



Caractérisation micromécanique de matériaux en couche mince destinés aux micro- et nano- technologies

Cédric Seguneau

► To cite this version:

Cédric Seguneau. Caractérisation micromécanique de matériaux en couche mince destinés aux micro- et nano- technologies. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français. NNT : . tel-00508255

HAL Id: tel-00508255

<https://theses.hal.science/tel-00508255>

Submitted on 2 Aug 2010

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.

INSTITUT POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'Institut polytechnique de Grenoble

Spécialité : « Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie »

préparée au laboratoire SIMaP - Science et ingénierie des matériaux et des procédés

dans le cadre de **l'Ecole Doctorale**

« Ingénierie – Matériaux, Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés, Production »

présentée et soutenue publiquement

par

Cédric SEGUINEAU

le 17 Septembre 2009

***CARACTÉRISATION MICROMÉCANIQUE DE MATÉRIAUX EN COUCHE MINCE
DESTINÉS AUX MICRO- ET NANO- TECHNOLOGIES***

*Sous la direction de
Michel IGNAT*

JURY

M. Francis Maury	, Président
M. Francis Maury	, Rapporteur
M. Pascal Aubert	, Rapporteur
M. Michel Ignat	, Directeur de thèse
M. Lionel Dantas de Morais	, Examineur
M. Xavier Lafontan	, Examineur
M. Jean-Michel Desmarres	, Examineur
M ^{me} . Ann Whitrouw	, Invitée
M. Bharat Bhushan	, Invité

À Roger, mon grand-père, et Odette, mon arrière grand-mère,
qui ont finalement fait une pause au bord du chemin.

*« To see a world in a grain of sand,
And a heaven in a wild flower,
Hold infinity in the palm of your hand,
And eternity in an hour. »*
William Blake, *Auguries of innocence*

REMERCIEMENTS

Mes premiers remerciements vont tout d'abord aux membres du jury : Messieurs Aubert et Maury, qui ont volontiers accepté de consacrer une partie de leurs congés estivaux à la relecture attentive de mon manuscrit, ainsi que Madame Witvrouw et Monsieur Bhushan pour avoir accepté notre invitation à mon jury. Monsieur Dantas-de-Morais m'a également fait l'honneur de se prêter à l'exercice, et d'apporter le regard d'un industriel très apprécié sur ces travaux. Je le remercie ainsi pour avoir jugé mes travaux, sans oublier qu'il n'y a pas si longtemps, je le remerciais déjà pour un stage ingénieur. Je tiens également à citer l'ensemble des chercheurs et ingénieurs qui ont participé de près ou de loin à ce projet : Christophe Malhaire, Sebastiano Brida, mais aussi Sabine Lay et Francine Roussel d'Herbey.

Une pensée toute particulière est dédiée à mon directeur de thèse, Michel Ignat. Je le remercie notamment pour les discussions que nous avons pu avoir, animées et passionnées, sur de nombreux sujets. C'est par le débat, parfois contradictoire, toujours enrichissant, que ce projet a pu finalement voir le jour. Notre relation, fondée sur le respect mutuel, m'a permis de bénéficier de son expérience de la recherche et ainsi de fourbir mes premières armes de « chercheur ». Je n'oublie pas ses amis : bien que mes visites à Grenoble furent épisodiques, j'ai eu l'occasion de travailler avec des collaborateurs de qualité, Laurent Debove et Charles Josserond, sans qui la platine de microtraction n'aurait pu avoir la forme qu'elle adopte aujourd'hui.

Mes remerciements vont également vers Nova MEMS, et son fondateur Xavier Lafontan. Il est le pilier sur lequel je me suis appuyé tout au long de ces quatre années de thèse. Je tiens tout particulièrement à remercier Xavier pour son investissement de chaque instant, pour avoir cru en mes recherches et me donner les ressources nécessaires à leur épanouissement. Je tenterai de me montrer digne de l'opportunité qu'il m'offre de continuer après ma thèse au sein de son entreprise. Avec Nova MEMS, ce sont aussi mes collègues que je souhaite ici remercier. Pour la plupart, je les ai vu arriver dans notre petite PME, se former, s'aguerrir aux Micro- et Nano- Technologies. Nous formons aujourd'hui une équipe soudée, sur laquelle je n'ai jamais hésité à m'appuyer lorsque j'en avais besoin. Aussi, pour m'avoir supporté sans faillir, je remercie Djemel Lellouchi, Jérémie Dhennin, Adrien Broué, Guilhem Lamoise ou Clovis Lataste ; je n'oublie pas les « petits nouveaux », Mélanie Cabanel, Anthony Liot ou Thibaut Fourcade. Pour ce dernier, désormais thésard à son tour, tout comme pour Julien Martegoutte, thésard CNES, j'ai une pensée toute particulière en gardant en mémoire les demandes que j'ai pu formuler au cours de ma dernière année de thèse. Ils ont repris aujourd'hui le flambeau, et je suis conscient d'avoir été exigeant : ils ont pour l'instant toujours su répondre au delà de mes attentes. De manière plus générale, je tiens également à remercier les différents stagiaires que j'ai eu l'occasion d'encadrer et qui ont chacun contribué à la réussite de ce projet. Merci donc à Thomas, Nicolas, Benjamin, Jean-Baptiste et Florian.

