agrawal, la limite d'élasticité équivalente est égale à 500 MPa. Avec ces deux limites d'élasticité, treize essais sont encadrés dans les bornes de ces modèles (Figure 3.21a). Si la valeur de limite d'élasticité équivalente de 175 MPa, pour le modèle de Hu, semble acceptable au vu de la Figure 3.20, ceci n'est pas du tout le cas pour le modèle d'Agrawal, pour lequel la limite d'élasticité équivalente de 500 MPa est supérieure à la contrainte de rupture nominale du Kapton. Pour une limite d'élasticité équivalente de 175 MPa, le modèle d'Agrawal ne permet d'encadrer que deux essais expérimentaux (Figure 3.21b).

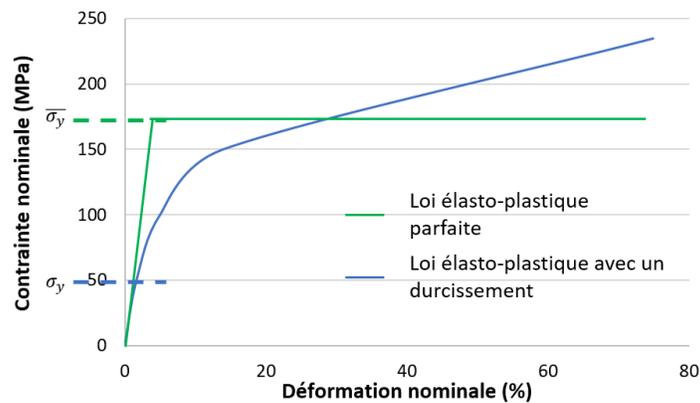


FIGURE 3.20 – Comportement élastoplastique nominale du substrat de Kapton.

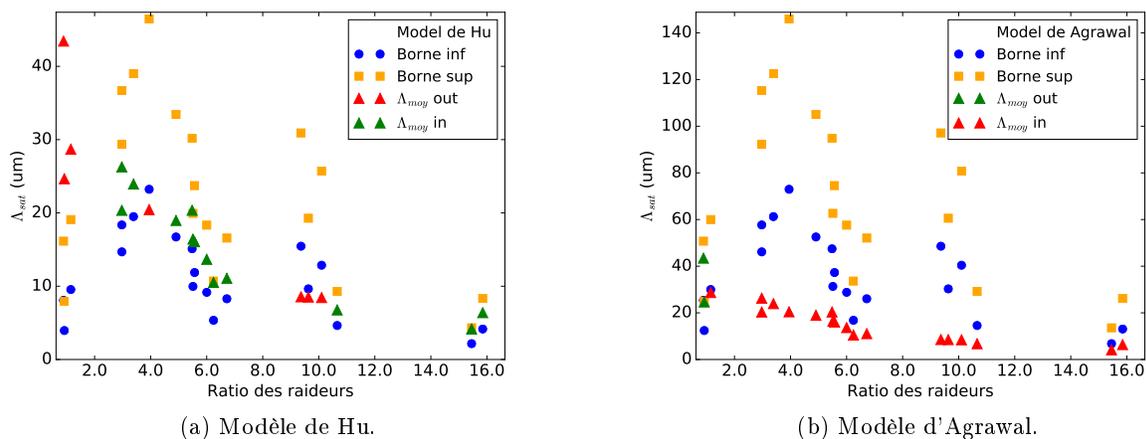


FIGURE 3.21 – Encadrement des espacements entre fissures pour une limite d'élasticité équivalente de 175 MPa.

Bien que le modèle de relaxation de contraintes de Hu semble encadrer une partie des espa-

cements à saturation, en définissant une limite d'élasticité équivalente, ce modèle postule une loi élastoplastique parfaite pour le substrat, qui est bien loin de la réalité (Figure 3.20). De plus au vu des déformations critiques de fissuration et des déformations à saturation, la plasticité du film ne peut être négligée. Dans la suite de cette partie, un modèle bidimensionnel prendra en compte la plasticité du film et une loi de comportement plus réaliste pour le Kapton, afin d'étudier l'évolution de l'espacement entre fissures.

Pour obtenir l'évolution de l'espacement entre fissures en fonction de la déformation, deux méthodes peuvent être utilisées :

- Soit en modélisant une partie relativement longue du film dans laquelle plusieurs fissures vont se former [112, 113], ces modèles insèrent un grand nombre de fissures potentielles à l'aide de zones cohésives ayant des propriétés réparties statistiquement ;
- Soit en modélisant une cellule représentative périodique [114, 115], ces modèles sont beaucoup moins coûteux en temps de calculs que les modèles longs. Dans cette analyse la périodicité provient des fissures transverses.

Dans ce travail, nous allons utiliser le dernier type de modèle, utilisant des cellules représentatives périodiques, pour obtenir l'évolution de l'espacement entre fissures au cours de la déformation.

3.3.2 Description du modèle éléments finis bidimensionnel

Le modèle bidimensionnel utilisé pour étudier la répartition de contraintes dans le film et ainsi l'évolution de l'espacement entre fissures est présenté ici.

Géométrie du modèle Ce modèle est constitué d'un film d'argent et d'un substrat de Kapton, tous deux d'une épaisseur variable. Les épaisseurs de film varient entre 0,4 et 3,0 μm et le substrat a une épaisseur de 25, 75 ou 125 μm . Les vingt cas correspondant aux échantillons testés expérimentalement et détaillés dans l'Annexe B sont modélisés. La longueur du modèle x_{size} varie également entre 1 et 1000 μm , ce qui correspond à au moins trois fois l'épaisseur du film. Ce modèle, illustré sur la Figure 3.22, est créé à partir d'un seul bloc dans lequel le film et le substrat sont découpés.

Conditions aux limites Un calcul en trois étapes est défini afin de rendre compte de l'historique de chargement d'un échantillon soumis à un essai de traction :

- La *première étape* considère le chargement du film avant fissuration. Les déplacements du substrat et du film sont bloqués en $x = 0$ selon x ($u_x = 0$). Le coin inférieur gauche en $(0, 0)$ est bloqué selon y , soit $u_y(0, 0) = 0$. Un déplacement u_{x1} est appliqué au film et au substrat en $x = x_{size}$, afin d'atteindre la déformation critique de fissuration ε_r de chaque échantillon.
- Dans la *deuxième étape*, le film est libéré en $x = 0$. Le déplacement u_{x1} reste appliqué au film et substrat en $x = x_{size}$. Cette étape correspond à une relaxation des contraintes dans le film, après fissuration.

- Dans la *troisième étape*, les déplacements du substrat en $x = 0$ ainsi que le coin inférieur gauche du modèle sont toujours bloqués. Un déplacement u_{x3} est appliqué en $x = x_{size}$, afin d'atteindre la déformation de saturation ε_{sat} de chaque échantillon.

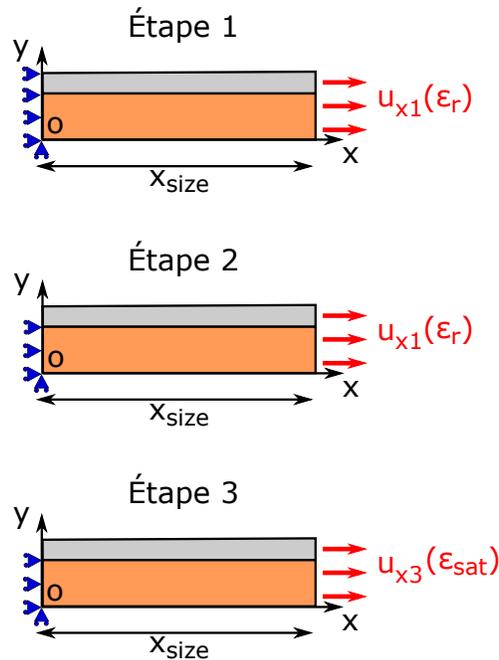


FIGURE 3.22 – Modèle de fissuration

Propriétés des matériaux Pour cette étude, les lois élastoplastiques, définies dans les paragraphes précédents (Figure 3.6 et 3.7), sont utilisées pour le film et le substrat.

Maillage Le film et le substrat sont maillés avec des éléments triangulaires à interpolation quadratique en déformation plane. Les éléments sont raffinés autour de la fissure, c'est-à-dire près de $x = 0$, où la taille des éléments est égale à un trentième de l'épaisseur du film.

3.3.3 Analyse du modèle bidimensionnel

Afin d'obtenir un encadrement de l'évolution de l'espacement entre fissures, il faut comparer le modèle éléments finis bidimensionnel à un bloc expérimental équivalent (Figure 3.23). Un bloc expérimental inter-fissure est un morceau du système film/substrat, où le film est fissuré à chaque extrémité. Le modèle décrit ci-dessus est un modèle périodique, où une déformation est imposée au film et au substrat d'un côté. De l'autre côté, les déplacements du substrat sont bloqués selon x alors que ceux du film sont libres (*Troisième étape*, Figure 3.22). Par symétrie, un bloc expérimental complet est obtenu. Deux tailles sont donc à comparer : la taille de la boîte de calcul x_{size} et la taille du bloc complet x_{bloc} , qui est égale à $2 \times x_{size}$.

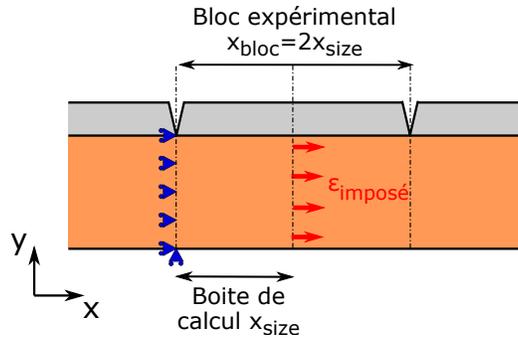


FIGURE 3.23 – Comparaison du modèle de simulation à un bloc expérimental.

Dans les modèles de relaxation de contraintes de Hu et d'Agrawal, la contrainte dans le film atteint un plateau au centre d'un bloc, comme le montre les courbes de répartition de contraintes en pointillés, sur la Figure 3.24. Si la contrainte maximale σ_{max} atteinte par le plateau est égale à la contrainte de fissuration du film σ_r , alors le film peut fissurer à n'importe quel endroit du plateau entre A et B.

Contrairement à ces modèles, la répartition de contraintes dans un bloc apparaît parabolique pour le modèle éléments finis. La contrainte atteint son maximum σ_{max} au centre du bloc, c'est-à-dire en $x = x_{size}$. Au cours de la déformation, la contrainte maximale σ_{max} augmente jusqu'à atteindre la contrainte de fissuration du film σ_r . Cette contrainte est donc atteinte en $x = x_{size}$. Un bloc du modèle éléments finis fissure donc au milieu.

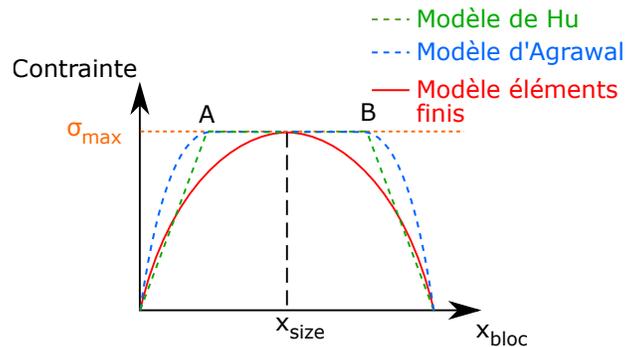


FIGURE 3.24 – Répartition de la contrainte dans un bloc expérimental.

Pour chaque taille de boîte de calcul x_{size} et pour chaque déformation $\varepsilon_{imposée}$, la contrainte maximale σ_{max} du film est extraite du calcul numérique. Ces données sont ensuite reportées sur la Figure 3.25, où l'évolution de la contrainte maximale σ_{max} est tracée en fonction x_{size} pour différentes déformations imposées $\varepsilon_{imposée}$. La distance de fissuration critique Λ_{crit} est donc déterminée pour chaque déformation comme étant l'intersection entre la contrainte maximale σ_{max} et la contrainte de fissuration σ_r .

L'analyse suivante, réalisée à partir de la distance critique de fissuration Λ_{crit} , donne un enca-

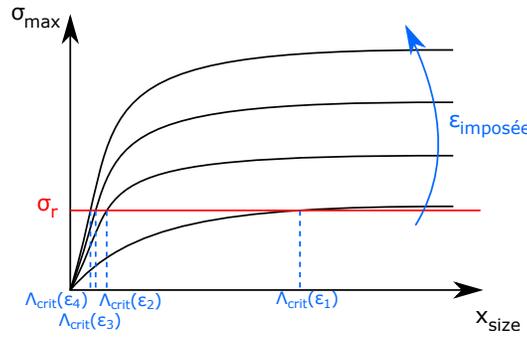


FIGURE 3.25 – Évolution de la contrainte maximale σ_{max} du film en fonction de la taille de la boîte de calcul x_{size} pour différentes déformations imposées $\varepsilon_{imposée}$.

drement de l'espacement entre fissures. En effet, soit un bloc de taille x_{bloc} . Lorsque la déformation imposée ε augmente, tant que $2\Lambda_{crit}(\varepsilon) > x_{bloc}$ le bloc reste intègre et dès que $2\Lambda_{crit}(\varepsilon) = x_{bloc}$, le bloc est divisé en deux blocs de taille $\Lambda_{crit}(\varepsilon)$. L'espacement critique Λ_{crit} étant une fonction décroissante de ε , il ne peut donc pas exister de blocs de taille supérieure à $2\Lambda_{crit}(\varepsilon)$.

Pour une déformation ε donnée, tous les blocs existants sont issus de la division de blocs survenue à des déformations $\varepsilon_i < \varepsilon$, donc sont issus de la division de blocs de taille $2\Lambda_{crit}(\varepsilon_i)$. Ainsi leur taille est obligatoirement supérieure à $\Lambda_{crit}(\varepsilon)$.

L'espacement moyen entre fissures Λ_{moy} , qui correspond à la taille moyenne de blocs entre deux fissures, peut donc être encadré par l'Inégalité 3.10 suivante :

$$\Lambda_{crit} \leq \Lambda_{moy} \leq 2\Lambda_{crit}. \quad (3.10)$$

En appliquant cette analyse pour différentes déformations, un encadrement de l'espacement entre fissures peut ainsi être obtenu au cours de la déformation.

3.3.4 Évolution de l'espacement entre fissures

Dans ce paragraphe, les calculs qui permettent d'obtenir un encadrement de l'évolution de l'espacement entre fissures sont détaillés pour le cas d'un film de $2,08 \mu\text{m}$ sur un substrat de $75 \mu\text{m}$. Sur la Figure 3.26, la répartition de la contrainte est tracée pour les différentes tailles de boîte de calcul x_{size} , correspond à un demi-bloc fissuré, allant de 1 à $1000 \mu\text{m}$, pour une déformation de $6,9 \%$, correspondant à la déformation de saturation de cet échantillon. Pour plus de visibilité la répartition de contraintes est tracée en coordonnées réduites x/x_{size} depuis le bord de la fissure. Pour une taille de boîte supérieure à $100 \mu\text{m}$, x_{size} ne semble plus avoir d'influence sur la contrainte maximale σ_{max} atteinte dans le film.

Bien que la contrainte semble atteindre un plateau pour des tailles de boîte de calcul supérieures à $100 \mu\text{m}$, un zoom sur ce plateau (Figure 3.27) montre que la contrainte augmente toujours légèrement jusqu'à l'extrémité de la boîte de calcul. En outre la supposition d'un bloc fissurant dans une zone proche du milieu d'un bloc existant est en accord avec les observations expérimentales

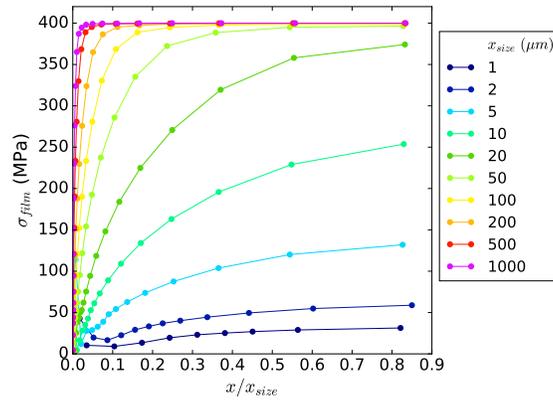


FIGURE 3.26 – Répartition de la contrainte dans le film pour différentes tailles de boîte de calcul x_{size} , pour une déformation macroscopique imposée de 6,9 %.

pour la fissuration longue. En effet le lieu de germination des fissures d est compris entre 0,3 et 0,4 pour le régime de fissuration longue (voir Figure 2.43). Une valeur de 0,5 signifierait une fissuration parfaitement au milieu du bloc. Le lieu de germination permet donc de valider la supposition selon laquelle les blocs fissurent plutôt au milieu de deux fissures préexistantes.

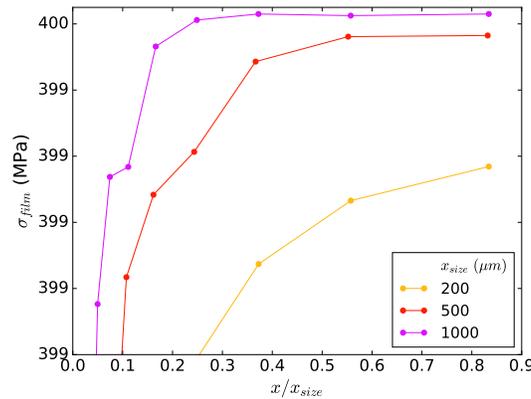


FIGURE 3.27 – Zoom sur la répartition de la contrainte dans le film en fonction de la boîte de calcul x_{size} , pour une déformation macroscopique imposée de 6,9 %.

Sur la Figure 3.28, la contrainte maximale σ_{max} du film est tracée en fonction de la taille de boîte de calcul x_{size} pour différentes déformations. Il est à noter que pour ce film, à des déformations supérieures à 3 %, la contrainte maximale σ_{max} atteint un palier pour x_{size} supérieur à 100 μm . La contrainte critique de fissuration σ_r atteinte expérimentalement pour une déformation critique de fissuration de 1,96 % est de 300 MPa.

L'intersection de la contrainte de fissuration avec la contrainte maximale du film permet ainsi de définir les bornes supérieures et inférieures des espacements entre fissures, comme décrit dans le paragraphe précédent. Ainsi l'évolution de ces bornes est évaluée en fonction de la déformation, comme illustrée sur la Figure 3.29. La courbe $\Lambda_{crit}(\sigma_r)$, en bleue, correspond à la borne inférieure.

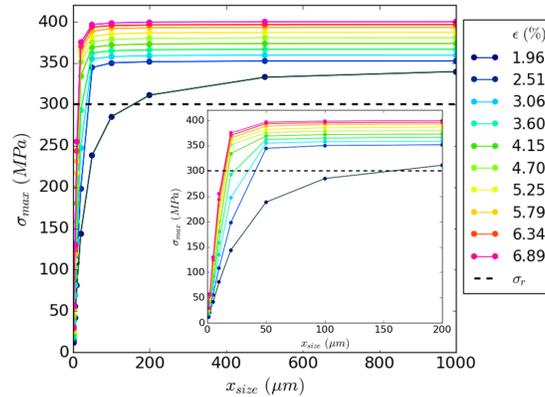


FIGURE 3.28 – Répartition de la contrainte maximale du film en fonction de x_{size} pour différents niveaux de déformation macroscopiques.

La courbe $2\Lambda_{crit}(\sigma_r)$, en verte, correspondent à la borne supérieure, pour une contrainte étant égale à la contrainte critique de fissuration σ_r .

Sur la Figure 3.29, les bornes obtenues par le modèle sont comparées à l'espacement moyen entre fissures Λ_{moy} , obtenu expérimentalement. Pour cet échantillon, les bornes obtenues par la simulation permettent d'encadrer correctement l'évolution de l'espacement expérimental entre fissures.

Pour la déformation de saturation correspondant au dernier point de la simulation, les bornes obtenues par les modèles de Hu et Agrawal, pour une limite d'élasticité équivalente de 175 MPa, sont également indiquées. Les bornes du modèle d'Agrawal sont supérieures à celles obtenues par la simulation, mais celles du modèle de Hu sont identiques.

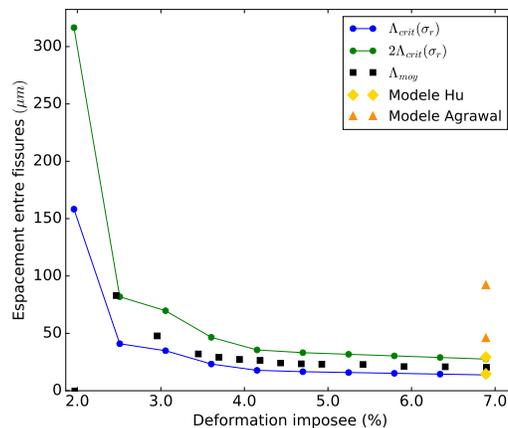


FIGURE 3.29 – Évolution de l'espacement entre fissures en fonction de la déformation.