Nova MEMS ne pourrait exister sans le département AQ/LE du CNES. En particulier, ma thèse a pu avoir lieu grâce à une volonté forte du service de s'ouvrir davantage aux technologies microsystemes ; je suis ainsi très reconnaissant à Francis Pressecq, chef du service, d'avoir fait le nécessaire pour me garder en thèse, et d'avoir préserver un environnement idéal pour la réalisation d'un tel projet. Le service AQ/LE m'a accueilli dès mon arrivée dans les locaux du CNES, au début de mon stage ingénieur, et ce chaleureux accueil s'incarne au travers de nombreuses personnes, qu'elles soient CNES ou partenaires ; le manque de place m'empêche ici de citer tout le monde... Cet accueil s'incarne tout particulièrement au travers de Jean-Michel Desmarres. Maître de stage puis encadrant de thèse, il est surtout un ami, avec qui les nombreuses heures de bureau en commun m'ont amené à partager chaque joie et chaque peine de ces années de thèse. Je le remercie bien sûr pour l'aide scientifique qu'il m'a apporté mais aussi pour le soutien de chaque instant, pour sa vision du projet, et pour son investissement. Il m'a toujours prêté une oreille attentive, y compris pour mes idées les plus farfelues ; il est, je l'espère, parvenu à m'inculquer quelques graines de sagesse.

Enfin, d'un point de vue personnel, cette thèse n'aurait jamais pu voir le jour sans le soutien sans faille de ma fiancée, Charlotte. Elle a partagé mes doutes et mes victoires, elle m'a soutenu lors de mes nuits parfois très raccourcies. Par la force des choses, elle a appris la science des matériaux ; j'espère qu'elle ne m'en tiendra pas rigueur. Je la remercie donc, et espère pouvoir un jour prochain lui rendre la pareille.

TABLE DES MATIÈRES

Remerciements	iv
Table des matières	vi
Introduction	1
I Caractérisation mécanique des micro-technologies	5
I.1 Microsystèmes ÉlectroMécaniques : définition & réalisation	6
I.1.1 Techniques de fabrication spécifiques	8
I.1.1.1 Gravures du silicium	8
I.1.1.2 Procédés de fabrication et microstructure	12
I.1.2 Difficultés de déploiement	14
I.1.2.1 Premiers démonstrateurs	14
I.1.2.2 Caractérisation : plusieurs approches	16
I.2 Mécanique des MEMS	19
I.2.1 Un défi de taille	19
I.2.1.1 Incertitudes sur les paramètres d'entrée	19
I.2.1.2 « Effet de taille »	20
I.2.1.3 Choix d'une technique de caractérisation mécanique	21
I.2.2 Matériaux et paramètres mécaniques associés	21
I.2.2.1 Matériaux utilisés dans les MEMS	22
I.2.2.2 Lois de comportement associées	23
I.2.2.3 Contraintes internes	26
I.2.3 Concevoir des éprouvettes adaptées	27
I.2.3.1 Géométrie et nature des éprouvettes	27
I.2.3.2 Structures autoportantes et précontraintes	28
I.2.3.3 Passage à l'état local, spécificités des MEMS	29
I.2.4 Une caractérisation mécanique adaptée	30
I.2.4.1 Différents critères de choix	30
I.2.4.2 Les choix de cette étude	35
I.3 Techniques de caractérisation : principes généraux	40
I.3.1 La Nanoindentation	40
I.3.1.1 De la microdureté à l'indentation instrumentée	40

I.3.1.2	Principe et premières analyses	42
I.3.1.3	Obtention des propriétés mécaniques intrinsèques	50
I.3.1.4	Application aux couches minces	52
I.3.2	La Microflexion	54
I.3.2.1	Principe	54
I.3.2.2	De la rhéologie aux propriétés mécaniques	56
I.3.2.3	Un facteur primordial : la géométrie des éprouvettes	62
I.3.3	La Microtraction	63
I.3.3.1	Principe et particularité	64
I.3.3.2	Dispositifs expérimentaux	69