Les courbes expérimentales de l'évolution de l'espacement entre fissures en fonction de la déformation sont tracées pour les vingt échantillons testés expérimentalement et sont présentées dans l'Annexe C. Dans le paragraphe suivant, les bornes obtenues à saturation sont comparées aux

valeurs expérimentales pour les vingt échantillons.

3.3.5 Encadrement de l'espace entre fissures à saturation

Grâce aux simulations réalisées et à l'analyse présentée précédemment, un encadrement de l'espace entre fissures Λ_{moy} à saturation est obtenu pour chaque échantillon. Ces valeurs de bornes sont affichées sur la Figure 3.30 et comparées aux valeurs expérimentales. Les triangles verts correspondent aux échantillons encadrés par le modèle et les rouges à ceux hors des bornes. Onze échantillons sont inclus dans les bornes. Ce résultat est à comparer au modèle d'Agrawal (zone rose), qui ne permettait d'encadrer que deux essais avec une limite d'élasticité équivalente de 175 MPa et au modèle de Hu (zone bleue) qui permettait d'encadrer treize échantillons avec une limite équivalente de 175 MPa.

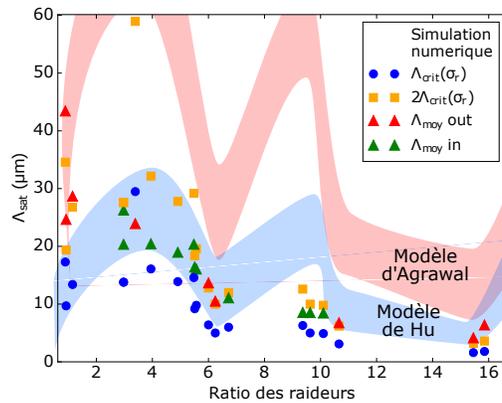


FIGURE 3.30 – Encadrement des espaces entre fissures à saturation obtenu grâce au modèle éléments finis.

La contrainte critique de fissuration expérimentale σ_r étant définie pour la déformation à l'apparition de la première fissure dans la zone observée, cette contrainte critique de fissuration dans le film pourrait fluctuer. L'effet d'une variation de la contrainte critique choisie arbitrairement mais raisonnablement égale à 10 % a été considéré. L'encadrement des espaces obtenus est affiché sur la Figure 3.31. Dans ces conditions, 15 tests sur 20 vérifient maintenant les conditions obtenues grâce au modèle éléments finis. Les cas hors bornes concernent les deux extrémités du ratio des raideurs, c'est-à-dire les ratios les plus élevés correspondants aux films les plus fins de $0,4 \mu\text{m}$ sur des substrats de $75 \mu\text{m}$ et les ratios les plus faibles, correspondants aux films déposés sur le substrat fin de $25 \mu\text{m}$. Le cas du milieu, qui ne vérifie pas les bornes, est l'échantillon ayant l'épaisseur de film la plus importante de $3 \mu\text{m}$. Bien que ces cas ne rentrent pas dans les bornes du modèle, l'ordre de grandeur obtenu est relativement raisonnable, puisqu'une erreur maximale de 15 % est obtenue entre la valeur expérimentale et la borne supérieure.

Compte tenu de l'incertitude sur la valeur des propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans le modèle, les encadrements de l'espace entre fissures à saturation obtenus numériquement sont plutôt satisfaisants.

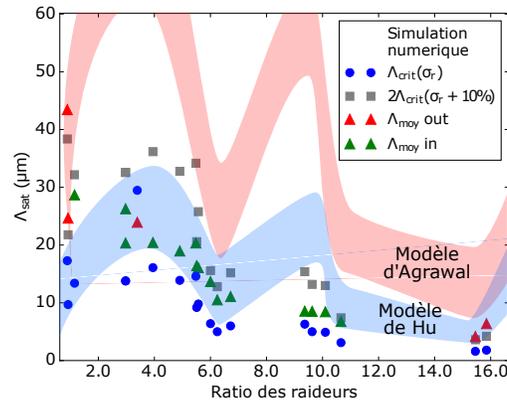


FIGURE 3.31 – Encadrement des espacements entre fissures obtenu pour une variation de 10 % de la contrainte critique σ_r .

3.3.6 Conclusion partielle

Le modèle bidimensionnel développé dans cette partie couplé à une analyse de relaxation de contraintes permet d'obtenir un encadrement de l'espacement entre fissures au cours d'un essai de traction. Il permet ainsi d'obtenir l'espacement maximal et minimal à saturation. Ce modèle peut donc être utilisé pour prédire l'évolution de la fissuration au cours de la déformation.

Conclusions

Ce chapitre s'est intéressé à la compréhension du phénomène de fissuration des films minces métalliques sur substrats souples. En effet afin de pouvoir limiter la fissuration, en vue de donner des conseils de conceptions pour les circuits sur substrats souples, il est primordial de comprendre ce mécanisme d'endommagement.

Pour étudier la propagation d'une fissure dans un film, il est nécessaire dans un premier temps de connaître le taux de restitution d'énergie du film d'argent à l'étude ici. Pour cela un essai de traction sous MEB permet de mesurer précisément l'avancée d'une fissure au cours de la déformation. Deux simulations 3D par éléments finis, sous le logiciel de calcul ABAQUS, sont réalisées l'une avec une configuration avant avancée de la fissure et l'autre après, pour une déformation imposée de 1,4 %. À l'issue de ces deux calculs, les énergies totales de chaque configuration sont extraites, permettant alors le calcul du taux de restitution d'énergie. Une étude sur l'influence du maillage montre qu'à partir de $1,2 \cdot 10^6$ éléments, le taux de restitution d'énergie tend vers une valeur constante de 16 J.m^{-2} .

Avec ce paramètre, un second modèle tridimensionnel est développé afin d'étudier la propagation d'une fissure dans un film déjà fissuré. Ce modèle utilise des éléments de zone cohésive permettant ainsi de modéliser la propagation de la fissure. Le but de ce modèle est d'expliquer l'origine des deux régimes de fissuration, à savoir le régime de fissuration courte et en forme de zigzag et le régime de fissuration longue et droite. La comparaison du taux de propagation entre les deux films d'épaisseur différente permet de montrer l'influence de ce paramètre géométrique. La propagation rapide des fissures dans un film épais de $2,0 \mu\text{m}$ ne permet pas à d'autres fissures de germer autour de la fissure croissante, ce qui lui permet de se propager au travers de l'échantillon. Alors que pour un film mince de $0,4 \mu\text{m}$, la propagation progressive laisse la possibilité à d'autres fissures de germer. Ces fissures vont alors interagir entre elles, limitant ainsi leur taille. Cet effet géométrique sur l'épaisseur des films permet donc de justifier le conseil donné en conclusion du Chapitre 2, préconisant l'utilisation des films minces, qui fissurent avec un régime court et en zigzag permettant le passage du courant.

La dernière étude de ce chapitre concerne le paramètre d'espacement entre fissures. Un modèle bidimensionnel permet de définir un encadrement de l'espacement entre fissures au cours du test en étudiant la répartition de contraintes dans le film. Pour les différentes épaisseurs étudiées de film et de substrat, le modèle permet d'encadrer correctement l'évolution de l'espacement moyen avec la déformation. Dans l'état saturé de la fissuration, 15 échantillons sur 20 ont leur espacement moyen entre fissures obtenu expérimentalement encadré par le modèle. Il peut donc être utilisé pour obtenir un encadrement de l'espacement moyen en fonction de la déformation pour d'autres épaisseurs de film et de substrat. Les paramètres nécessaires sont les propriétés mécaniques du film et du substrat, les épaisseurs du film et du substrat, ainsi que la déformation de fissuration du film. Il sera intéressant de tester ce modèle avec d'autres matériaux pour le film et le substrat afin de vérifier sa validité. La connaissance de l'évolution de l'espacement entre fissures pourra permettre la conception de circuits, dont la taille dans la direction de traction serait limitée par l'espacement minimal entre fissures obtenu par le modèle à la déformation maximale envisagée.

Chapitre 4

Flambement

Sommaire

4.1	Modèle de flambement analytique	137
4.1.1	Modèle de ride droite	137
4.1.2	Couplage entre flambement et adhésion	139
4.2	Rappels expérimentaux	141
4.3	Modélisation du cloquage par éléments finis	142
4.3.1	Étude du flambement sans délaminage	143
4.3.2	Modèle avec zone cohésive	147
	Conclusions	158

Dans ce dernier chapitre, le second mécanisme d'endommagement de films minces métalliques sur substrats souples est étudié. Il s'agit du flambement par délaminage, engendrant la formation de cloques sur le film métallique.

Dans le Chapitre 2, le flambement a été caractérisé expérimentalement par un suivi de la forme de cloque au cours de la déformation. Pour cela, des essais de traction sous interférométrie optique ont permis de mesurer le profil 2,5D ($z(x, y)$) des cloques. Seuls les films de nanoparticules d'argent imprimés par sérigraphie sur des substrats de polyimide ont été caractérisés. En effet les cloques des films imprimés par jet d'encre étaient trop petites pour être correctement caractérisées par interférométrie optique.

Parmi les échantillons imprimés par sérigraphie, deux types ont été testés : le premier type ayant subi un recuit simple après impression, appelé type 1, et le second type ayant subi une étape de préparation du substrat avant impression et un recuit plus complexe après impression, appelé type 2. Ces étapes sont décrites dans le paragraphe 2.2.2. Le flambement couplé au délaminage des échantillons de type 1 est modélisé dans la suite de ce chapitre à l'aide d'éléments cohésifs à l'interface entre le film et le substrat. À partir des mesures *in situ* de flambement et de la géométrie des cloques, les paramètres du modèle cohésif sont identifiés.

Dans une première partie, le modèle de flambement d'une ride droite développé par Hutchinson et Suo [48], ainsi que le couplage fort qui existe entre adhésion et flambement, sont présentés. Dans une seconde partie, le modèle éléments finis permettant d'identifier les paramètres de la zone cohésive à l'interface entre le film et le substrat est présenté.

4.1 Modèle de flambement analytique

Dans ce travail, le flambement étudié est induit par la contraction transversale engendrée par la fissuration du film en traction uniaxiale. Or à notre connaissance, aucun modèle analytique ne permet de modéliser le flambement sous un tel chargement. Le modèle de ride droite de Hutchinson et Suo [48], pour lequel le flambement est induit spontanément par la contrainte résiduelle, est donc présenté dans la suite, afin de définir des paramètres tels que la contrainte critique ou l'énergie de flambement. En outre ce modèle permet de montrer le couplage entre adhésion et flambement, ainsi que la nécessité de la mixité modale pour limiter le délaminage.

4.1.1 Modèle de ride droite

Ce modèle de ride droite correspond au flambement d'une plaque élastique de film de longueur infinie selon x et délaminée d'une largeur $2b$ selon y , déposée sur un substrat infini. Le problème s'étudie en deux dimensions, en considérant un équilibre invariant par translation dans la direction x . La Figure 4.1 décrit la géométrie du problème. Le film est caractérisé par e_f son épaisseur, E_f son module d'Young et ν_f son coefficient de Poisson.

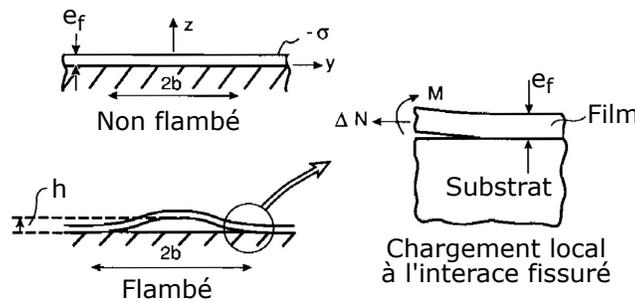


FIGURE 4.1 – Géométrie d'une ride droite. En haut à gauche : État de référence non flambé ; En bas à gauche : État flambé ; À droite : Chargement local de l'interface. (Adapté de [48])

La déformation de la ride est caractérisée par les déplacements du plan moyen selon la direction y par $V(y)$ et selon la direction z par $W(y)$. Dans l'état de référence non flambé, caractérisé par une contrainte équilibriaxiale de compression σ , les déplacements dans ces deux directions sont nuls.

Le flambement de la bande est caractérisé par la théorie des plaques non linéaires de Von Karman, pour des conditions d'encastrement aux deux extrémités, tel que

$$V = W = \frac{\partial W}{\partial y} = 0 \text{ en } y = \pm b. \quad (4.1)$$

La variation de la déformation du plan moyen dans la direction y est définie par

$$\varepsilon_y = \frac{\partial V}{\partial y} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial W}{\partial y} \right)^2. \quad (4.2)$$

À l'extrémité droite de la ride, le chargement local est défini par M la variation du moment

par unité de longueur et ΔN la variation des contraintes axiales de traction par unité de longueur (Figure 4.1). N_x et N_y étant les résultantes des contraintes dans la direction x et y respectivement, leur variation est donc égale à $\Delta N_x = N_x + \sigma e_f$ dans la direction x et à $\Delta N_y = N_y + \sigma e_f$ dans la direction y . En utilisant la loi de Hooke pour le film et la définition des contraintes axiales, la déformation selon y peut être reliée à ΔN_y par

$$\varepsilon_y = \frac{(1 - \nu_f^2)\Delta N_y}{E_f e_f}. \quad (4.3)$$

La déformation selon la direction x est nulle ($\varepsilon_x = 0$) en raison de l'invariance par translation dans cette direction, ainsi la variation des contraintes axiales selon x est égale à $\Delta N_x = \nu_f \Delta N_y$. Le moment de flexion est défini par $M_y = D \frac{\partial^2 W}{\partial y^2}$, avec $D = \frac{E_f e_f^3}{12(1-\nu_f^2)}$ le module de flexion. L'équilibre des efforts dans le plan requiert $\frac{\partial N_y}{\partial y} = 0$. La variation des contraintes axiales ΔN_y selon y est donc une valeur constante, égale à ΔN , la valeur au bord de la ride droite. Ainsi l'équation d'équilibre portant sur le moment de flexion est la suivante

$$D \frac{\partial^4 W}{\partial y^4} - (\Delta N - \sigma e_f) \frac{\partial^2 W}{\partial y^2} = 0. \quad (4.4)$$

La résolution de cette équation donne :

$$\begin{cases} W(y) = \frac{h}{2} [1 + \cos(\frac{\pi y}{b})], \\ M \equiv M_y(b) = \frac{\pi^2}{2} \frac{D}{b^2}, \\ \Delta N = \frac{3\pi^2}{4} \frac{D}{b^2} \left(\frac{h}{e_f}\right). \end{cases} \quad (4.5)$$

La hauteur maximale de la cloque h est définie pour $h = W(y = 0)$ et est relié à la contrainte intrinsèque σ du film par

$$\frac{h}{e_f} = \sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{\sigma}{\sigma_c} - 1\right)}, \quad (4.6)$$

avec

$$\sigma_c = \frac{\pi^2}{12} \frac{E}{1 - \nu_f^2} \left(\frac{e_f}{b}\right)^2. \quad (4.7)$$

Le terme σ_c est la contrainte critique de flambement associée au mode de flambement en forme de ride droite (cette contrainte correspond à la contrainte de flambement pour une plaque élastique de largeur $2b$ et de longueur infinie encadrée le long des bords). La contrainte dans le film doit donc être supérieure à cette contrainte critique pour faire apparaître une cloque dans la zone délaminée de taille $2b$. Après flambement, la cloque est donc définie par le déplacement du plan moyen selon z , $W(y)$, et la hauteur de la cloque $h(e_f, \sigma/\sigma_c)$.

4.1.2 Couplage entre flambement et adhésion

Le taux de restitution d'énergie, d'un film se délaminant sur un substrat infiniment épais, est calculé à partir du moment de flexion M et de la traction ΔN par Hutchinson et Suo [48], puis est exprimé à l'aide de la contrainte dans le film σ et de la contrainte critique de flambement σ_c selon :

$$\frac{G}{G_0} = \left(1 - \frac{\sigma_c}{\sigma}\right) \left(1 + 3\frac{\sigma_c}{\sigma}\right), \quad (4.8)$$

avec $G_0 = \frac{1}{2} \frac{1-\nu_f^2}{E} e_f \sigma$, l'énergie de déformation élastique stockée dans le film par unité de surface. Pour une valeur donnée de contrainte dans le film σ , le taux de restitution d'énergie G tend vers G_0 , lorsque b tend vers l'infini ($\sigma_c \propto 1/b^2$). Ce taux de restitution s'annule, lorsque $\sigma = \sigma_c$ et est maximal en $G_{max} = \frac{4G_0}{3}$, lorsque $\sigma = 3\sigma_c$.

Le modèle de ride droite permet de montrer l'importance de la mixité modale sur la forme de la cloque. Pour cela, il faut tout d'abord exprimer l'angle de mixité modale Ψ avec les paramètres de la cloque, à partir de

$$\tan \Psi = \frac{4 \cos \omega + \sqrt{3} \frac{h}{e_f} \sin \omega}{-4 \sin \omega + \sqrt{3} \frac{h}{e_f} \cos \omega}, \quad (4.9)$$

avec ω un coefficient dépendant des paramètres de Dundur. Ce coefficient a été défini par Thouless *et al.* [116] pour une étude du chargement local d'un film délaminé sur un substrat. Le coefficient ω est égale à 52° lorsque le film et le substrat sont constitués du même matériau, c'est-à-dire quand $\alpha = \beta = 0$. Pour un film d'argent sur un substrat de Kapton, comme utilisé dans cette étude, les coefficients de Dundur, définis dans l'Annexe ??, sont égaux à $\alpha = 0,8$ et $\beta = \alpha/4 = 0,2$, ce qui permet d'obtenir $\omega = 59^\circ$. L'évolution du coefficient ω en fonction de α et β est tracée sur la Figure 4.2.

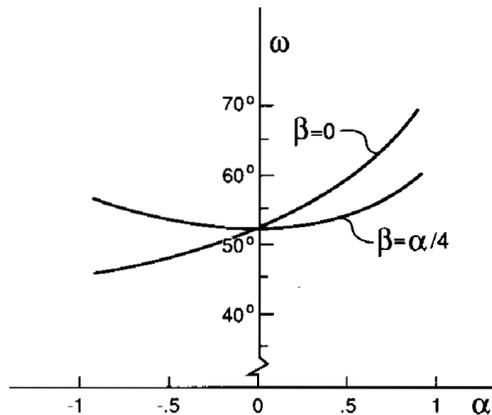


FIGURE 4.2 – Évolution du paramètre ω en fonction de α et β .

Sur la Figure 4.3, l'évolution de la mixité modale est tracée en fonction du ratio de chargement σ/σ_c . Lorsque la hauteur de la cloque h augmente, le ratio de chargement augmente. Ainsi la pro-

portion relative de mode II augmente par rapport à la proportion de mode I. L'augmentation de la mixité modale lorsque la cloque se propage a une forte influence sur la propagation du délaminage de la cloque, comme il est montré dans la suite du paragraphe.

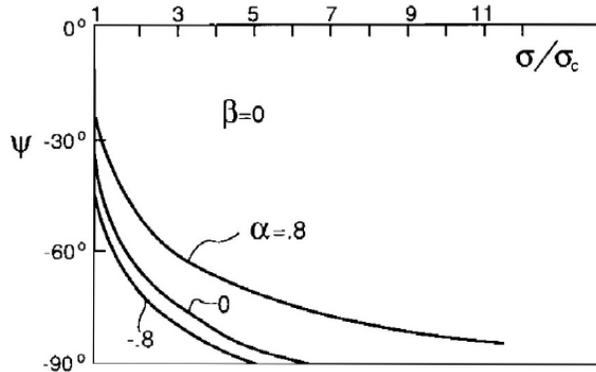


FIGURE 4.3 – Évolution de l'angle de mixité modale en fonction du ratio de chargement σ/σ_c [48].

L'évolution du taux de restitution d'énergie G en fonction de la demi largeur de cloque b (Figure 4.4) permet de montrer la nécessité de la mixité modale pour limiter la propagation de la cloque.

Dans un premier cas, une interface dont le taux de restitution d'énergie est indépendant de la mixité modale est considérée. Le critère de propagation du délaminage est donc défini par $G = G_{Ic}$. Une région initialement décollée sur une largeur $2b_i$ est considérée et la contrainte de compression biaxiale σ augmente dans le film. Le rapport G/G_{Ic} est tracé en fonction de la demi largeur de cloque b , pour différents niveaux de contraintes, sur la Figure 4.4a. La courbe la plus basse correspond à la valeur de contrainte $(\sigma_c)_{b=b_i}$ pour laquelle, le film commence à flamber avec une largeur $b = b_i$. La valeur σ^* correspond à la contrainte pour laquelle la courbe intercepte le critère de propagation de la délamination $G = G_{Ic}$, lorsque $b = b_i$. Lorsque la contrainte σ du film augmente entre $(\sigma_c)_{b=b_i}$ et σ^* , le film flambe mais ne délamine pas. Une fois la contrainte σ^* atteinte, le critère de propagation est atteint et le délaminage s'amorce. La propagation sera alors nécessairement instable, puisque la courbe G/G_{Ic} est supérieure à 1, lorsque b augmente, quel que soit $b > b_i$. La propagation de la cloque est donc illimitée.

Maintenant, un nouveau cas où le taux de restitution d'énergie à l'interface dépend de la mixité modale est considéré. Le rapport $G/G_c(\Psi)$ est tracé en fonction de b sur la Figure 4.4b. Partant d'une région initialement délaminée de largeur $2b_i$, lorsque la contrainte σ atteint σ^* , la cloque se propage et s'arrête lorsque $b = b^*$ (voir Figure 4.4b), car le critère de propagation n'est plus vérifié au-delà.

Cette analyse permet donc de montrer le couplage fort qui existe entre le flambement et l'adhésion et la nécessité d'utiliser la mixité modale pour expliquer l'arrêt de la propagation d'une cloque. Par la suite, la mixité modale sera donc introduite dans les modèles utilisés.

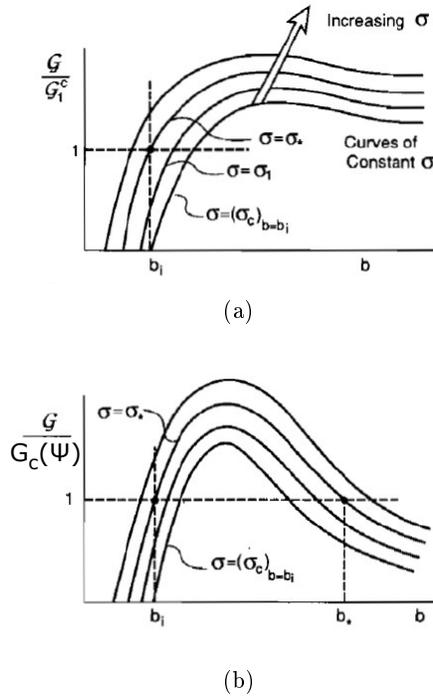


FIGURE 4.4 – Évolution du taux de restitution d'énergie G en fonction de la demi largeur de cloque b [48]; a) G indépendant de la mixité modale (propagation pour $G = G_{Ic}$); b) G dépendant de la mixité modale (Propagation pour $G = G_c(\Psi)$).

4.2 Rappels expérimentaux

Dans le Chapitre 2, des essais de traction sous interféromètre sont réalisés sur des échantillons imprimés par sérigraphie. Ces échantillons sont constitués d'un film de nanoparticules d'argent de $4,2 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125 \mu\text{m}$. Une analyse des profils 2,5D de cloques, obtenus par interférométrie optique, ont permis de suivre l'évolution des paramètres de cloques au cours de la déformation. Les trois paramètres de cloque, illustrés sur la Figure 4.5, sont : la hauteur de cloque h , la longueur a dans la direction x et la demi-largeur de cloque b dans la direction y .

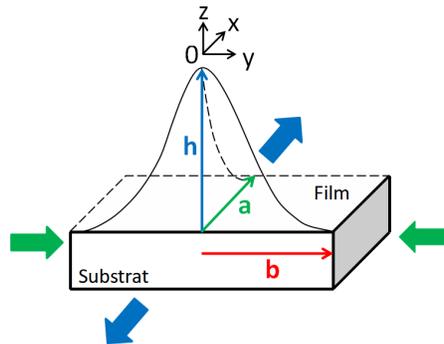


FIGURE 4.5 – Paramètres de la taille d'une cloque de délamination.

Lors de l'étirement du film, les cloques apparaissent dans le film après fissuration. Les cloques se forment alors de part et d'autre des fissures. Au cours de l'essai, une fissure particulière est étudiée et l'évolution des deux cloques correspondantes est suivie à l'aide de l'interféromètre optique. Selon leur position au-dessus ou au-dessous de la fissure, elles sont désignées comme cloque « positive » et cloque « négative » (Figure 4.6). L'évolution des paramètres de la cloque est présentée sur la Figure 4.7. Pour cet échantillon, la première fissure est apparue à 3 % de déformation et la première cloque mesurée est à 4 % de déformation. Le suivi de cloque est réalisé jusqu'à 15 % de déformation.

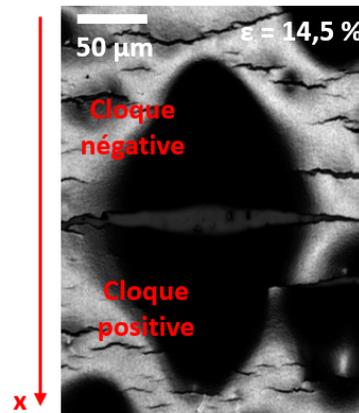


FIGURE 4.6 – Cloque observée à 15 % de déformation

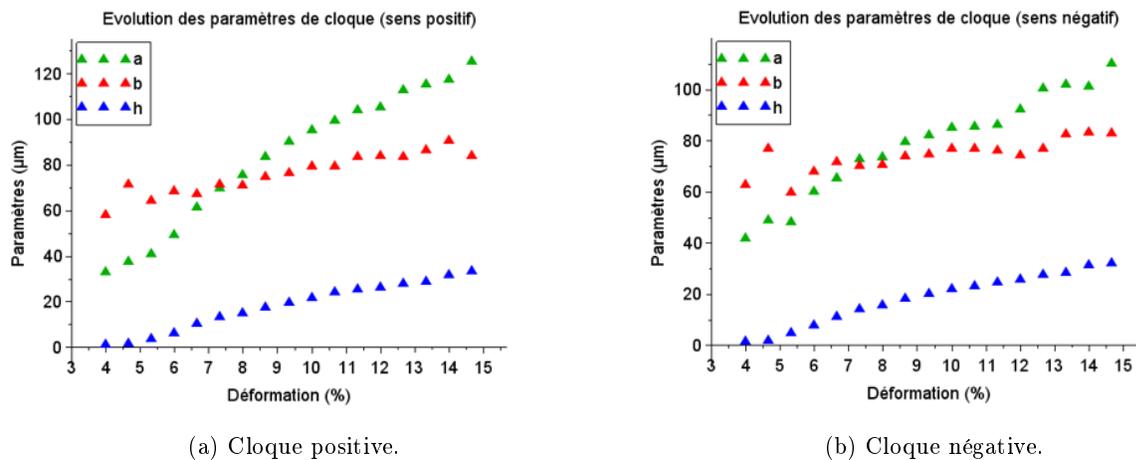


FIGURE 4.7 – Évolution des paramètres de cloques au cours de la déformation.

4.3 Modélisation du cloquage par éléments finis

Le cloquage, correspondant au flambement par délaminage, induit après fissuration sous un chargement de traction uniaxiale est modélisé et simulé dans cette partie. La réponse mécanique

de l'interface film/substrat est décrite par un modèle cohésif, dont les paramètres seront identifiés. Dans un premier temps, les conditions de chargement seront vérifiées avec un modèle de flambement sans zone cohésive, puis les paramètres de la zone cohésive seront identifiés.

La contrainte résiduelle mesurée par diffraction par rayon X dans les films imprimés par sérigraphie est égale à -71 MPa. En appliquant l'Équation 4.7 de Hutchinson et Suo, une contrainte critique de flambement de 164 MPa est calculée. La contrainte critique de flambement étant du même ordre de grandeur en valeur absolue que la contrainte résiduelle du film, il serait donc intéressant d'étudier son influence sur les paramètres d'adhésion. Cependant dans l'étude présentée ci-dessous, nous nous sommes d'abord concentrés sur l'identification des paramètres sans cette contrainte résiduelle, dont l'influence sera étudiée dans un prochain travail.

4.3.1 Étude du flambement sans délaminage

Les premiers calculs sont réalisés grâce à un modèle tridimensionnel, constitué d'un film et d'un substrat seulement. Le but de cette simulation est de vérifier que le chargement appliqué au modèle est bien défini. En effet si les conditions de chargement sont bien imposées, en définissant une zone demi-elliptique délaminée, dont la taille a et b correspond aux mesures expérimentales, la hauteur de cloque obtenue à la fin du calcul, devrait correspondre à la hauteur mesurée expérimentalement par interférométrie.

4.3.1.1 Description du modèle

Dans ce paragraphe, le modèle sans zone cohésive est décrit.

Géométrie du modèle Le modèle tridimensionnel est constitué de deux parties : un film d'argent, d'une épaisseur de 4,2 μm , et un substrat de Kapton, d'une épaisseur de 125 μm . L'ensemble du modèle mesure $L_x = 120 \mu\text{m}$, selon la direction x et $L_y = 450 \mu\text{m}$, selon la direction y .

Grâce à des contraintes cinétiques entre le film et le substrat, décrites dans l'Annexe E, l'adhésion est parfaite le long de l'interface film/substrat à l'exception d'une zone initialement décollée, de forme demi-elliptique. La demi-ellipse correspondant aux paramètres de la cloque expérimentale mesurée à 4 % de déformation mesure 33 μm selon la direction x et 112 μm selon la direction y , soit une demi-largeur de cloque de 56 μm .

Conditions aux limites (Figure 4.8) Deux conditions de symétrie sont appliquées : symétrie selon la direction y par rapport au plan $y = 0$ ($u_y = 0$) et symétrie selon la direction x par rapport au plan $x = 0$ ($u_x = 0$). Les déplacements de l'arête en $x = 0$ et $z = 0$ sont bloqués selon la direction z . Une condition de périodicité est appliquée au plan $y = L_y$.

Afin de modéliser au mieux le phénomène de flambement par délamination dans un film fissuré et de rendre compte de l'historique de chargement, un calcul en trois étapes est défini :

- Dans la *première étape*, le film est intègre et un déplacement u_{crack} est imposé au substrat et au film dans le plan en $x = L_x$. Le déplacement u_{crack} est défini de façon à atteindre la

déformation de fissuration du film, qui est égale à $\varepsilon_r = 3\%$, à la fin de l'étape.

- Dans la *seconde étape*, le film se fissure. Afin de simuler l'apparition d'une fissure dans le plan $x = 0$, les déplacements du film sont libérés au centre sur une distance L_{c1} de 120 μm . La taille de cette fissure est justifiée par l'étude de la taille de la fissure en fonction de la taille de cloque réalisée au Chapitre 2, dans le paragraphe 2.4.3. Dans cette étape, le déplacement u_{crack} reste constant, permettant ainsi de relâcher les contraintes, dues à la fissuration.
- Dans la troisième étape, un déplacement u_{end} est imposé, afin d'atteindre la déformation pour laquelle la première cloque a été détectée, soit 4%.

Dans la première étape où le film n'a pas encore fissuré et est encore parfaitement lié au substrat, les déplacements de l'interface entre le film et le substrat sont bloqués selon z . Cette condition est libérée lors de la seconde étape.

Propriétés des matériaux Des lois élastoplastiques sont définies pour le film et le substrat. La loi élastoplastique du Kapton est identifiée à partir des essais de traction couplés aux calculs de corrélation d'images, présentés dans la partie 2.1, du chapitre 2. La courbe contrainte vraie - déformation vraie, utilisée dans les simulations, est présentée sur la Figure 4.9.

Pour identifier la loi de comportement élastoplastique de l'argent, les mesures de nanoindentation, présentées au paragraphe 2.2.1.3 du Chapitre 2, ont permis d'obtenir les propriétés élastiques et plastiques du film d'argent, à savoir un module d'Young de 36 GPa (pour un coefficient de Poisson de 0,3), une limite d'élasticité de 270 MPa et un coefficient d'écrouissage de 0,11. En prenant la loi de Krupkowski, le comportement élastoplastique de l'argent est calculé par l'Équation 3.5, définie dans le Chapitre 3, et tracé sur la Figure 4.10.

Maillage Le substrat et le film sont maillés avec des éléments briques à interpolation quadratiques, ayant une taille de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ dans le plan (Oxy) . Trois éléments sont présents dans la hauteur du film et du substrat.

Ingrédients nécessaires au flambement Afin de prendre en compte les termes quadratiques dans les composantes du tenseur de déformation, le tenseur des déformations de Green Lagrange est utilisé.

Pour induire le flambement, une imperfection géométrique est introduite à l'interface film/substrat. Dans ce modèle, cette imperfection correspond à la zone délaminée en forme de demi-ellipse.

Détermination de la hauteur de cloque Dans ce paragraphe, l'étendue latérale de la cloque étant limitée à la demi-ellipse délaminée, seule la hauteur de la cloque est extraite du calcul. Cette hauteur h est déterminée à partir du champ de déplacement selon z , sur les nœuds supérieurs du film et est égale à la différence entre le point ayant l'ordonnée z la plus élevée et celui ayant l'ordonnée z la plus faible.

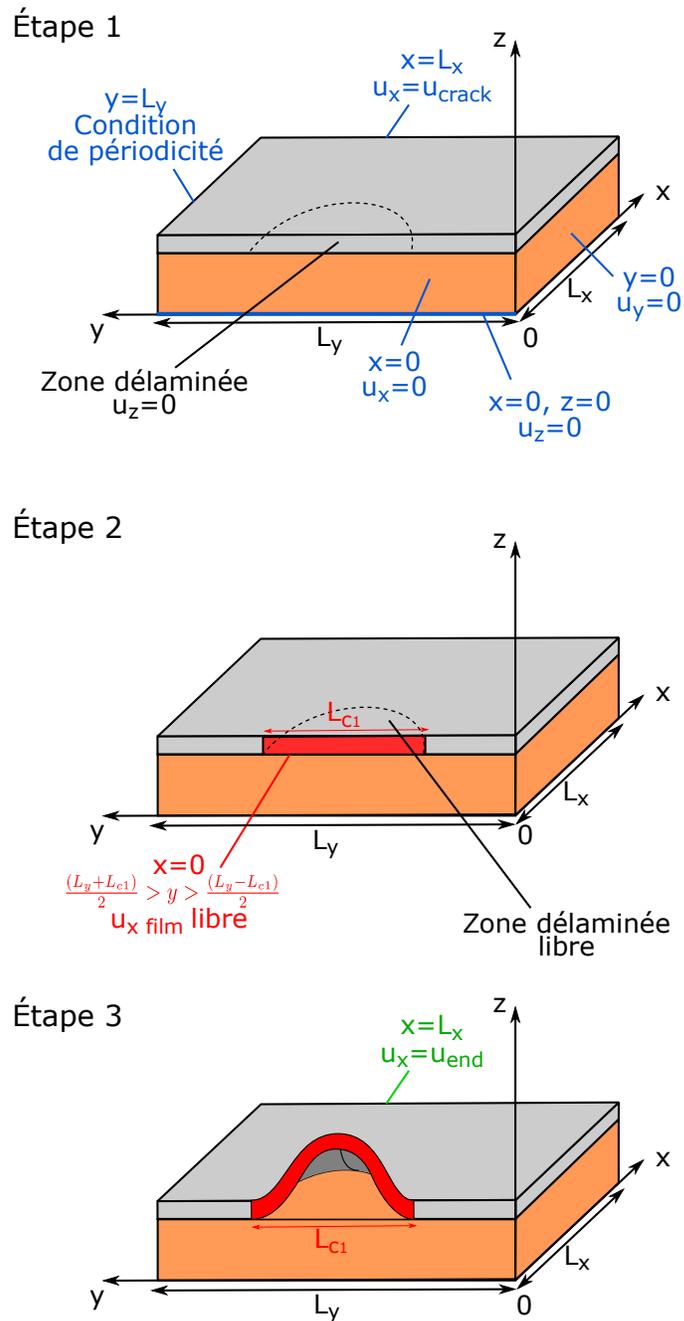


FIGURE 4.8 – Conditions aux limites pour le modèle de flambement.

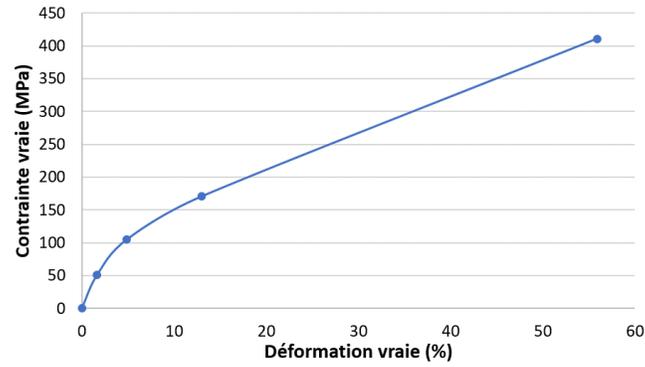


FIGURE 4.9 – Courbe de contrainte vraie-déformation vraie du substrat de Kapton.

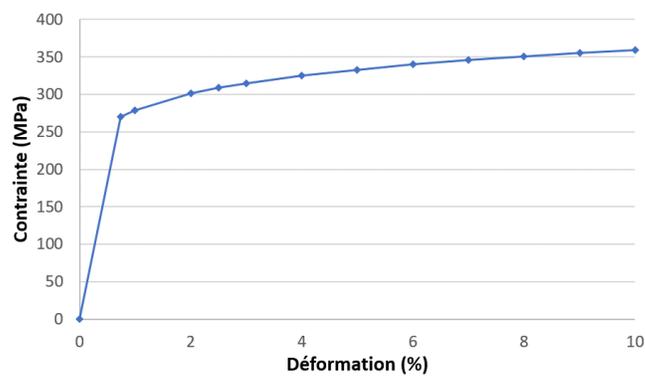


FIGURE 4.10 – Courbe contrainte-déformation du film d'argent.

4.3.1.2 Justification de l'utilisation des trois étapes de calcul

Le modèle sans zone cohésive en trois étapes de calcul est comparé à un modèle sans zone cohésive avec une seule étape de calcul. Pour le calcul en une étape, le modèle est également constitué d'un film et d'un substrat. Les conditions aux limites de ce modèle sont décrites sur la Figure 4.11. Comme pour le modèle précédent, l'adhésion est parfaite à l'interface sauf sur une zone délaminée en forme de demi-ellipse. Dans ce modèle, dès le début du calcul, le film est fissuré et l'interface entre le film et le substrat est délaminée sur la demi-ellipse.

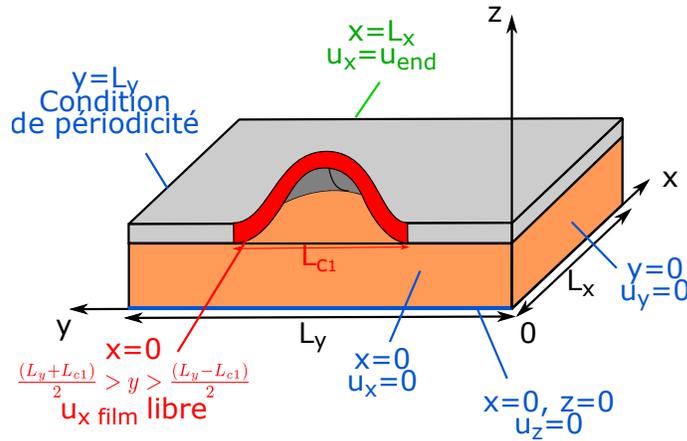


FIGURE 4.11 – Conditions aux limites pour le modèle en une seule étape.

Sur la Figure 4.12, l'évolution de la hauteur de la cloque en fonction de la déformation est tracée pour un calcul avec une seule étape et pour un autre calcul avec trois étapes. À 4% de déformation, la hauteur de cloque pour un modèle en une étape (courbe bleue) est bien plus importante que les hauteurs mesurées expérimentalement (points rond bleus), correspondant aux mesures des cloques de part et d'autre de la fissure. La hauteur de la cloque pour le calcul en trois étapes (courbe verte) est quant à elle comprise entre les deux points expérimentaux. En effet le film et le substrat ayant des comportements élastoplastiques, l'accumulation de la plasticité dans le film avant fissuration et flambage ne peut être négligée, influençant ainsi la hauteur de cloque finale via une diminution de l'énergie élastique disponible pour le flambement.

4.3.2 Modèle avec zone cohésive

Dans le paragraphe précédent, le chargement a été clairement défini et justifié. Dans cette partie, les paramètres de la zone cohésive seront identifiés, mais tout d'abord, le modèle avec une zone cohésive est décrit.

4.3.2.1 Description

Dans ce paragraphe, le modèle tridimensionnel de flambement avec une zone cohésive à l'interface entre le film et le substrat est détaillé.

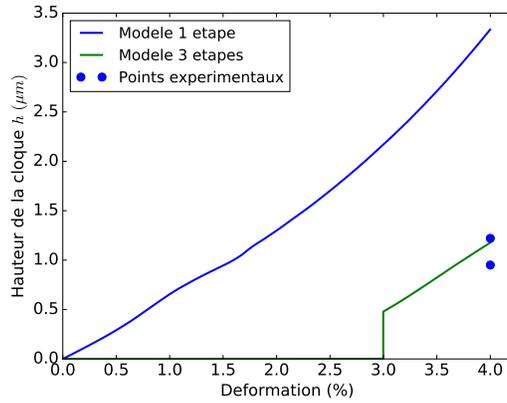


FIGURE 4.12 – Évolution de la hauteur de cloque pour un modèle en une étape et un modèle en trois étapes, en fonction de la déformation axiale.