II Méthodes et développements techniques 77

II.1	Microflexion de structures suspendues	80
II.1.1	Profil mince et module biaxial	80
II.1.2	Flèche : déplacements supplémentaires	83
II.1.2.1	Déformation locale sous le poinçon	84
II.1.2.2	Torsion	85
II.1.2.3	Déformation des encastremets	88
II.1.3	Localisation longitudinale du point d'application de la charge	91
II.1.3.1	Poutre encastrée-libre	92
II.1.3.2	Poutre bi-encastrée	92
II.1.4	Solutions technologiques	94
II.1.4.1	Table de positionnement piézoélectrique	94
II.1.4.2	Pointe Berkovich et pointe sphérique	97
II.1.4.3	Protocole d'essai	98
II.1.5	Essais de microflexion : synthèse et ouvertures	101
II.2	Banc de microtraction	103
II.2.1	Description du banc de mesure	104
II.2.1.1	Concept et originalités	104
II.2.1.2	Outils de mesures	105
II.2.2	Qualification de la platine	111
II.2.2.1	Réponse à une perturbation	112
II.2.2.2	Rigidité de la platine	116
II.2.2.3	Fluctuations de la température : influence sur les mesures	122
II.2.3	Synthèse et incertitude de mesure composée	128
II.3	Éprouvettes spécifiques	131
II.3.1	Choix et optimisation d'une géométrie	131
II.3.1.1	Cahier des charges	131

II.3.1.2	Optimisation de la géométrie	131
II.3.2	Élaboration des éprouvettes	136
II.3.2.1	Substrat souple	136
II.3.2.2	Film autoportant, gravure humide	140
II.3.2.3	Film autoportant, gravure ionique	143

III Résultats expérimentaux et discussions 153

III.1	Mesures et détermination des paramètres caractéristiques	156
III.1.1	Or électrodéposé	156
III.1.1.1	Essais de nanoindentation	157
III.1.1.2	Essais de microtraction	159
III.1.1.3	Essais de microflexion	162
III.1.1.4	Comparaison avec une caractérisation par gonflement de membrane	165
III.1.2	Aluminium pulvérisé	166
III.1.2.1	Essais de nanoindentation	166
III.1.2.2	Essais de microtraction	167
III.2	Détermination des propriétés élastiques	178
III.2.1	Module d'élasticité E , comparatif des résultats	178
III.2.1.1	Essais de nanoindentation, différentes méthodes	179
III.2.1.2	Essais de microflexion et gonflement de membrane	183
III.2.1.3	Comparaison avec les valeurs bibliographiques	185
III.2.1.4	Récapitulatif	187
III.2.2	Coefficient de Poisson ν	188
III.2.2.1	Méthode inverse	190
III.3	Déformations irréversibles	192
III.3.1	Caractérisation de la plasticité à partir d'un essai d'indentation	192
III.3.1.1	Évaluation de la dureté plastique	192
III.3.1.2	Estimations de la limite d'élasticité	194
III.3.2	Choix d'une loi de comportement et paramètres associés	195
III.3.2.1	Éprouvettes d'or électrolytique	196
III.3.2.2	Aluminium pulvérisé	198
III.3.3	Homogénéité de la déformation plastique	202
III.3.4	Déconsolidation de l'aluminium	204
III.4	Observations microstructurales	207
III.4.1	Or électrodéposé	208
III.4.1.1	Analyse microstructurale	208
III.4.1.2	Discussion	211

III.4.2 Aluminium pulvérisé	216
III.4.2.1 Évolution des propriétés des couches d'aluminium	216
III.4.2.2 Analyse microstructurale	218
III.4.2.3 Discussion	224
Conclusion	227
Bibliographie	231
Liste des figures	243
Annexes	250
A.1 Normalisations internationales	251
A.2 Analyse dimensionnelle	253
A.2.1 Théorème de Vaschy-Buckingham	253
A.2.2 Analyse dimensionnelle d'un essai d'indentation instrumenté	253
A.2.2.1 Paramètres d'entrée	254
A.2.2.2 Analyse dimensionnelle	254
A.3 Flexion de micropoutres	258
A.3.1 Poutre encastree-libre	258
A.3.1.1 Déformation des ancrages	258
A.3.2 Poutre encastree-encastree	259
A.3.2.1 Application d'une charge au centre de la structure	259
A.3.2.2 Insertion d'un défaut de positionnement longitudinal	262
A.4 Application de la microflexion à la caractérisation électromécanique de micro-interrupteurs	265
A.4.1 Principe	265
A.4.2 Actionnement électrostatique	265
A.4.3 La force de contact, un paramètre difficilement maitrisable	267
A.4.4 La microflexion comme outil de caractérisation de la structure suspendue . .	268
A.5 Dessins de définition des mors optimisés pour la microtraction	269