Géométrie du modèle et conditions aux limites Le modèle est constitué de trois parties : un film d'argent, un substrat de Kapton et une zone cohésive, qui permettra de décrire le délaminage de l'interface film-substrat. Le film et le substrat ont les mêmes dimensions que pour le modèle sans zone cohésive. Les conditions aux limites sont les mêmes que celles décrites sur la Figure 4.8. Dans la troisième étape, le déplacement u_{end} imposé est défini de façon à atteindre la déformation en fin d'essai de traction, qui est égale à 15 %. Le comportement mécanique du film et du substrat est décrit dans la partie précédente (paragraphe 4.3.1.1). Les éléments de la zone cohésive sont de type brique à interpolation linéaire, mesurant $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ de cotés.

Pour induire le flambement, une petite imperfection géométrique est introduite en supprimant un élément cohésif le long du plan $x = 0$ en $y = L_y/2$, correspondant ainsi à une petite zone initialement délaminée. Ce petit défaut est au moins dix fois plus petit que l'étendue latérale de la cloque expérimentale finale.

Paramètres de la zone cohésive Un modèle cohésif est utilisé pour l'interface film/substrat. Le long du plan cohésif correspondant à l'interface, les composantes normales et tangentielles en ouverture et en traction sont définies selon les profils triangulaires décrits sur la Figure 4.13.

En mode I, seuls les composantes T_n et δ_n sont présentes alors qu'en mode II, ce sont les composantes T_t et δ_t . La combinaison des deux profils en mode mixte est définie avec

$$\begin{cases} T_{eq} = \sqrt{T_n^2 + T_t^2}, \\ \delta_{eq} = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2}. \end{cases} \quad (4.10)$$

Le crochet de Macaulay $\langle . \rangle$ représente la partie positive d'un nombre. Un état purement en compression n'induit donc pas d'endommagement, puisque le crochet de Macaulay est égal à 0. En mode I seul, G_{Ic} est défini par

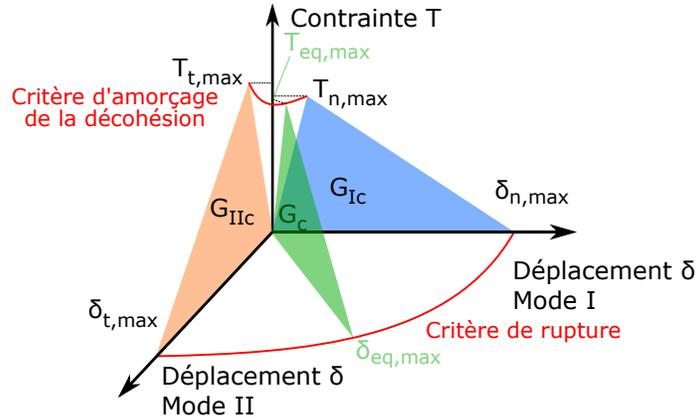


FIGURE 4.13 – Loi de traction-séparation bilinéaire.

$$G_{Ic} = \frac{1}{2} T_{n,max} \delta_{n,max}, \quad (4.11)$$

et de manière identique en mode II, G_{IIc} est défini par

$$G_{IIc} = \frac{1}{2} T_{t,max} \delta_{t,max}. \quad (4.12)$$

En mode mixte, le critère d'amorçage de la décohésion, choisi pour ce modèle, est

$$\left(\frac{T_n}{T_{n,max}} \right)^2 + \left(\frac{T_t}{T_{t,max}} \right)^2 = 1. \quad (4.13)$$

La condition d'apparition d'une fissure localement en mode mixte s'écrit

$$G_c(\Psi) = \frac{1}{2} T_{eq,max} \delta_{eq,max}, \quad (4.14)$$

où

$$G_c(\Psi) = G_{Ic}(1 + \tan^2((1 - \lambda)\Psi)), \quad (4.15)$$

avec Ψ l'angle de mixité modale et λ un paramètre d'ajustement. L'angle de mixité modale normalisé Ψ^* est défini sous ABAQUS par

$$\Psi^* = \frac{2}{\pi} \tan^{-1}\left(\frac{T_t}{T_n}\right) = \frac{2}{\pi} \Psi. \quad (4.16)$$

Alors que l'angle de mixité modale Ψ varie entre 0° et 90° , l'angle normalisé Ψ^* varie entre 0 et 1. Les deux formules ci-dessus permettent ainsi de définir la dépendance de l'énergie de séparation à la mixité modale. Les paramètres de ce modèle seront identifiés dans la suite.

Détermination de la taille de cloque Trois paramètres de taille pour la cloque sont déterminés à l'issue du calcul : la hauteur h selon la direction z , la longueur a selon la direction de traction, qui

ici est la direction x et la demi-largeur b selon la direction y (Figure 4.5).

La hauteur h est déterminée comme pour le modèle sans zone cohésive. La taille de la cloque dans le plan (Oxy), c'est-à-dire la longueur a et la demi-largeur b , est définie à partir de l'étendue de la zone délaminée de l'interface film/substrat.

4.3.2.2 Détermination de l'étendue latérale de la cloque

Le modèle cohésif implanté dans ABAQUS est formulé en s'inspirant de la mécanique de l'endommagement. Dès lors que l'amorçage de la décohésion a lieu, la traction T_{eq} de la partie adoucissante est décrite selon

$$T_{eq} = (1 - D)K\delta_{eq}, \quad (4.17)$$

avec K la raideur initiale, prise suffisamment grande pour que $\delta_{eq,0}$ l'ouverture à l'amorçage de la décohésion, soit négligeable devant $\delta_{eq,max}$ l'ouverture critique. D est défini selon :

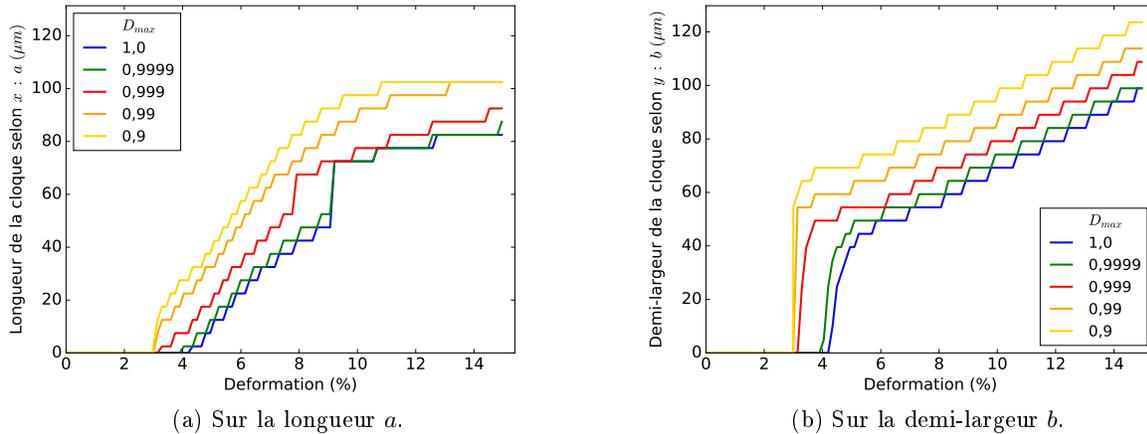
$$D = \frac{\delta_{eq,max}(\delta_{eq} - \delta_{eq,0})}{\delta_{eq}(\delta_{eq,max} - \delta_{eq,0})}, \quad (4.18)$$

La variable D varie entre 0 et 1. Lorsque D devient non nul, l'élément cohésif commence à s'endommager et formellement une fissure apparaît lorsque $D = 1$. Dans la pratique, un élément cohésif est considéré fissuré lorsque $T_{eq} \lesssim 10\% T_{eq,max}$, où $T_{eq,max}$ est la contrainte à l'amorçage de la décohésion. Cette inégalité correspond alors à une valeur de D , appelée D_{max} , telle que $D_{max} \lesssim 1$.

Dans ce paragraphe, il est déterminé à partir de quelle valeur maximale de la variable d'endommagement D_{max} , proche de 1, les éléments cohésifs sont considérés rompus. Pour cela, l'influence de cette valeur D_{max} sur la taille apparente de la cloque dans le plan (Oxy), c'est-à-dire sur la taille de la zone délaminée, est étudiée. La valeur de D_{max} à partir de laquelle la taille de la cloque converge sera choisie.

Cette étude est réalisée pour une contrainte à l'amorçage de la décohésion $T_{n,max}$ de 5 MPa, une énergie d'adhésion en mode I G_{Ic} de 2 J.m⁻² et un paramètre λ de 0,2. Ces valeurs seront justifiées dans le paragraphe suivant. De plus $T_{t,max}$ est pris égale à dix fois la valeur de $T_{n,max}$.

L'évolution de la taille de cloque au cours de la déformation est présentée sur la Figure 4.14, pour différentes valeurs de D_{max} variant de 0,9 à 1. Pour une même déformation imposée de 6 % par exemple, la différence entre la longueur et la demi-largeur pour un D_{max} de 0,9 et pour un D_{max} de 1,0 est égale à 30 μm , soit une variation par rapport à la valeur pour D_{max} égale à 1 de plus 150 % pour la longueur et de plus 75 % pour la demi-largeur. Cette importante différence correspond à 6 éléments cohésifs et ne peut être négligée. Il est donc important de bien choisir la valeur maximale de la variable d'endommagement pour étudier la taille de la cloque. À partir de D_{max} égal à 0,9999, la taille de cloque commence à converger puisqu'une différence maximale de 5 μm , correspondant à un élément, est observée. Une valeur maximale de décohésion D_{max} égale à 0,9999 est donc choisie pour déterminer l'étendue du délaminage et ainsi la taille de cloque.

FIGURE 4.14 – Influence de D_{max} sur la taille de cloque dans le plan (Oxy).

4.3.2.3 Identification des paramètres de la zone cohésive

Dans cette partie, les mesures expérimentales de géométrie de cloques au cours de la déformation présentées dans la partie 4.2 vont permettre d'identifier les paramètres du modèle cohésif. Trois paramètres vont être identifiés : la contrainte critique à l'amorçage de la décohésion en mode I $T_{n,max}$, l'énergie d'adhésion en mode I G_{Ic} et le paramètre d'ajustement pour la mixité modale λ de l'énergie d'adhésion, défini dans l'Équation 4.15.

Une démarche heuristique pragmatique en deux étapes a été utilisée afin d'identifier un jeu de paramètres permettant de rendre compte correctement des observations expérimentales. Cette première approche permet d'identifier un jeu de paramètres satisfaisant mais ne garantit pas qu'il soit optimal et n'assure pas son unicité. Une étude paramétrique plus complète de type plan d'expérience avec minimisation d'une fonction d'erreur pourra permettre de pallier à cela.

Deux valeurs de λ , correspondant aux valeurs classiques utilisées dans la littérature [48] sont étudiées $\lambda = 0,2$ (étape n° 1) et $\lambda = 0,4$ (étape n° 2). Pour chacune de ces deux valeurs, l'influence de l'énergie d'adhésion G_{Ic} est étudiée pour 0,5, 2 et 4 J.m^{-2} . En effet l'énergie d'adhésion d'une interface métal/polymère est de l'ordre de grandeur du J.m^{-2} [61, 88, 62]. La valeur de la contrainte critique d'endommagement $T_{n,max}$ est quant à elle ajustée pour les valeurs de 2, 5, 8, 20 et 30 MPa. La contrainte critique $T_{t,max}$ d'endommagement en mode II est toujours prise égale à dix fois la valeur de $T_{n,max}$. Les valeurs explorées pour les différents paramètres sont représentées Figure 2.15.

Le point de départ de cette démarche (étape 1a) pour une mixité modale $\lambda = 0,2$ correspond à l'étude de l'influence de l'énergie d'adhésion G_{Ic} , paramètre physiquement le plus représentatif de l'adhésion, pour une valeur de $T_{n,max} = 5$ MPa. Pour la meilleure valeur de G_{Ic} identifiée, la contrainte critique d'endommagement rendant le mieux compte de l'évolution de la forme de la cloque est choisie (étape 1b). Dans un deuxième temps, pour $\lambda = 0,4$, l'influence de $T_{n,max}$ (étape 2a) puis de G_{Ic} (étape 2b) en partant du meilleur couple identifié à $\lambda = 0,2$ est étudiée. Les résultats de ces deux étapes sont décrits dans les paragraphes suivants.

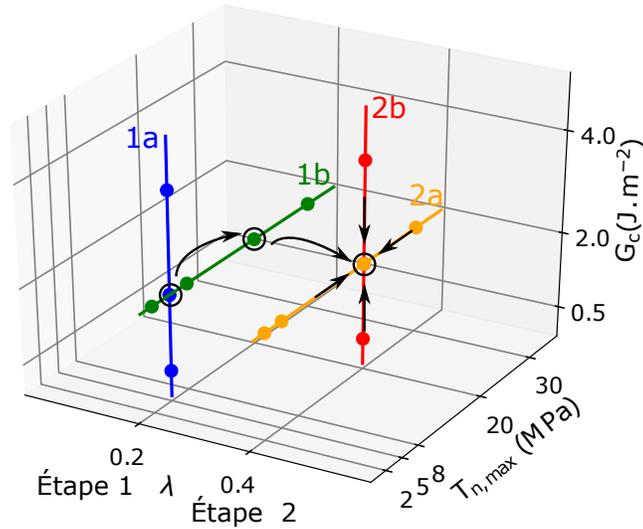


FIGURE 4.15 – Plan expérimental pour l'identification inverse des paramètres de la zone cohésive.

1^{ère} étape : pour $\lambda=0,2$ Dans un premier temps, l'influence des paramètres de la zone cohésive sont testés pour une valeur de λ égale à 0,2.

Influence de G_{Ic} (étape 1a) Pour une valeur de contrainte critique normale $T_{n,max}$ de 5 MPa, trois valeurs d'énergie d'adhésion en mode I sont testées : 0,5, 2 et 4 $J \cdot m^{-2}$. L'évolution des trois paramètres de taille de cloque est tracée en fonction de la déformation pour les trois valeurs d'énergie testées sur la Figure 4.16. La hauteur et l'étendue délaminiée de la cloque diminuent lorsque l'énergie d'adhésion augmente. En effet plus l'énergie d'adhésion est élevée, plus il est difficile de rompre les éléments cohésifs, c'est-à-dire plus il est difficile de délaminer l'interface film/substrat, réduisant ainsi la taille de la cloque.

La hauteur de cloque h expérimentale est proche de la hauteur obtenue pour une énergie de 2 $J \cdot m^{-2}$. La longueur de la cloque a expérimentale est comprise entre la longueur obtenue par le calcul pour une énergie de 2 $J \cdot m^{-2}$ et une énergie de 0,5 $J \cdot m^{-2}$. La demi-largeur de cloque b quant-à-elle est proche de celle obtenue pour une énergie de 0,5 $J \cdot m^{-2}$ au début de l'essai, puis pour une déformation supérieure à 6 %, elle est plus proche de la demi-largeur obtenue pour une énergie de 2 $J \cdot m^{-2}$.

Au vu de ces premiers résultats, l'énergie d'adhésion de l'interface film/substrat en mode I semble proche de 2 $J \cdot m^{-2}$ pour un paramètre d'ajustement $\lambda=0,2$.

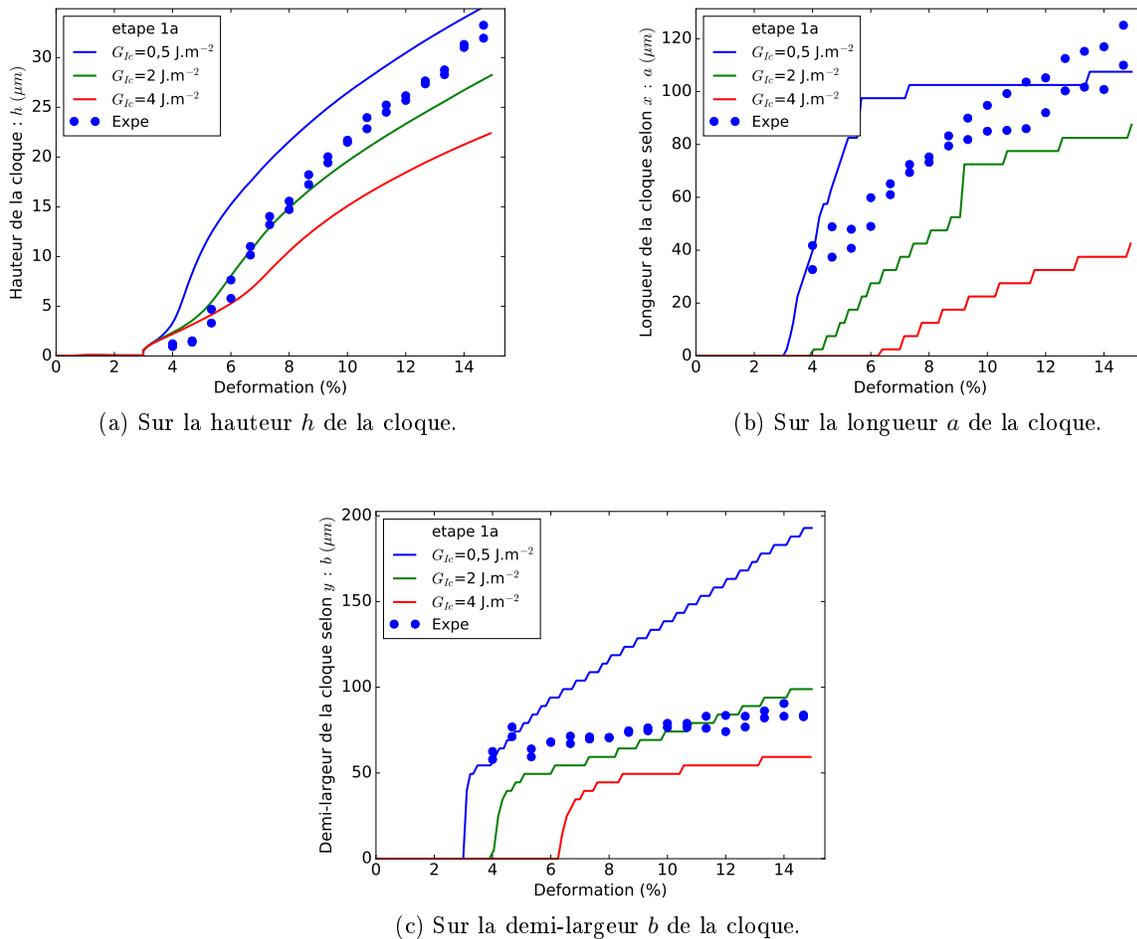


FIGURE 4.16 – Influence de G_c sur la taille de la cloque de délaminage pour $T_{n,max}=5$ MPa et $\lambda = 0,2$ (étape 1a).

Influence de $T_{n,max}$ (étape 1b) Pour une énergie d'adhésion G_{Ic} de 2 J.m⁻², pour laquelle les prédictions semblent proches des mesures, plusieurs valeurs de contrainte critique $T_{n,max}$ sont testées entre 2 et 30 MPa. L'évolution des trois paramètres de la taille de cloque est tracée sur la Figure 4.17.

La hauteur diminue mais la taille dans le plan (Oxy) augmente, lorsque la contrainte critique normale augmente. Cependant dans ce cas, la variation de la contrainte critique d'amorçage $T_{n,max}$ testée a très peu d'effet sur la taille de la cloque finale, variant d'une dizaine de pourcents dans le plan (Oxy) et selon la hauteur de la cloque. L'étendue de la cloque dans le plan (Oxy) pour une contrainte critique de 30 MPa ne suit pas la tendance des autres contraintes.

Pour la première étude, pour une valeur de $\lambda = 0,2$ et une énergie d'adhésion G_{Ic} de 2 J.m⁻², une contrainte critique d'amorçage de la décohéation de la vingtaine de mégapascals semble raisonnable.

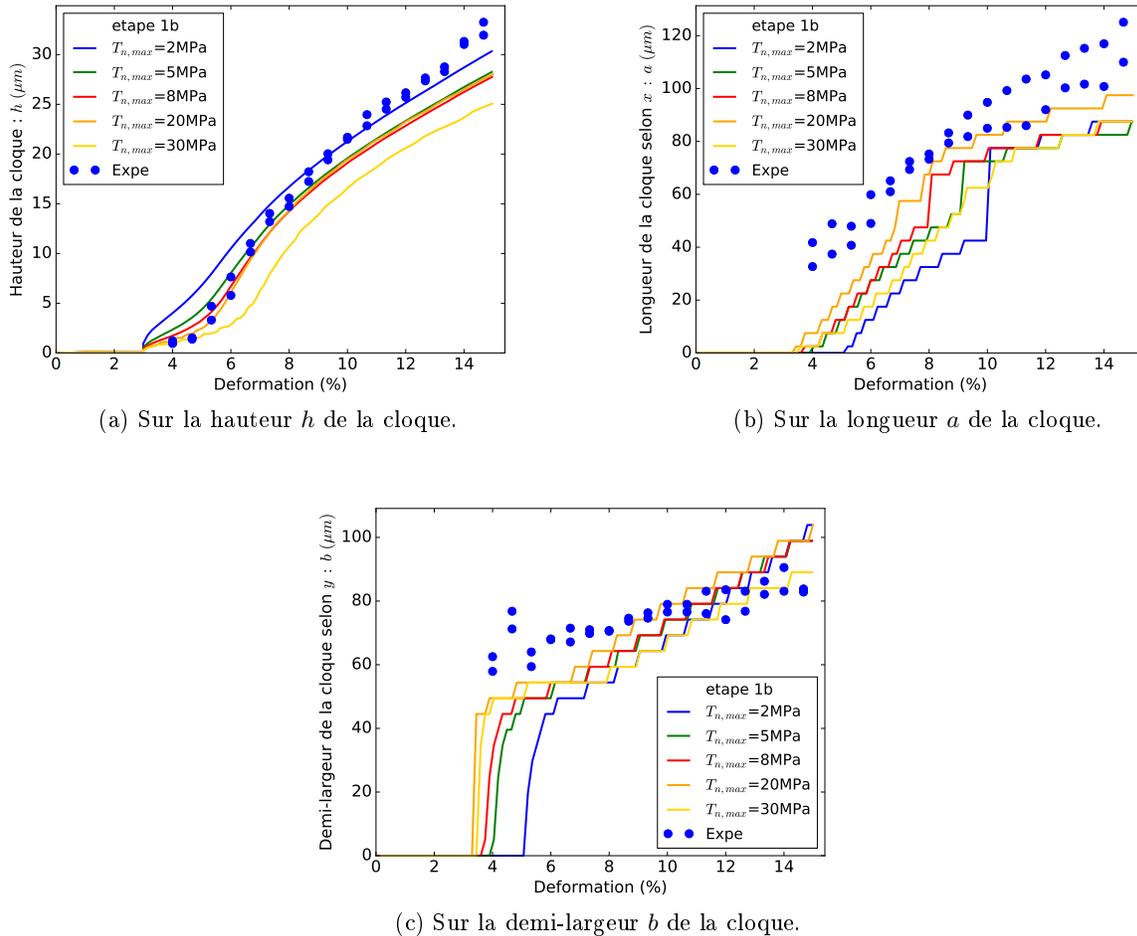


FIGURE 4.17 – Influence de $T_{n,max}$ sur la taille de la cloque de délamination pour $G_{Ic}=2 \text{ J.m}^{-2}$ et $\lambda = 0,2$ (étape 1b).

2^{de} étape : pour $\lambda=0,4$ Dans un second temps, les paramètres de la zone cohésive sont testés pour une valeur de λ égale à 0,4. Pour réaliser cette étude, les premiers paramètres testés sont ceux pour lesquels la cloque prédite la plus proche de l'expérimentale a été obtenue pour l'étude avec $\lambda=0,2$, c'est-à-dire une énergie d'adhésion de 2 J.m^{-2} et une contrainte critique de 20 MPa.

Influence de $T_{n,max}$ (étape 2a) Pour une énergie d'adhésion G_{Ic} de 2 J.m^{-2} , servant comme point de référence au vu de l'étude avec une valeur de λ égale à 0,2, plusieurs valeurs de contrainte critique $T_{n,max}$ sont testées entre 2 et 30 MPa. L'évolution des trois paramètres de la taille de cloque est tracée sur la Figure 4.18.

Pour une valeur d'énergie d'adhésion constante, la hauteur et la taille dans le plan (Oxy) diminue, lorsque la contrainte critique normale augmente. Bien que la variation de la contrainte critique ait peu d'effet sur l'étendue de la cloque selon la direction x , elle a un effet beaucoup plus marqué sur la hauteur de la cloque h et sa demi-largeur b selon la direction y . La demi-largeur selon

la direction y est proche de l'évolution prédite pour une valeur de contrainte critique de 20 MPa jusqu'à une déformation de 8 %, mais au-delà elle se rapproche de l'évolution pour une contrainte critique de 30 MPa. La hauteur et la longueur prédites les plus proches des valeurs expérimentales sont obtenues pour une valeur de contrainte critique de 20 MPa.

Avec cette analyse, la contrainte $T_{n,max}$ pour laquelle la cloque prédite est la plus proche des valeurs expérimentales est obtenue pour une contrainte critique de 20 MPa. Le profil de cloque obtenue pour cette valeur de λ de 0,4 est plus proche que ceux obtenues pour une valeur de λ de 0,2.

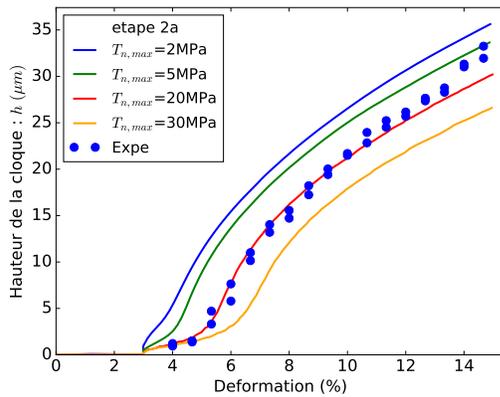
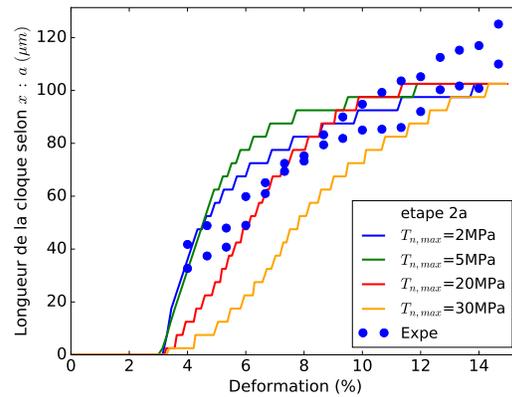
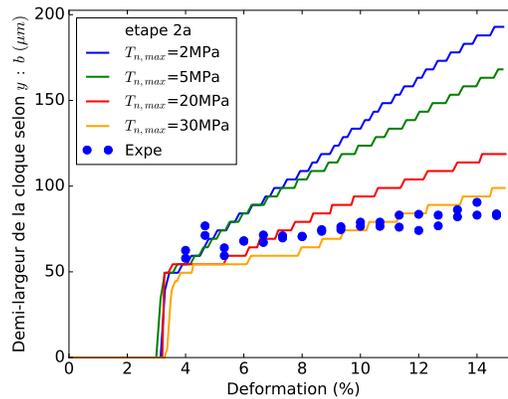
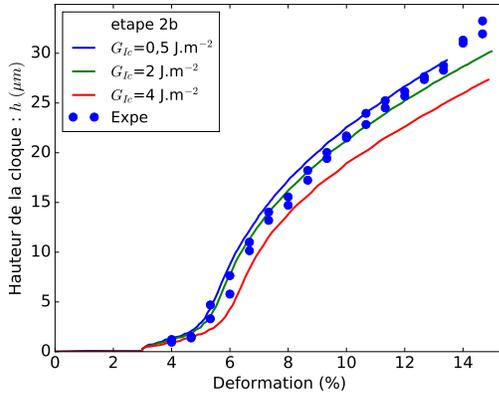
(a) Sur la hauteur h de la cloque.(b) Sur la longueur a de la cloque.(c) Sur la demi-largeur b de la cloque.

FIGURE 4.18 – Influence de $T_{n,max}$ sur la taille de la cloque de délaminage pour $G_{Ic}=2 \text{ J.m}^{-2}$ et $\lambda = 0,4$ (étape 2a).

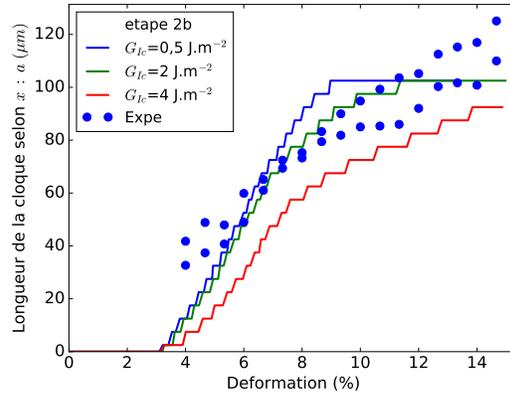
Influence de G_{Ic} (étape 2b) Pour une valeur de contrainte critique normale de $T_{n,max}$ de 20 MPa, trois valeurs d'énergie d'adhésion en mode I sont testées : 0,5, 2 et 4 J.m^{-2} . L'évolution des trois paramètres de taille de cloque est tracée sur la Figure 4.19, en fonction de la déformation pour les trois valeurs d'énergie testées. La taille de la cloque diminue lorsque l'énergie d'adhésion

augmente.

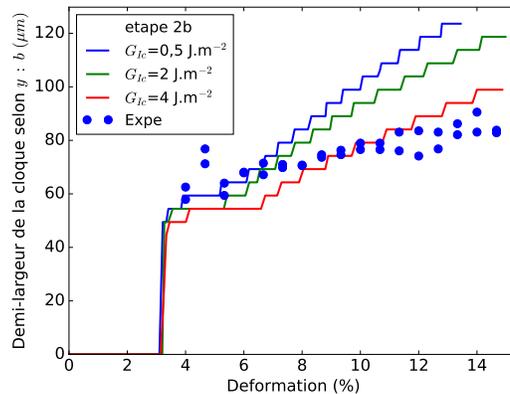
La hauteur de cloque h et la longueur a expérimentales sont proches de la hauteur obtenue pour une énergie de 2 J.m^{-2} . La demi-largeur expérimentale b selon la direction y est proche de la cloque prédite obtenue pour une énergie d'adhésion de $0,5$ ou 2 J.m^{-2} jusqu'à 6% de déformation, puis elle se rapproche de la cloque obtenue pour une énergie de 4 J.m^{-2} après. La cloque obtenue pour une énergie d'adhésion de 2 J.m^{-2} semble donner les meilleurs résultats.



(a) Sur la hauteur h de la cloque.



(b) Sur la longueur a de la cloque.



(c) Sur la demi-largeur b de la cloque.

FIGURE 4.19 – Influence de G_c sur la taille de la cloque de délamination pour $T_{n,max}=20 \text{ MPa}$ et $\lambda = 0,4$ (étape 2b).

Bilan de l'identification de paramètres Au vu des géométries de cloque obtenues pour les différents paramètres testés, les paramètres qui semblent permettent d'obtenir la cloque prédite la plus proche des mesures expérimentales sont rassemblés dans le Tableau 4.1. La valeur de l'énergie d'adhésion identifiée est de l'ordre de grandeur des énergies calculées dans la littérature. En effet l'équipe de Cordill [61] obtient une valeur de $4,5 \text{ J.m}^{-2}$, grâce à un modèle 2D pour des films de chrome sur polyimide. Toth [62] a réalisé une étude semblable à celle présentée ci-dessus par éléments finis,

également pour des films de chrome sur un substrat de polyimide. L'auteur avait identifié une énergie d'adhésion en mode I de 4 J.m^{-2} et en mode II de 8 J.m^{-2} , ainsi qu'une contrainte critique de 80 MPa.

	Valeurs identifiées
Paramètre d'ajustement λ	0,4
Contrainte critique de traction $T_{n,max}$	20 MPa
Énergie d'adhésion en mode I G_{Ic}	2 J.m^{-2}

Tableau 4.1 – Résultat de l'identification des paramètres du modèle cohésif de l'interface film/substrat.

Conclusions

Dans ce chapitre, le modèle de cloque en ride droite de Hutchinson et Suo [48] est présenté afin de montrer le couplage fort qui existe entre flambement et adhésion et la nécessité d'utiliser la mixité modale pour arrêter la propagation de la cloque.

Ensuite un modèle par éléments finis tridimensionnel a permis de réaliser une identification des paramètres d'adhésion d'un modèle cohésif pour l'interface film/substrat. Cette étude est réalisée en comparant les profils de cloques prédites à ceux mesurés expérimentalement, pour le premier type d'échantillon imprimé par sérigraphie. Ainsi en mode I une énergie d'adhésion de 2 J.m^{-2} et une contrainte critique de 20 MPa sont obtenues pour un paramètre d'ajustement λ de la dépendance à la mixité modale de 0,4. Ces valeurs sont comparables à celles obtenues dans la littérature pour des films de chrome sur polyimide. Dans un prochain travail, il serait néanmoins intéressant de prendre en compte le rôle de la contrainte résiduelle sur le profil de la cloque et ainsi que sur les paramètres de la loi cohésive décrivant d'adhésion.

Conclusions et perspectives

Dans ce manuscrit, la fiabilité mécanique de films minces métalliques d'argent déposés sur substrats souples de polyimide a été étudiée. Lorsqu'un film mince métallique déposé sur un substrat souple est étiré, dans un premier temps, des fissures se forment perpendiculairement à la direction de traction, puis dans un second temps, des cloques de délaminage apparaissent aux bords des fissures. Les deux mécanismes d'endommagement observés dans ce type de film sont donc la fissuration et le flambement. Ces deux mécanismes ont été caractérisés expérimentalement puis, les paramètres de deux modèles de zone cohésive ont été identifiés afin de permettre des prédictions quant à la fiabilité mécanique de ce type de système.

Caractérisation expérimentale Deux techniques expérimentales ont été développées, afin de permettre l'étude de la fissuration (sur les échantillons imprimés par jet d'encre) et du flambement (sur les échantillons imprimés par sérigraphie) :

- Pour la fissuration, des essais de traction ont été réalisés sous un microscope optique afin de suivre la propagation des fissures au cours de la déformation. Les images acquises au cours de l'essai ont ensuite été analysées grâce à un programme développé sous Scilab, qui permet d'obtenir des images binaires des fissures, par l'application de plusieurs filtres. Les fissures ont alors été examinées afin d'extraire des données statistiques, telles que l'espacement entre fissures.
- Pour le flambement, des essais de traction ont été menés sous interféromètre optique, afin d'obtenir le profil des cloques de délaminage au cours de l'essai. Pour les différents états de déformation, ces profils ont ensuite été ajustés à une fonction polynomiale connue afin d'extraire les trois paramètres de cloques : la hauteur, la longueur selon la direction de traction et la demi-largeur selon la direction transversale.

Les résultats de la caractérisation de la fissuration ont montré l'existence de deux régimes de fissuration : des fissures longues et droites, pour des échantillons ayant une épaisseur supérieure à $1,7\ \mu\text{m}$ et des fissures courtes et en forme de zigzag, pour des films ayant une épaisseur inférieure à $1,2\ \mu\text{m}$. Le régime de fissuration long est réhibitoire pour l'utilisation d'un système souple, puisque la propagation d'une fissure sur toute la largeur de l'échantillon entraîne l'ouverture du circuit électrique. Le second régime en zigzag détériore la capacité du circuit à transmettre le courant mais n'est pas réhibitoire et est donc intéressant.

Quel que soit le régime de fissuration, l'analyse de l'espacement entre fissures au cours de

la déformation a révélé que trois étapes se succèdent au cours de la fissuration : la germination, la multiplication et la saturation. L'espacement moyen à saturation entre fissures augmente avec l'épaisseur du film. Cet espacement est un paramètre important car il a permis d'identifier un modèle réaliste représentant la fissuration d'un film.

La caractérisation expérimentale de la fissuration et du flambement terminée, nous nous sommes intéressés à la compréhension des phénomènes observés en développant des modèles par éléments finis sous ABAQUS.

Fissuration Un premier modèle a été développé afin de calculer le taux de restitution d'énergie du film d'argent. Ce calcul est réalisé par couplage entre un essai de traction sous MEB permettant de mesurer l'avancée d'une fissure et deux calculs numériques avant et après propagation d'une fissure, permettant d'extraire l'énergie totale. Grâce à cette méthode un taux de restitution d'énergie de 16 J.m^{-2} a été calculé dans le film.

Il a ensuite été montré que l'origine des deux régimes de fissuration long et court est due à un effet géométrique de l'épaisseur du film. En effet l'étude de la propagation d'une fissure dans un modèle tridimensionnel utilisant des éléments de zone cohésive montre qu'une fissure se propage plus rapidement dans un film épais que dans un film mince. La fissure se propageant lentement dans le film mince, d'autres fissures ont la possibilité de germer autour. Toutes ces fissures vont ainsi interagir entre elles et limiter la propagation de la fissure sur la largeur de l'échantillon, alors que pour le film épais, la fissure se propage beaucoup plus rapidement et ne laisse pas la possibilité aux autres fissures de germer. Elle reste ainsi isolée et se propage sur tout l'échantillon en ligne droite.

Pour finir, l'étude de la fissuration a souligné les limites des modèles de Hu ou d'Agrawal, employés dans la littérature. Un modèle bidimensionnel par éléments finis a donc été développé afin de reproduire les différentes étapes de la fissuration, permettant ainsi d'obtenir un encadrement de l'espacement entre fissures au cours de l'essai. L'intérêt de ce modèle plus réaliste, avec des prédictions en accord avec les observations a été démontré. Il serait néanmoins intéressant de valider ce modèle pour d'autres matériaux pour le film et le substrat.

Flambement Le modèle de Hutchinson et Suo [48] a permis de rappeler le couplage fort existant entre flambement et adhésion ainsi que la nécessité d'utiliser la mixité modale pour observer un arrêt de la propagation de la cloque de délaminage. Un modèle par éléments finis a ensuite été implanté afin de réaliser une identification inverse des paramètres de zones cohésives à l'interface entre le film et le substrat. Ces paramètres sont :

- L'énergie d'adhésion entre le film et le substrat en mode I, G_{Ic} ;
- La contrainte critique à l'amorçage de la décohésion selon la direction normale $T_{n,max}$;
- Le paramètre d'ajustement λ de la définition de l'énergie d'adhésion en mixité modale.

Une comparaison entre la cloque obtenue par le suivi expérimental de l'échantillon imprimé par sérigraphie (type 1) et la cloque obtenue numériquement a permis d'identifier une énergie d'adhésion G_{Ic} de 2 J.m^{-2} , une contrainte critique $T_{n,max}$ de 20 MPa et un paramètre de mixité modale λ de

0,4. La détermination de ces paramètres est nécessaire pour apporter une meilleure compréhension du phénomène de flambement, dans l'optique de concevoir des circuits ayant une meilleure fiabilité.

Le modèle de flambement développé pour identifier les paramètres de l'interface film/substrat ne prend pas en compte les contraintes résiduelles. Or pour les films d'argent imprimés par sérigraphie, cette contrainte résiduelle a été évaluée à -71 MPa par DRX. La contrainte critique de flambement calculée avec le modèle de Hutchinson et Suo [48] est égale à 164 MPa. Ces deux valeurs de contraintes sont du même ordre de grandeur en valeur absolue. Il semble nécessaire d'évaluer l'influence de cette contrainte résiduelle dans le film, sur les conditions d'apparition et de croissance d'une cloque de délaminage. La contrainte résiduelle est bien plus faible dans les films déposés par jet d'encre, car elle a été mesurée à -17 MPa en moyenne. Cependant il serait intéressant de vérifier son effet, s'il existe, sur l'espacement entre fissures.

Conseils Au vu des différentes études réalisées, quelques conseils peuvent être énoncés quant à la conception de circuits électroniques constitués de films métalliques d'argent imprimés par jet d'encre et déposés sur substrats souples.

Puisque le régime long observé est réhibitoire contrairement au régime court qui peut encore laisser passer le courant une fois le film fissuré, il est conseillé d'imprimer des films minces ayant une épaisseur inférieure à 1,2 μm . Il serait intéressant d'explorer la gamme d'épaisseur entre 1,2 et 1,7 μm , qui n'a pas été étudiée au cours de cette thèse, afin d'obtenir une épaisseur de transition plus précise entre les deux régimes.

Cependant si une épaisseur supérieure à 1,7 μm doit être utilisée, l'espacement entre fissures est une bonne indication pour la conception de motifs. En effet si le motif a une taille inférieure à l'espacement entre fissures à saturation dans la direction de sollicitation, il ne devrait pas fissurer. Les espacements entre fissures à saturation pour les films ayant une épaisseur supérieure à 1,7 μm est comprise entre 15 et 30 μm . Cette taille de motifs est encore imprimable avec la technique par jet d'encre qui a une résolution de 10 μm . En utilisant le modèle bidimensionnel de fissuration, les espacements entre fissures obtenus numériquement peuvent être utilisés pour concevoir des motifs pour différentes épaisseurs de film et de substrat.

En outre l'étude des différentes épaisseurs de substrat a permis de dégager de premières tendances qui pourraient être utiles aux concepteurs. En effet l'espacement entre fissures à saturation augmente lorsque l'épaisseur du substrat diminue. Pour des films ayant une épaisseur supérieure à 1,7 μm , des motifs plus grands pourraient être envisagés en diminuant l'épaisseur du substrat. Pour les films ayant une épaisseur inférieure à 1,2 μm , fissurant en régime court, la déformation à saturation est atteinte plus rapidement pour les films imprimés sur des substrats minces. Pour retarder l'étape de saturation et ainsi espérer avoir une conduction suffisante du courant jusqu'à une déformation plus importante du système, l'épaisseur du substrat doit donc être augmentée. Une étude plus précise devrait cependant être réalisée car bien que l'étape de saturation soit retardée, l'espacement entre fissures est quant à lui diminué avec une épaisseur de substrat plus importante, ce qui pourrait entraîner une diminution de la conductivité électrique.

Perspective Ce travail a permis de caractériser mécaniquement la fiabilité mécanique de films minces métalliques sur substrats souples. Cependant ces systèmes étant utilisés dans des circuits électroniques, une composante importante n'est pas abordée dans cette étude, à savoir la fiabilité électrique au cours de la déformation. De nombreuses études ont déjà étudié le couplage entre la déformation mécanique et la conduction électrique [70, 74, 117, 118]. Afin d'étudier ce couplage, des mesures de résistance quatre points sont réalisées au cours des essais de traction. Avec cette technique, la déformation à rupture est estimée lorsque la résistance relative dévie de la résistance relative théorique. Pour le régime de fissuration court, la résistance augmente progressivement au cours de la déformation, en raison de l'apparition tout aussi progressive de nouvelles fissures courtes. Pour le régime de fissuration long, la résistance augmente de façon brutale, lorsque la première fissure apparaît. La résistance relative théorique est liée à l'élongation relative par la relation suivante :

$$\frac{R}{R_0} = \left(\frac{L}{L_0}\right)^2 = (1 + \varepsilon)^2, \quad (4.19)$$

avec R_0 la résistance initiale, L_0 la distance initiale entre les points de contacts de la mesure électrique, c'est-à-dire la longueur utile de l'essai de traction, R la résistance instantanée et L la longueur instantanée. Lorsque des fissures apparaissent, l'Équation 4.19 n'est plus valide. La faisabilité de ce type d'expériences pour nos échantillons a été démontrée au cours d'une étude réalisée lors d'un stage effectué par Michael Kitcher, comme l'illustre la courbe de la résistance relative en fonction de la déformation sur la Figure 4.20. Cette expérience a été réalisée sur un film de $0,5 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat de $125 \mu\text{m}$. La variation de la résistance relative de l'échantillon par rapport à la valeur théorique dépasse les 5 %, lorsque la déformation dépasse les 6,5 %. Bien que la résistance relative augmente, dégradant ainsi les propriétés électriques du film, le circuit reste fermé et le courant passe toujours.

Ce type d'expérience pourrait compléter l'étude réalisée dans ce manuscrit en donnant des bornes d'utilisation en déformation pour les films minces en fonction de leur conductivité au cours d'un essai de traction.

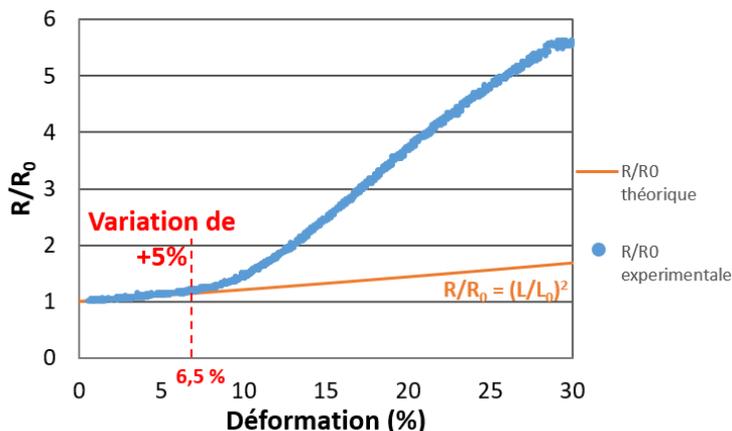


FIGURE 4.20 – Mesures électriques au cours d'un essai de traction.

Annexes

Sommaire

A	Mesure des propriétés plastiques par nanoindentation	164
B	Détails des différents échantillons	168
C	Évolution de l'encadrement de l'espacement entre fissures	169
D	Définition des coefficients de Dundur	174
E	Définition de la contrainte TIE	174

A Mesure des propriétés plastiques par nanoindentation

A.1. Considérations générales sur l'identification des propriétés mécaniques à partir de courbes d'indentation

Parmi les premiers auteurs à avoir travaillé sur l'identification de lois de comportement élasto-plastique à partir de courbes force-déplacement en indentation, Dao et al. [119], ont développé une méthodologie adaptée aux indenteurs auto-similaires. La loi de comportement identifiée est une loi de type Hollomon à écrouissage exponentiel décrite par les relations suivantes :

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon, & \text{pour } \sigma < \sigma_y, \\ \sigma = K\varepsilon^n, & \text{pour } \sigma > \sigma_y. \end{cases}$$

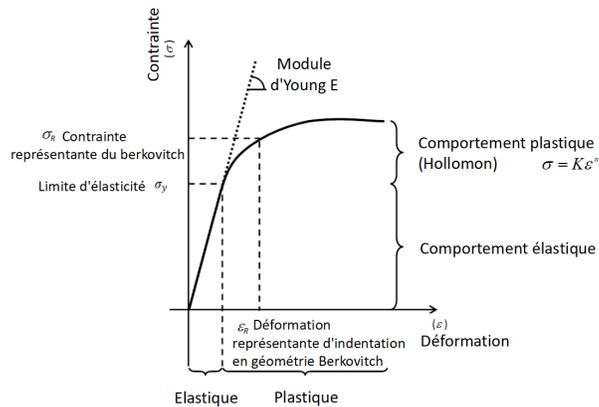


FIGURE 4.21 – Loi de comportement à écrouissage exponentiel.

Ils ont montré que pour identifier les deux paramètres indépendants de cette relation, à savoir n et σ_y , il est nécessaire de connaître :

- La courbe de charge complète de l'expérience d'indentation,
- La pente de décharge initiale,
- La profondeur résiduelle de l'empreinte d'indentation.

En effet, la courbe de charge seule peut correspondre à plusieurs couples de paramètres (non unicité de la solution). La méthode est très sensible aux erreurs expérimentales et numériques, notamment en ce qui concerne la pente de décharge initiale.

De nombreux auteurs ont proposé une solution à ce problème, comme [120] ou [121], qui préconisent l'utilisation de deux indenteurs coniques ou pyramidaux avec des angles différents. Cette question de non-unicité de la solution en indentation conique ou pyramidale a été étudiée par [122] démontrant également que l'indentation sphérique n'est pas concernée. Ainsi, certains auteurs tels que [123] ou [124] déterminent les paramètres de la loi de durcissement par un test d'indentation sphérique.

Quoi qu'il en soit, selon [124], l'unicité de l'analyse par indentation sphérique n'est valable que

pour deux paramètres décrivant le durcissement. Pour les lois de comportement décrites avec plus de paramètres (Ludwick, Voce ...), il n'y a pas de solution unique.

A.2. Description de la méthode utilisée

La méthode utilisée ici est basée sur l'analyse de la courbe de charge obtenue par indentation sphérique et la mesure de la topologie de l'empreinte résiduelle d'indentation par microscopie à force atomique (AFM). Cette approche tente de combiner les avantages des deux méthodes. L'échantillon est un film de nanoparticules d'argent de 1 μm d'épaisseur déposé et recuit conformément au protocole utilisé durant la thèse. Afin d'assurer une bonne qualité de mesure (tenue mécanique de l'échantillon), le matériau est déposé non plus sur du polyimide mais sur un substrat de silicium monocristallin (wafer $\langle 100 \rangle$ standard) recouvert d'une couche de silice de 500 nm. Tout d'abord, une série de dix mesures d'indentation standard est réalisée avec un indenteur pyramidal Berkovich auto-similaire permettant la détermination du module d'Young E du matériau en utilisant la méthode de mesure de rigidité continue (Continuous Stiffness Measurement) [125, 126]. Le module d'Young de la couche indentée est extrait des mesures effectuées en prenant en compte l'effet du substrat et de la couche de silice sous-jacente conformément à la méthode publiée par Mercier et al. [127] et dérivée de l'approche de Bec et al. [128]. Pour cette analyse, les propriétés suivantes des matériaux sont utilisées [129] :

Propriétés des matériaux	Valeur
Coefficient de Poisson du film d'Ag	0,37
Coefficient de Poisson de la Silice	0,17
Module d'Young du substrat (GPa)	167,0
Coefficient de Poisson du substrat	0,2
Module d'Young de l'indenteur (GPa)	1140
Coefficient de Poisson de l'indenteur	0,07

Tableau 4.2 – Propriétés des matériaux utilisées.

Les valeurs obtenues pour les modules d'Young du film d'argent et de la silice sous-jacente sont les suivantes :

	Module d'Young (GPa)
Film d'Ag	36,37 \pm 1
Silice	68,4 \pm 1

Tableau 4.3 – Valeurs de module d'Young mesurées.

Dans un deuxième temps, une série de dix mesures d'indentation sphérique est réalisée avec un indenteur de 1 μm de rayon jusqu'à un enfoncement maximal de 300 nm. Une série de modélisations par éléments finis de l'expérience d'indentation sur l'empilement est ensuite effectuée à l'aide du code de calcul Cast3M, en chargement progressif par pas de 3 nm jusqu'à l'enfoncement maximal.

Ces calculs sont effectués avec des paramètres n de la loi d'écroutissage de l'Argent variant pour des valeurs allant respectivement de 0,1 à 0,8, par pas de 0,1, et de 0,1 GPa à 0,8 GPa, par pas de 0,1 GPa. Les propriétés élastiques des matériaux utilisées sont celles des Tableaux 4.2 et 4.3.

De chaque simulation est ensuite extrait le pile-up et le travail plastique fourni W_{ind} au cours de l'indentation. Ce travail est défini comme la différence entre le travail fourni au cours de la charge et l'énergie élastique restituée lors de la décharge de l'indenteur. Le pile-up quant à lui quantifie l'importance du bourrelet créé autour de l'empreinte résiduelle d'indentation. Il est défini par la relation suivante :

$$\text{pile - up} = \frac{(h_r + h_b)}{h_r},$$

avec h_r et h_b la profondeur résiduelle d'indentation et la hauteur de bourrelet comme illustré sur la figure pile4.22.

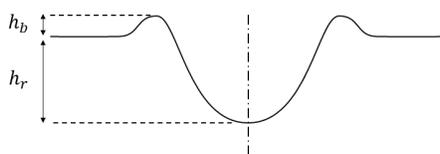


FIGURE 4.22 – Définition du pile-up.

Les valeurs de ces deux grandeurs sont ensuite interpolées sur la grille de simulation et permettent d'identifier le couple de $(n$ et $\sigma_y)$ le plus satisfaisant, c'est-à-dire celui pour lequel les valeurs expérimentales de pile-up et le travail plastique d'indentation sont les plus proches (au sens des moindres carrés) des valeurs obtenues par modélisation.

Les valeurs expérimentales de pile-up sont de $1,2 \pm 0,5$ (imprécision des mesures AFM) et la valeur du travail d'indentation est de $0,23 \pm 0,01$ pJ. L'imprécision de la mesure du travail d'indentation étant négligée, et, étant donné l'incertitude importante obtenue sur la mesure de pile-up, ceci correspond à une série de couples probables représentée en rouge sur les résultats de la simulation. Les bornes admissibles pour les valeurs de $(n ; \sigma_y)$ sont $(0,11 ; 0,270$ GPa) et $(0,36 ; 0,105$ GPa).

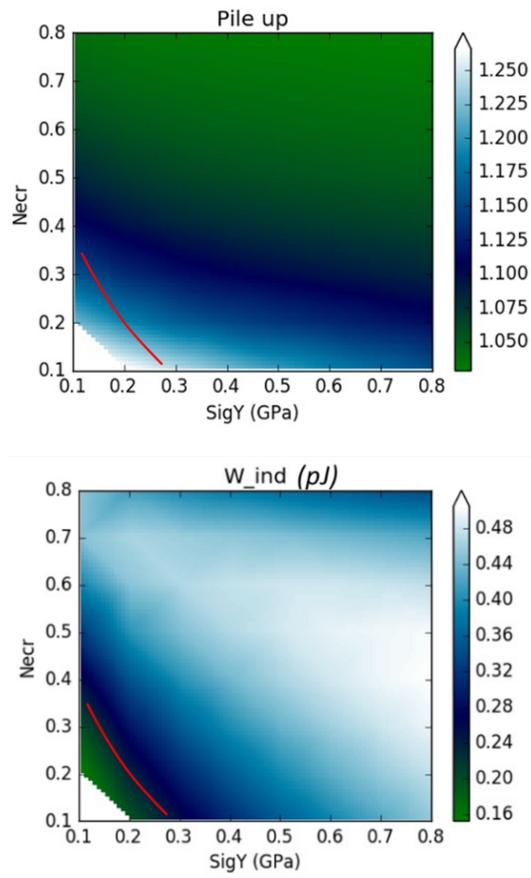


FIGURE 4.23 – Résultats de la modélisation d'indentation sphérique.

B Détails des différents échantillons

Numéro du test	e_f	e_s	R	ε_r	ε_{sat}
1	2,31	25	0,89	0,97%	3,42%
2	2,24	25	0,92	0,49%	3,43%
3	1,79	25	1,15	1,48%	4,94%
4	0,4	75	15,47	1,50%	13,00%
5	0,58	75	10,67	2,22%	12,48%
6	0,39	75	15,86	2,96%	11,82%
7	0,99	75	6,25	1,50%	8,00%
8	0,92	75	6,72	3%	8%
9	1,03	75	6,01	2,47%	8,41%
10	2,08	75	2,97	2,45%	4,90%
11	2,08	75	2,97	1,96%	6,89%
12	1,07	125	9,64	2,50%	11,00%
13	1,02	125	10,11	4%	12%
14	1,1	125	9,37	3,90%	11,71%
15	1,85	125	5,57	1,78%	7,57%
16	1,87	125	5,51	1,48%	8,37%
17	2,61	125	3,95	2,47%	7,91%
18	2,1	125	4,91	2,21%	7,35%
19	1,88	125	5,48	2,23%	5,79%
20	3,04	125	3,39	1,78%	4,46%

Tableau B.1 – Description des différents échantillons testés.

C Évolution de l'encadrement de l'espace entre fissures

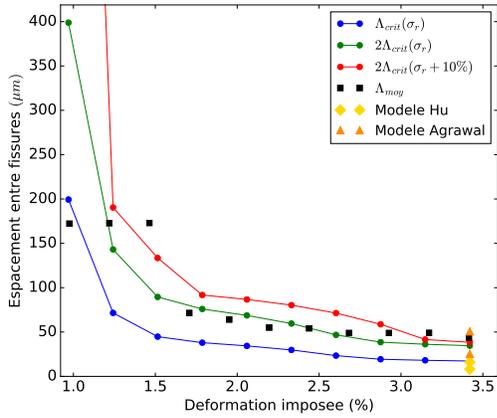


FIGURE C.1 – Film de 2,31 μm sur un substrat de 25 μm .

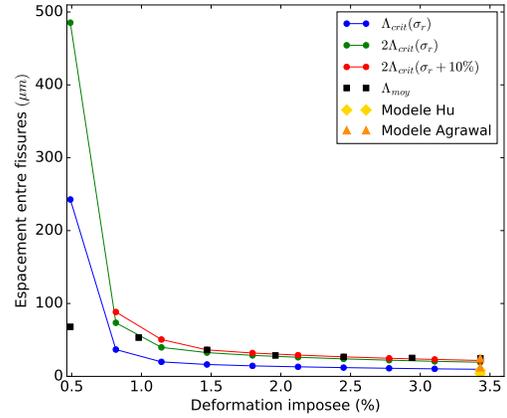


FIGURE C.2 – Film de 2,24 μm sur un substrat de 25 μm .

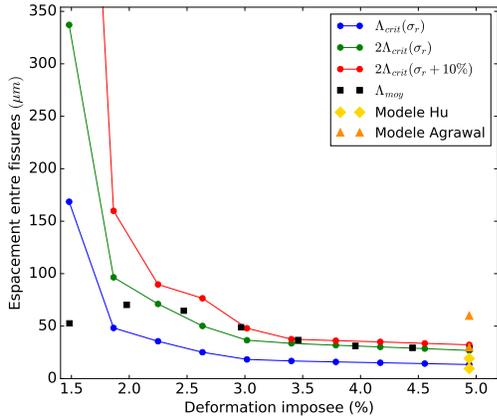


FIGURE C.3 – Film de 1,79 μm sur un substrat de 25 μm .

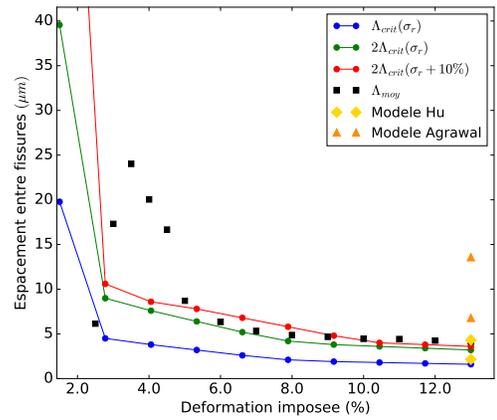


FIGURE C.4 – Film de 0,4 μm sur un substrat de 75 μm .

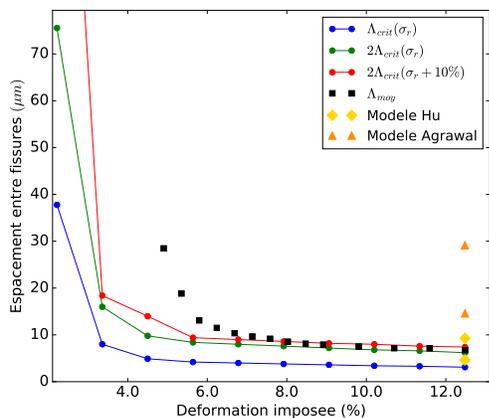


FIGURE C.5 – Film de $0,58 \mu\text{m}$ sur un substrat de $75 \mu\text{m}$.

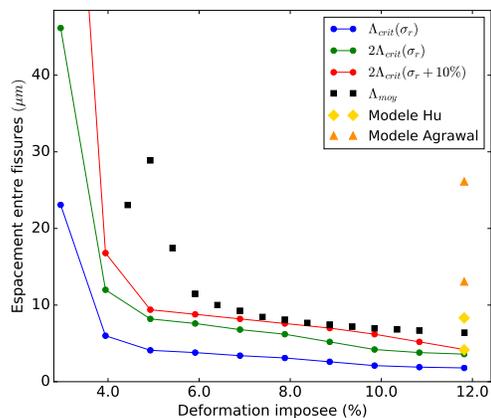


FIGURE C.6 – Film de $0,39 \mu\text{m}$ sur un substrat de $75 \mu\text{m}$.

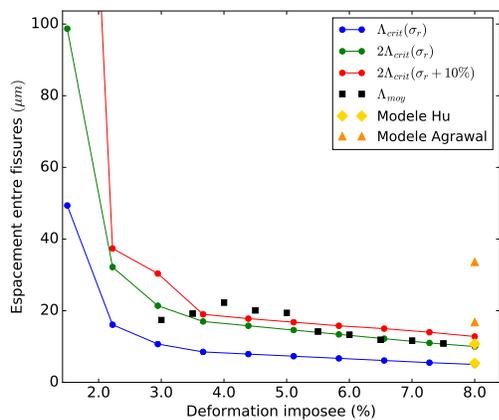


FIGURE C.7 – Film de $0,99 \mu\text{m}$ sur un substrat de $75 \mu\text{m}$.

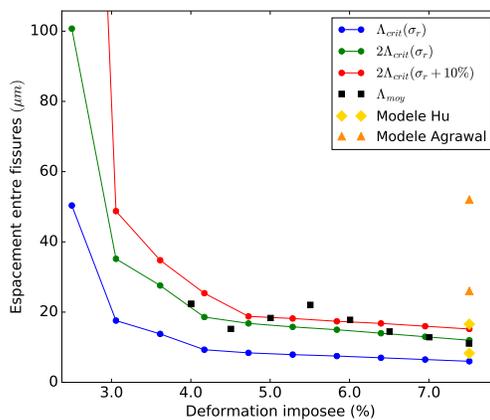


FIGURE C.8 – Film de $0,92 \mu\text{m}$ sur un substrat de $75 \mu\text{m}$.

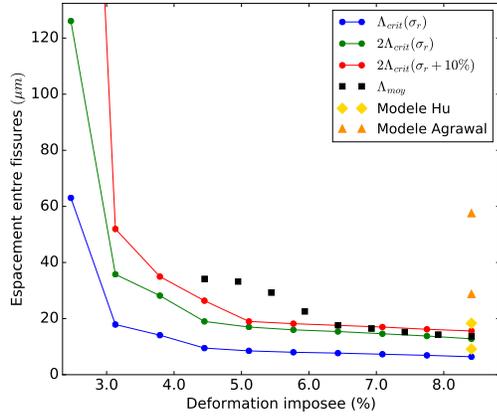


FIGURE C.9 – Film de 1,03 µm sur un substrat de 75 µm.

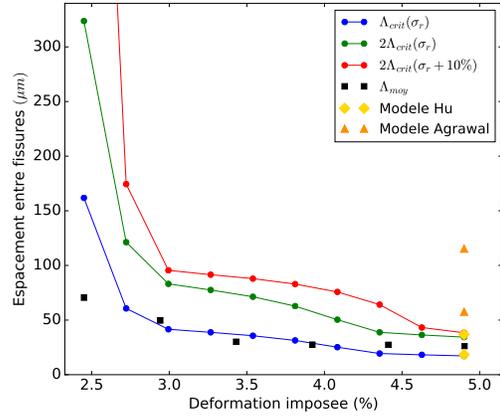


FIGURE C.10 – Film de 2,08 µm sur un substrat de 75 µm.

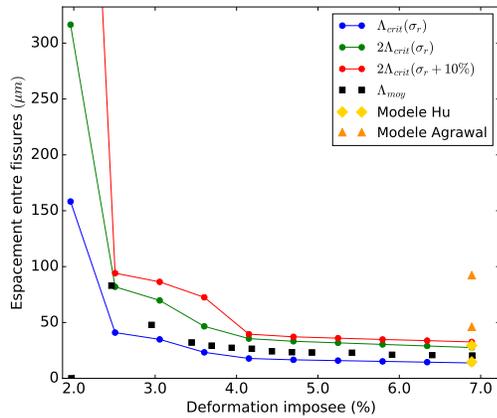


FIGURE C.11 – Film de 2,08 µm sur un substrat de 75 µm.

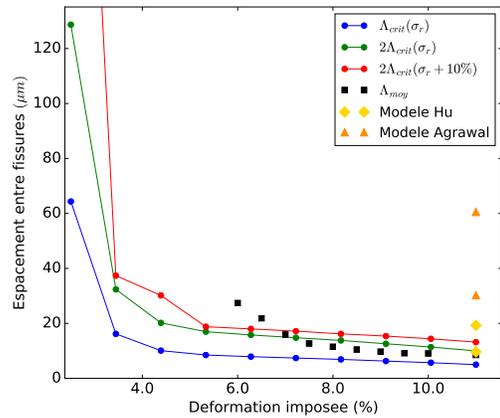


FIGURE C.12 – Film de 1,07 µm sur un substrat de 125 µm.

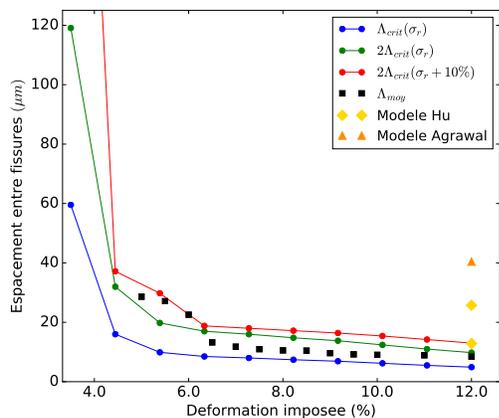


FIGURE C.13 – Film de 1,02 μm sur un substrat de 125 μm.

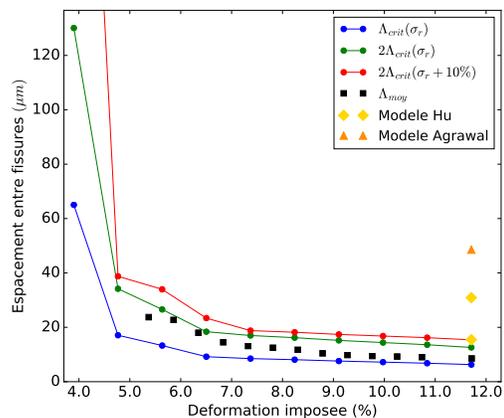


FIGURE C.14 – Film de 1,1 μm sur un substrat de 125 μm.

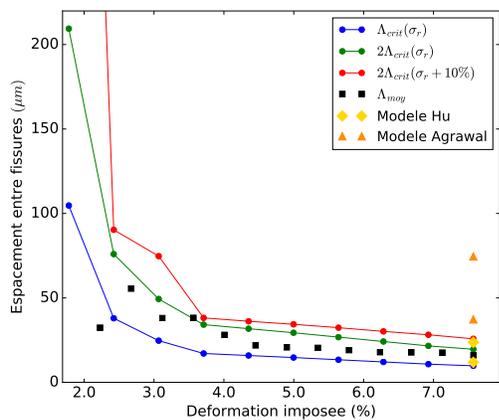


FIGURE C.15 – Film de 1,85 μm sur un substrat de 125 μm.

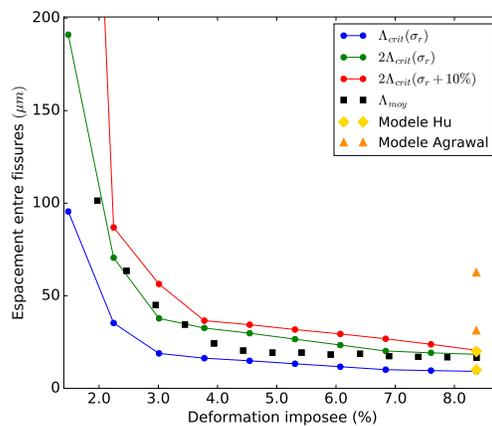


FIGURE C.16 – Film de 1,87 μm sur un substrat de 125 μm.

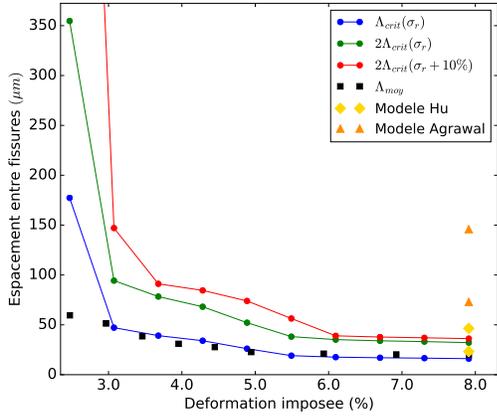


FIGURE C.17 – Film de 2,61 μm sur un substrat de 125 μm .

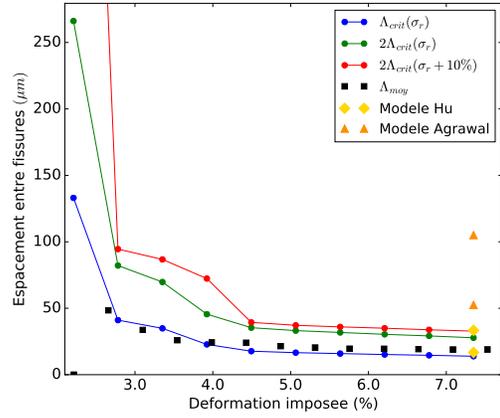


FIGURE C.18 – Film de 2,1 μm sur un substrat de 125 μm .

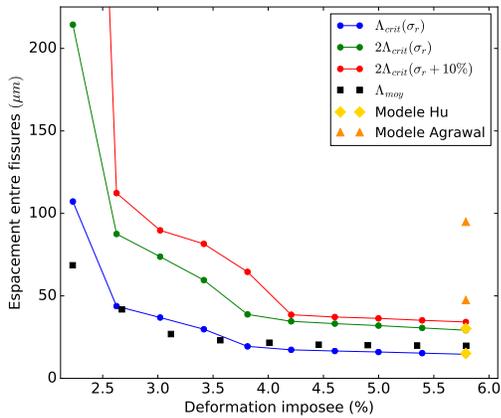


FIGURE C.19 – Film de 1,88 μm sur un substrat de 125 μm .

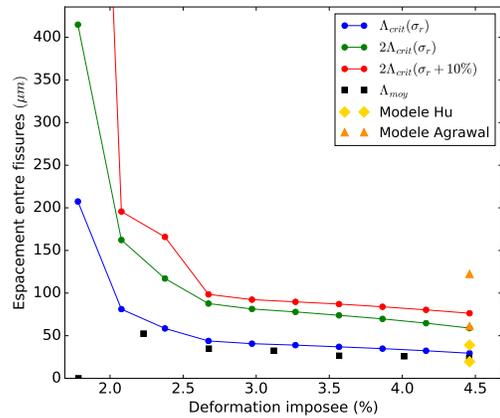


FIGURE C.20 – Film de 3,04 μm sur un substrat de 125 μm .

D Définition des coefficients de Dundur

Afin d'étudier l'interface d'un film sur un substrat, deux paramètres permettant de définir les désaccords élastiques entre les deux matériaux sont définis. Ces deux paramètres, α et β , sont appelés les coefficients de Dundur et sont définis par les Équations D.1 et D.2 suivantes :

$$\alpha = \frac{\overline{E}_f - \overline{E}_s}{\overline{E}_f + \overline{E}_s}, \quad (\text{D.1})$$

$$\beta = \frac{1}{2} \frac{\mu_f(1 - 2\nu_s) - \mu_s(1 - 2\nu_f)}{\mu_f(1 - \nu_s) + \mu_s(1 - \nu_f)}, \quad (\text{D.2})$$

avec $\overline{E} = E/(1 - \nu^2)$ le module de traction en déformation plane et $\mu = E/[2(1 + \nu)]$ est le module de cisaillement. Les indices s et f correspondent respectivement au substrat et au film. $\alpha = -1$ pour un substrat infiniment rigide. Il s'annule lorsque les propriétés du film et du substrat sont les mêmes et est égale à 1 pour un substrat infiniment complaisant. En déformation plane, lorsque les deux matériaux sont incompressibles ($\nu = 0,5$), β est nulle, mais le plus souvent $\beta = \alpha/4$ lorsque $\nu_s = \nu_f = 0,33$. Pour les matériaux à l'étude ici, $\alpha = 0,8$ et $\beta = 0,2 = \alpha/4$.

E Définition de la contrainte TIE

Les trois parties sont liées entre elles par une contrainte cinétique de type TIE, impliquant une surface « maitresse » et une surface « esclave ». Cette contrainte TIE permet d'assurer la continuité des déplacements entre les nœuds des deux surfaces liées. Les nœuds de la surface « maitresse » impose leur déplacement aux nœuds de la surface « esclave ». La surface « esclave » appartient à la partie la moins rigide. Dans le cas d'une contrainte entre une zone cohésive et une autre partie, la surface de la zone cohésive est forcément « esclave ».

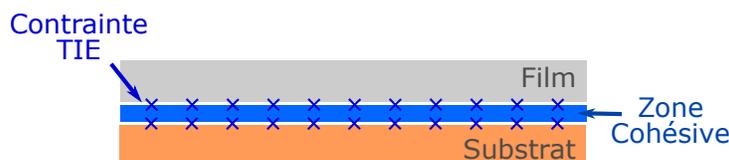


FIGURE E.1 – Schématisation des contraintes TIE pour liées les trois parties.

Références bibliographiques

- [1] J. A. ROGERS, T. SOMEYA et Y. HUANG. “Materials and mechanics for stretchable electronics”. *Science* 327.5973 (2010), p. 1603-1607.
- [2] L. XU, S. R. GUTBROD, A. P. BONIFAS, Y. SU, M. S. SULKIN, N. LU, H.-J. CHUNG, K.-I. JANG, Z. LIU, M. YING, C. LU, R. C. WEBB, J.-S. KIM, J. I. LAUGHNER, H. CHENG, Y. LIU, A. AMEEN, J.-W. JEONG, G.-T. KIM, Y. HUANG, I. R. EFIMOV et J. A. ROGERS. “3D multifunctional integumentary membranes for spatiotemporal cardiac measurements and stimulation across the entire epicardium”. *Nature Communications* 5 (2014).
- [3] H. C. KO, M. P. STOYKOVICH, J. SONG, V. MALYARCHUK, W. M. CHOI, C.-J. YU, J. B. GEDDES III, J. XIAO, S. WANG, Y. HUANG et J. A. ROGERS. “A hemispherical electronic eye camera based on compressible silicon optoelectronics”. *Nature* 454.7205 (2008), p. 748-753.
- [4] D. SETTE. “Functional printing : from the study of printed layers to the prototyping of flexible devices”. Thèse de doct. Université Grenoble Alpes, 2014.
- [5] S.-I. PARK, J.-H. AHN, X. FENG, S. WANG, Y. HUANG et J. A. ROGERS. “Theoretical and Experimental Studies of Bending of Inorganic Electronic Materials on Plastic Substrates”. *Advanced Functional Materials* 18.18 (2008), p. 2673-2684.
- [6] F. GARNIER, R. HAJLAOUI, A. YASSAR et P. SRIVASTAVA. “All-Polymer Field-Effect Transistor Realized by Printing Techniques”. *Science* 265.5179 (1994), p. 1684-1686.
- [7] Z. BAO, Y. FENG, A. DODABALAPUR, V. R. RAJU et A. J. LOVINGER. “High-Performance Plastic Transistors Fabricated by Printing Techniques”. *Chemistry of Materials* 9.6 (1997), p. 1299-1301.
- [8] J. A. ROGERS, Z. BAO, K. BALDWIN, A. DODABALAPUR, B. CRONE, V. R. RAJU, V. KUCK, H. KATZ, K. AMUNDSON, J. EWING et P. DRZAIC. “Paper-like electronic displays : Large-area rubber-stamped plastic sheets of electronics and microencapsulated electrophoretic inks”. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 98.9 (2001), p. 4835-4840.
- [9] E. MENARD, M. A. MEITL, Y. SUN, J.-U. PARK, D. J.-L. SHIR, Y.-S. NAM, S. JEON et J. A. ROGERS. “Micro- and Nanopatterning Techniques for Organic Electronic and Optoelectronic Systems”. *Chemical Reviews* 107.4 (2007), p. 1117-1160.
- [10] S. R. FORREST et M. E. THOMPSON. “Introduction : Organic Electronics and Optoelectronics”. *Chemical Reviews* 107.4 (2007), p. 923-925.

- [11] M. J. CORDILL. “Flexible film systems : Current understanding and future prospects”. *JOM* 62.6 (2010), p. 9-14.
- [12] S. WAGNER et S. BAUER. “Materials for stretchable electronics”. *MRS Bulletin* 37.3 (2012), p. 207-213.
- [13] K. D. HARRIS, A. L. ELIAS et H.-J. CHUNG. “Flexible electronics under strain : a review of mechanical characterization and durability enhancement strategies”. *Journal of Materials Science* 51.6 (2016), p. 2771-2805.
- [14] S. WAGNER, S. P. LACOUR, J. JONES, P.-h. I. HSU, J. C. STURM, T. LI et Z. SUO. “Electronic skin : architecture and components”. *Physica E : Low-dimensional Systems and Nanostructures* 25.2 (2004), p. 326-334.
- [15] S. P. LACOUR, S. WAGNER, R. J. NARAYAN, T. LI et Z. SUO. “Stiff subcircuit islands of diamondlike carbon for stretchable electronics”. *Journal of Applied Physics* 100.1 (2006), p. 014913.
- [16] I. M. GRAZ, D. P. J. COTTON, A. ROBINSON et S. P. LACOUR. “Silicone substrate with in situ strain relief for stretchable thin-film transistors”. *Applied Physics Letters* 98.12 (2011), p. 124101.
- [17] S. LACOUR, J. JONES, Z. SUO et S. WAGNER. “Design and Performance of Thin Metal Film Interconnects for Skin-Like Electronic Circuits”. *IEEE Electron Device Letters* 25.4 (2004), p. 179-181.
- [18] D.-Y. KHANG, H. JIANG, Y. HUANG et J. A. ROGERS. “A Stretchable Form of Single-Crystal Silicon for High-Performance Electronics on Rubber Substrates”. *Science* 311.5758 (2006), p. 208-212.
- [19] J. YOON, Z. ZHANG, N. LU et Z. SUO. “The effect of coating in increasing the critical size of islands on a compliant substrate”. *Applied Physics Letters* 90.21 (2007), p. 211912.
- [20] C. TSAY, S. P. LACOUR, S. WAGNER et B. MORRISON. “Architecture, Fabrication, and Properties of Stretchable Micro-Electrode Arrays”. *IEEE Sensors, 2005.* 2005, p. 1169-1172.
- [21] P. I. HSU, M. HUANG, Z. XI, S. WAGNER, Z. SUO et J. C. STURM. “Spherical deformation of compliant substrates with semiconductor device islands”. *Journal of Applied Physics* 95.2 (2003), p. 705-712.
- [22] T. TAKAHASHI, K. TAKEI, A. G. GILLIES, R. S. FEARING et A. JAVEY. “Carbon Nanotube Active-Matrix Backplanes for Conformal Electronics and Sensors”. *Nano Letters* 11.12 (2011), p. 5408-5413.
- [23] J. PERELAER, P. J. SMITH, D. MAGER, D. SOLTMAN, S. K. VOLKMAN, V. SUBRAMANIAN, J. G. KORVINK et U. S. SCHUBERT. “Printed electronics : the challenges involved in printing devices, interconnects, and contacts based on inorganic materials”. *Journal of Materials Chemistry* 20.39 (2010), p. 8446-8453.

-
- [24] C. GUILLÉN et J. HERRERO. “TCO/metal/TCO structures for energy and flexible electronics”. *Thin Solid Films* 520.1 (2011), p. 1-17.
- [25] D. S. HECHT et R. B. KANER. “Solution-processed transparent electrodes”. *MRS Bulletin, suppl. Solution-processed transparent electrodes* 36.10 (2011), p. 749-755.
- [26] A. ELSCHNER, S. KIRCHMEYER, W. LÖVENICH, U. MERKER et K. REUTER. *PEDOT : Principles and Applications of an Intrinsically Conductive Polymer*. CRC Press , 2011.
- [27] T. SEKITANI, H. NAKAJIMA, H. MAEDA, T. FUKUSHIMA, T. AIDA, K. HATA et T. SOMIYA. “Stretchable active-matrix organic light-emitting diode display using printable elastic conductors”. *Nature Materials* 8.6 (2009), p. 494-499.
- [28] W. M. CHOI, J. SONG, D.-Y. KHANG, H. JIANG, Y. Y. HUANG et J. A. ROGERS. “Biaxially Stretchable Wavy Silicon Nanomembranes”. *Nano Letters* 7.6 (2007), p. 1655-1663.
- [29] D. S. GRAY, J. TIEN et C. S. CHEN. “High-Conductivity Elastomeric Electronics”. *Advanced Materials* 16.5 (2004), p. 393-397.
- [30] D.-H. KIM, J. SONG, W. M. CHOI, H.-S. KIM, R.-H. KIM, Z. LIU, Y. Y. HUANG, K.-C. HWANG, Y.-w. ZHANG et J. A. ROGERS. “Materials and noncoplanar mesh designs for integrated circuits with linear elastic responses to extreme mechanical deformations”. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 105.48 (2008), p. 18675-18680.
- [31] D. S. GRAY, J. TIEN et C. S. CHEN. “High-Conductivity Elastomeric Electronics (Adv. Mater. 2004, 16, 393.)” *Advanced Materials* 16.6 (2004), p. 477-477.
- [32] Z. SUO, E. Y. MA, H. GLESKOVA et S. WAGNER. “Mechanics of rollable and foldable film-on-foil electronics”. *Applied Physics Letters* 74.8 (1999), p. 1177.
- [33] Y. SUN, J. H. L. PANG et W. FAN. “Nanoscale deformation measurement of microscale interconnection assemblies by a digital image correlation technique”. *Nanotechnology* 18.39 (2007), p. 395504.
- [34] D.-M. SUN, C. LIU, W.-C. REN et H.-M. CHENG. “A Review of Carbon Nanotube- and Graphene-Based Flexible Thin-Film Transistors”. *Small* 9.8 (2013), p. 1188-1205.
- [35] S.-T. HAN, Y. ZHOU et V. a. L. ROY. “Towards the Development of Flexible Non-Volatile Memories”. *Advanced Materials* 25.38 (2013), p. 5425-5449.
- [36] T. i. KIM, R. H. KIM et J. A. ROGERS. “Microscale Inorganic Light-Emitting Diodes on Flexible and Stretchable Substrates”. *IEEE Photonics Journal* 4.2 (2012), p. 607-612.
- [37] H. C. WEERASINGHE, F. HUANG et Y.-B. CHENG. “Fabrication of flexible dye sensitized solar cells on plastic substrates”. *Nano Energy* 2.2 (2013), p. 174-189.
- [38] K. XIE et B. WEI. “Materials and Structures for Stretchable Energy Storage and Conversion Devices”. *Advanced Materials* 26.22 (2014), p. 3592-3617.

- [39] R.-H. KIM, D.-H. KIM, J. XIAO, B. H. KIM, S.-I. PARK, B. PANILAITIS, R. GHAFARI, J. YAO, M. LI, Z. LIU, V. MALYARCHUK, D. G. KIM, A.-P. LE, R. G. NUZZO, D. L. KAPLAN, F. G. OMENETTO, Y. HUANG, Z. KANG et J. A. ROGERS. “Waterproof AllInGaP optoelectronics on stretchable substrates with applications in biomedicine and robotics”. *Nature Materials* 9.11 (2010), p. 929-937.
- [40] J. B.-H. TOK et Z. BAO. “Recent advances in flexible and stretchable electronics, sensors and power sources”. *Science China Chemistry* 55.5 (2012), p. 718-725.
- [41] D. SETTE, A. BLAYO, C. POULAIN et D. MERCIER. “Silver nanoparticle inkjet printed 17 GHz filter”. *Microwave Symposium Digest (IMS), 2013 IEEE MTT-S International*. 2013, p. 1-4.
- [42] D. SETTE, C. POULAIN, A. YAKOUB, M. SAADAOU, B. DUBOIS et A. BLAYO. “Study of the Electrical Contact in a Fully Inkjet Printed Membrane Switch”. *Holm Conference on Electrical Contacts (HOLM) , 2013 IEEE 59th*. 2013, p. 1-6.
- [43] A. CHORTOS et Z. BAO. “Skin-inspired electronic devices”. *Materials Today* 17.7 (2014), p. 321-331.
- [44] MC10. *Wearable Healthcare Technology & Devices | MC10*. 2017. URL : <https://www.mc10inc.com>.
- [45] M. BURGELMAN. “Thin film solar cells by screen printing technology”. *Proceedings of The Workshop Micro technology and Thermal Problems in Electronics*. 1998, p. 129-135.
- [46] R. CAUCHOIS, M. SAADAOU et K. INAL. “Impression et recuit de nanoparticules métalliques pour lélectronique imprimée”. *Techniques de l’Ingénieur* (2014), p. 27+-5.
- [47] S. KIM, S. WON, G.-D. SIM, I. PARK et S.-B. LEE. “Tensile characteristics of metal nanoparticle films on flexible polymer substrates for printed electronics applications”. *Nanotechnology* 24.8 (2013), p. 085701.
- [48] J. W. HUTCHINSON et Z. SUO. “Mixed Mode Cracking in Layered Materials”. *Advances in Applied Mechanics*. T. 29. 1992, p. 63-191.
- [49] A. A. GRIFFITH. “The Phenomena of Rupture and Flow in Solids”. *Royal Society of London Philosophical Transactions Series A* 221 (1921), p. 163-198.
- [50] T. L. ANDERSON. *Fracture Mechanics : Fundamentals and Applications, Fourth Edition*. CRC Press, 2017.
- [51] M. L. WILLIAMS. “Stress Singularities Resulting From Various Boundary Conditions”. *Journal of Applied Mechanics* 19.4 (1952), p. 526-528.
- [52] K. M. LIECHTI et Y. S. CHAI. “Asymmetric Shielding in Interfacial Fracture Under In-Plane Shear”. *Journal of Applied Mechanics* 59.2 (1992), p. 295-304.
- [53] Y. LETERRIER. *Fragmentation test method for adhesion analysis of coatings in situ in a microscope*. Lausanne, 2009.

-
- [54] M. J. CORDILL, A. TAYLOR, J. SCHALKO et G. DEHM. "Fracture and Delamination of Chromium Thin Films on Polymer Substrates". *Metallurgical and Materials Transactions A* 41.4 (2010), p. 870-875.
- [55] K. HU, Z. H. CAO, L. WANG, Q. W. SHE et X. K. MENG. "Annealing improved ductility and fracture toughness of nanocrystalline Cu films on flexible substrates". *Journal of Physics D : Applied Physics* 45.37 (2012), p. 375305.
- [56] Y. MEN, S. WANG, H. JIA, Z. WU, L. LI et C. ZHANG. "Experimental study on tensile bifurcation of nanoscale Cu film bonded to polyethylene terephthalate substrate". *Thin Solid Films* 548 (2013), p. 371-376.
- [57] M. S. HU et A. G. EVANS. "The cracking and decohesion of thin films on ductile substrates". *Acta Metallurgica* 37.3 (1989), p. 917-925.
- [58] D. C. AGRAWAL et R. RAJ. "Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface". *Acta Metallurgica* 37.4 (1989), p. 1265-1270.
- [59] J. L. BEUTH et N. W. KLINGBEIL. "Cracking of thin films bonded to elastic-plastic substrates". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44.9 (1996), p. 1411-1428.
- [60] J.-Y. FAOU, G. PARRY, S. GRACHEV et E. BARTHEL. "Telephone cord buckles a relation between wavelength and adhesion". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* (2014).
- [61] M. CORDILL, F. FISCHER, F. RAMMERSTORFER et G. DEHM. "Adhesion energies of Cr thin films on polyimide determined from buckling : Experiment and model". *Acta Materialia* 58.16 (2010), p. 5520-5531.
- [62] F. TOTH, F. G. RAMMERSTORFER, M. J. CORDILL et F. D. FISCHER. "Detailed modelling of delamination buckling of thin films under global tension". *Acta Materialia* 61.7 (2013), p. 2425-2433.
- [63] J.-Y. FAOU, G. PARRY, S. GRACHEV et E. BARTHEL. "Telephone cord buckles A relation between wavelength and adhesion". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 75 (Supplement C 2015), p. 93-103.
- [64] C. COUPEAU, P. GOUDEAU, L. BELLiard, M. GEORGE, N. TAMURA, F. CLEYMAND, J. COLIN, B. PERRIN et J. GRILHÉ. "Evidence of plastic damage in thin films around buckling structures". *Thin Solid Films* 469 (2004), p. 221-226.
- [65] R. BOIJOUX, G. PARRY, J.-Y. FAOU et C. COUPEAU. "How soft substrates affect the buckling delamination of thin films through crack front sink-in". *Applied Physics Letters* 110.14 (2017), p. 141602.
- [66] J.-Y. FAOU. "Mechanics of functional thin films : instabilities and adhesion". Thèse de doct. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013.
- [67] N. LU, Z. SUO et J. J. VLASSAK. "The effect of film thickness on the failure strain of polymer-supported metal films". *Acta Materialia* 58.5 (2010), p. 1679-1687.

- [68] M. CORDILL, A. TAYLOR, J. BERGER, K. SCHMIDEGG et G. DEHM. “Robust mechanical performance of chromium-coated polyethylene terephthalate over a broad range of conditions”. *Philosophical Magazine* 92.25 (2012), p. 3346-3362.
- [69] M. J. CORDILL et V. M. MARX. “Fragmentation testing for ductile thin films on polymer substrates”. *Philosophical Magazine Letters* 93.11 (2013), p. 618-624.
- [70] T. LI, Z. HUANG, Z. SUO, S. P. LACOUR et S. WAGNER. “Stretchability of thin metal films on elastomer substrates”. *Applied Physics Letters* 85.16 (2004), p. 3435.
- [71] T. LI, Z. HUANG, Z. XI, S. LACOUR, S. WAGNER et Z. SUO. “Delocalizing strain in a thin metal film on a polymer substrate”. *Mechanics of Materials* 37.2 (2005), p. 261-273.
- [72] T. LI et Z. SUO. “Ductility of thin metal films on polymer substrates modulated by interfacial adhesion”. *International Journal of Solids and Structures* 44.6 (2007), p. 1696-1705.
- [73] Y. XIANG, T. LI, Z. SUO et J. J. VLASSAK. “High ductility of a metal film adherent on a polymer substrate”. *Applied Physics Letters* 87.16 (2005), p. 161910.
- [74] N. LU, X. WANG, Z. SUO et J. VLASSAK. “Metal films on polymer substrates stretched beyond 50%”. *Applied Physics Letters* 91.22 (2007), p. 221909.
- [75] G.-D. SIM, S. WON, C.-y. JIN, I. PARK, S.-B. LEE et J. J. VLASSAK. “Improving the stretchability of as-deposited Ag coatings on poly-ethylene-terephthalate substrates through use of an acrylic primer”. *Journal of Applied Physics* 109.7 (2011), p. 073511.
- [76] V. M. MARX, C. KIRCHLECHNER, I. ZIZAK, M. J. CORDILL et G. DEHM. “Adhesion measurement of a buried Cr interlayer on polyimide”. *Philosophical Magazine* 0.0 (2014), p. 1-10.
- [77] Z. ZHANG et T. LI. “Effects of grain boundary adhesion and grain size on ductility of thin metal films on polymer substrates”. *Scripta Materialia* 59.8 (2008), p. 862-865.
- [78] W. XU, T. J. LU et F. WANG. “Effects of interfacial properties on the ductility of polymer-supported metal films for flexible electronics”. *International Journal of Solids and Structures* 47.14 (2010), p. 1830-1837.
- [79] H. JIN, W.-Y. LU, M. J. CORDILL et K. SCHMIDEGG. “In situ Study of Cracking and Buckling of Chromium Films on PET Substrates”. *Experimental Mechanics* 51.2 (2011), p. 219-227.
- [80] M. J. CORDILL et A. A. TAYLOR. “Thickness effect on the fracture and delamination of titanium films”. *Thin Solid Films* 589 (2015), p. 209-214.
- [81] A. A. TAYLOR, M. J. CORDILL, L. BOWLES, J. SCHALKO et G. DEHM. “An elevated temperature study of a Ti adhesion layer on polyimide”. *Thin solid films* 531 (2013), p. 354-361.
- [82] F. MACIONCZYK et W. BRÜCKNER. “Tensile testing of AlCu thin films on polyimide foils”. *Journal of Applied Physics* 86.9 (1999), p. 4922-4929.
- [83] A. A. TAYLOR, M. J. CORDILL et G. DEHM. “On the limits of the interfacial yield model for fragmentation testing of brittle films on polymer substrates”. *Philosophical Magazine* 92.25 (2012), p. 3363-3380.

-
- [84] A. A. TAYLOR, V. EDLMAYR, M. J. CORDILL et G. DEHM. "The effect of film thickness variations in periodic cracking : Analysis and experiments". *Surface and Coatings Technology* 206.7 (2011), p. 1830-1836.
- [85] S. FRANK, U. A. HANDGE, S. OLLIGES et R. SPOLENAK. "The relationship between thin film fragmentation and buckle formation : Synchrotron-based in situ studies and two-dimensional stress analysis". *Acta Materialia* 57.5 (2009), p. 1442-1453.
- [86] S. FRANK, P. A. GRUBER, U. A. HANDGE et R. SPOLENAK. "In situ studies on the cohesive properties of alpha-and beta-Ta layers on polyimide substrates". *Acta Materialia* 59.15 (2011), p. 5881-5892.
- [87] M. J. CORDILL, V. M. MARX et C. KIRCHLECHNER. "Ductile film delamination from compliant substrates using hard overlayers". *Thin Solid Films* 571 (Part 2 2014), p. 302-307.
- [88] M. CORDILL, K. SCHMIDEGG et G. DEHM. "Interface failure and adhesion measured by focused ion beam cutting of metal-polymer interfaces". *Philosophical Magazine Letters* 91.8 (2011), p. 530-536.
- [89] O. van der SLUIS, R. ENGELEN, P. TIMMERMANS et G. ZHANG. "Numerical analysis of delamination and cracking phenomena in multi-layered flexible electronics". *Microelectronics Reliability* 49.8 (2009), p. 853-860.
- [90] O. v. d. SLUIS, Y. Y. HSU, P. H. M. TIMMERMANS, M. GONZALEZ et J. P. M. HOEFNAGELS. "Stretching-induced interconnect delamination in stretchable electronic circuits". *Journal of Physics D : Applied Physics* 44.3 (2011), p. 034008.
- [91] S. JOO et D. F. BALDWIN. "Adhesion mechanisms of nanoparticle silver to substrate materials : identification". *Nanotechnology* 21.5 (2010), p. 055204.
- [92] I. LEE, S. KIM, J. YUN, I. PARK et T.-S. KIM. "Interfacial toughening of solution processed Ag nanoparticle thin films by organic residuals". *Nanotechnology* 23.48 (2012), p. 485704.
- [93] I. LEE, J. LEE, S. H. KO et T.-S. KIM. "Reinforcing Ag nanoparticle thin films with very long Ag nanowires". *Nanotechnology* 24.41 (2013), p. 415704.
- [94] E. PONS. "Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives". Thèse de doct. Université Grenoble Alpes, 2016.
- [95] *Abaqus 6.14 Documentation*. URL : <http://abaqus.software.polimi.it/v6.14/index.html>.
- [96] P. P. D. CAMANHO. *Mixed-Mode Decohesion Finite Elements for the Simulation of Delamination in Composite Materials*. 2002.
- [97] G. I. BARENBLATT. *The mathematical theory of equilibrium cracks formed in brittle fracture*. 1962.

- [98] D. S. DUGDALE. “Yielding of steel sheets containing slits”. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 8.2 (1960), p. 100-104.
- [99] V. TVERGAARD et J. W. HUTCHINSON. “The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids”. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 40.6 (1992), p. 1377-1397.
- [100] X.-P. XU et A. NEEDLEMAN. “Numerical simulations of fast crack growth in brittle solids”. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 42.9 (1994), p. 1397-1434.
- [101] *Kapton HN datasheet*. 2017. URL : <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-HN-datasheet.pdf>.
- [102] M. SUTTON, W. WOLTERS, W. PETERS, W. RANSON et S. MCNEILL. “Determination of displacements using an improved digital correlation method”. *Image and Vision Computing* 1.3 (1983), p. 133-139.
- [103] M. GREDIAC et F. HILD. *Full-Field Measurements and Identification in Solid Mechanics*. John Wiley & Sons, 2012.
- [104] *Correli STC®*. 2016. URL : <http://www.holo3.com/correli-stc%5C%C2%5CAE-afr17.html>.
- [105] J. W. HUTCHINSON. “Stresses and failure modes in thin films and multilayers”. *Notes for a Dcamm Course. Technical University of Denmark, Lyngby* (1996), p. 1-45.
- [106] T.-C. LI, R.-C. CHANG et Y.-C. LI. “Inkjet printed thin films on glass and polyimide substrates”. *Transactions of the Canadian Society for Mechanical Engineering* 37.3 (2013), p. 873-883.
- [107] R. CAUCHOIS, A. BORBÉLY, P. GERGAUD, M. SAADAOUI et K. INAL. “Microstrain and Residual Stress in Thin-Films Made from Silver Nanoparticles Deposited by Inkjet-Printing Technology”. *Advanced Materials Research* 996 (2014), p. 930-935.
- [108] *Scilab Module : Scilab Image and Video Processing toolbox*. 2017. URL : <https://atoms.scilab.org/toolboxes/SIVP>.
- [109] *Scilab Module : Image Processing Design Toolbox*. 2017. URL : <https://atoms.scilab.org/toolboxes/IPD/8.3.3>.
- [110] P. SOILLE. *Morphological Image Analysis : Principles and Applications*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [111] H. ABRAMS. “Grain size measurement by the intercept method”. *Metallography* 4.1 (1971), p. 59-78.
- [112] V. M. MARX, F. TOTH, A. WIESINGER, J. BERGER, C. KIRCHLECHNER, M. J. CORDILL, F. D. FISCHER, F. G. RAMMERSTORFER et G. DEHM. “The influence of a brittle Cr interlayer on the deformation behavior of thin Cu films on flexible substrates : Experiment and model”. *Acta Materialia* 89 (Supplement C 2015), p. 278-289.

-
- [113] I. BEN CHEIKH, G. PARRY, D. DALMAS et R. ESTEVEZ. “Study of Multi-cracking of brittle Thin Films and brittle/ductile Multilayers on Compliant substrate”. *21 st European Conference on Fracture*. Saint Diego, 2017.
- [114] D. LEGUILLON, J. LI et É. MARTIN. “Multi-cracking in brittle thin layers and coatings using a FFM model”. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 63 (2017), p. 14-21.
- [115] I. BEN CHEIKH, G. PARRY, R. ESTEVEZ, D. DALMAS et J. TEISSEIRE. “Study of the multi cracking of fragile films and assemblies of fragile/ductile films bonded on flexible substrate”. *21 st European Conference on Fracture*. Catania, 2016.
- [116] M. D. THOULESS, A. G. EVANS, M. F. ASHBY et J. W. HUTCHINSON. “The edge cracking and spalling of brittle plates”. *Acta Metallurgica* 35.6 (1987), p. 1333-1341.
- [117] B.-J. KIM, H.-A.-S. SHIN, S.-Y. JUNG, Y. CHO, O. KRAFT, I.-S. CHOI et Y.-C. JOO. “Crack nucleation during mechanical fatigue in thin metal films on flexible substrates”. *Acta Materialia* 61.9 (2013), p. 3473-3481.
- [118] M. J. CORDILL, O. GLUSHKO, J. KREITH, V. M. MARX et C. KIRCHLECHNER. “Measuring electro-mechanical properties of thin films on polymer substrates”. *Microelectronic Engineering* 137 (Supplement C 2015), p. 96-100.
- [119] M. DAO, N. CHOLLACOOP, K. J. VAN VLIET, T. A. VENKATESH et S. SURESH. “Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation”. *Acta Materialia* 49.19 (2001), p. 3899-3918.
- [120] N. CHOLLACOOP, M. DAO et S. SURESH. “Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters”. *Acta Materialia* 51.13 (2003), p. 3713-3729.
- [121] J. L. BUCAILLE, S. STAUSS, E. FELDER et J. MICHLER. “Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters”. *Acta Materialia* 51.6 (2003), p. 1663-1678.
- [122] Y.-T. CHENG et C.-M. CHENG. “Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements”. *Materials Science and Engineering : R : Reports* 44.4 (2004), p. 91-149.
- [123] M. BEGHINI, L. BERTINI et V. FONTANARI. “Evaluation of the stress-strain curve of metallic materials by spherical indentation”. *International Journal of Solids and Structures* 43.7 (2006), p. 2441-2459.
- [124] J.-M. COLLIN, G. MAUVOISIN, P. PILVIN et R. EL ABDI. “Identification des paramètres d’une loi de comportement élastoplastique par indentation continue sphérique”. *18ème Congrès Français de Mécanique (Grenoble 2007)* (2007).
- [125] W. C. OLIVER et G. M. PHARR. “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments”. *Journal of Materials Research* 7.6 (1992), p. 1564-1583.

- [126] W. C. OLIVER et G. M. PHARR. “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology”. *Journal of Materials Research* 19.1 (2004), p. 3-20.
- [127] D. MERCIER, V. MANDRILLON, M. VERDIER et Y. BRECHET. “Mesure de module dYoung dun film mince à partir de mesures expérimentales de nanoindentation réalisées sur des systèmes multicouches”. *Matériaux & Techniques* 99.2 (2011), p. 169-178.
- [128] S. BEC, A. TONCK et J. L. LOUBET. “A simple guide to determine elastic properties of films on substrate from nanoindentation experiments”. *Philosophical Magazine* 86.33 (2006), p. 5347-5358.
- [129] A. FISCHER-CRIPPS. *Nanoindentation*. 2nd. Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag New York, 2004.

Résumé Depuis une vingtaine d'années, des composants électroniques flexibles sont développés. Ces composants étant amenés à se tordre, à s'étirer et à se fléchir au cours de leur utilisation, le développement de composants ayant une bonne fiabilité mécanique est primordial. Ce travail s'est concentré sur les films métalliques d'argent déposés par impression jet d'encre ou sérigraphie sur des substrats de polyimide, servant à l'interconnexion électrique entre composants actifs. Deux mécanismes d'endommagement sont observables dans ces systèmes : la fissuration et le flambement par délaminage.

Premièrement, pour caractériser expérimentalement ces deux phénomènes, des tests de traction sont réalisés sous microscope optique, afin de suivre l'évolution des fissures au cours de la déformation et sous interféromètre optique, afin de suivre les cloques de délaminage. Une analyse d'images est réalisée afin d'obtenir l'évolution de l'espacement entre fissures au cours de la déformation. L'existence de deux régimes de fissuration est observée : la fissuration longue et droite pour les films épais et la fissuration courte et en forme de zigzag pour les films minces. Le suivi des profils de cloques permet d'obtenir l'évolution de leur forme au cours de la déformation.

Ensuite, afin d'éclairer les observations expérimentales, les phénomènes à l'étude sont modélisés par élément finis. Ainsi l'origine des deux régimes de fissuration est expliquée par un effet géométrique de l'épaisseur du film. Un modèle élastoplastique bidimensionnel de relaxation de contraintes dans le film permet d'obtenir un encadrement de l'espacement entre fissures au cours de la déformation. À partir du suivi des cloques, un modèle tridimensionnel permet de réaliser une identification des paramètres de la zone cohésive à l'interface film/substrat, où une énergie d'adhésion de 2 J.m^{-2} , une contrainte critique de 20 MPa et un paramètre de mixité modale de 0,4 sont déterminés. Ces valeurs sont en accord avec la littérature.

Mots-clés : Films minces métalliques sur substrats souples, Fiabilité mécanique, Impression jet d'encre et sérigraphie, Fissuration, Flambement, Délaminage, Caractérisation, Modèles éléments finis.

Abstract Over the past 20 years, new improvements in materials and processes led to the development of printed flexible electronics. Flexible electronics devices subjected to bending, twisting, or stretching during their lifetime, the development of device with high reliability is therefore of great importance for the efficiency of electrical connection. This work investigates the mechanical reliability of inkjet or screen-printed Ag thin films on polyimide substrates dedicated to the electrical interconnection of active components. Expected mechanical failure modes are film cracking and buckling delamination.

First of all, in order to characterize the two mechanisms, tensile tests are performed under an optical microscope to follow cracks and under an optical interferometer to follow buckles. In order to obtain crack spacing evolution during deformation, an image processing is realized. Two types of cracks are observed: long and straight cracking for thick films and small and zigzag shape cracking for thin films. The evolution of buckles shape with imposed tensile deformation is characterized.

In a second time, in order to understand experimental observations, mechanical failure modes are analysed with finite elements models. The origin of the two types of cracking are explained by a geometrical effect of film thickness. A elastoplastic shear lag bidimensional model gives upper and lower bounds of crack spacing during deformation. A three-dimensional model allows identification of cohesive zone model parameters at film/substrate interface, from experimental buckle shape. An adhesion energy of 2 J.m^{-2} , a critical strength of 20 MPa and a mode mixity parameter of 0.4 are determined. These values are in good agreement with literature.

Keywords: Thin metallic films on flexible substrates, Mechanical reliability, Inkjet printing and screen printing, Cracking, Buckling, Delamination, Characterization, Finite elements models.