A.6	Essai de traction : maîtrise des mesures de déplacement	271
A.6.1	Limitation du risque de glissement	271
A.6.2	Déformation des parties non-utiles : modélisation analytique	272
A.6.3	Extensométrie optique : erreur de parallaxe	274
A.7	Essai de traction : caractérisation thermique	276
A.8	Microtraction : traitement des données	278
A.8.1	Filtre à réponse impulsionnelle finie	278
A.8.2	Incertitudes de type B sur les régressions linéaires	279
A.8.3	Méthode de Student	279
A.9	Loi de Hollomon : déformation maximale avant une instabilité plastique	281

Introduction

Le terme « micro- et nano- technologies » (ou MNT) est une dénomination qui englobe une réalité vaste, un secteur industriel en expansion croissante. La pénétration de ces nouvelles technologies dans la vie quotidienne est devenue visible depuis peu avec l'apparition de produits grand public qui exploitent les nouvelles fonctionnalités des MNT. Ces accéléromètres, capteurs de pression et autres microsystèmes sont autant de nouveaux composants qui étaient inconnus il y a encore quatre ans. Si un tel développement commence aujourd'hui à apparaître, c'est en grande partie dû à de nombreuses percées tant technologiques que scientifiques. Elles sont issues des techniques de fabrication de la microélectronique qui permettent de produire en masse des composants électroniques miniaturisés, puis ont progressivement dérivé vers la fabrication de pièces mécaniques dont les tailles avoisinent désormais le micron.

Pourtant, plusieurs obstacles ont été, et sont toujours, rencontrés lorsque l'on souhaite miniaturiser ainsi des pièces mécaniques : la matière — ou plutôt le *matériau* puisqu'il est mis en forme en vue de réaliser une fonction précise — change radicalement de comportement mécanique et physique. Cette difficulté, générale à l'ensemble des applications faisant appel à des matériaux dits « en couches minces », est mis en exergue avec les micro-technologies. La création d'actionneurs ou de capteurs nécessite des fonctions mécaniques actives, avec des besoins en dimensionnement et en fiabilité forts ; les difficultés sont encore amplifiées par les larges déformations, les contacts frottants ou les cyclages thermo-mécaniques que vont subir ces structures miniatures.

Pour ces raisons, la connaissance et la compréhension du fonctionnement de matériaux à une telle échelle constituent des objectifs stratégiques pour les industriels.

Les questions soulevées relèvent à la fois de l'intérêt industriel et de la recherche fondamentale en matériaux. Les fabricants (ou « fondeurs ») et utilisateurs sont intéressés pour disposer d'outils opérationnels leur garantissant une fiabilisation progressive de leurs filières de production, ou la capacité d'analyser un composant délivré par un fournisseur en vue d'une implémentation dans un système plus complexe. Avec l'essor des techniques de fabrication microsystème, les fabricants se sont tout d'abord multipliés avant de coalescer en structures plus importantes qui se sont avérées nécessaires pour supporter les coûts de développement. Car dans la mesure où les propriétés mécaniques et physiques d'une couche mince dépendent très fortement de l'état de sa microstructure, les variations et dérives des différentes étapes du procédé de fabrication qui se répercutent directement sur cette dernière occupent une place prépondérante dans toute problématique de fiabilisation des filières de production. Une compréhension en profondeur des liens existants entre les procédés de fabrication, la microstructure et le comportement mécanique de la couche mince est aujourd'hui un besoin primordial.

Si l'on considère qu'un matériau se définit par les éléments chimiques le constituant mais également par l'ensemble de ses propriétés mécaniques, alors nous pouvons affirmer qu'il y a autant d'aluminiums (par exemple) qu'il y a de fondeurs, et que chaque technique de fabrication mène à l'obtention de couches minces uniques, tant par leur microstructure que par leurs propriétés.

Dans ces conditions, la meilleure solution pour réussir à fiabiliser un nouveau composant consiste à se doter d'outils de caractérisation capables de fournir des informations justes et fiables sur le comportement mécanique de la couche, si possible dans des conditions proches des conditions de service du composant. Les difficultés techniques sont associées tant aux échelles mises en jeu qu'au manque crucial de points de comparaison en raison d'une part de la jeunesse de cette approche et des variations dans les matériaux choisis comme référence par chacun d'autre part.

Les enjeux scientifiques d'une telle approche sont également nombreux. En effet, à une telle échelle, certaines hypothèses sous-jacentes à la mécanique classique sont remises en question. Ainsi, il devient difficile de considérer une couche mince comme un milieu continu lorsque les dimensions du matériau avoisinent les dimensions caractéristiques de la microstructure. Depuis plusieurs années maintenant, de nombreux chercheurs se sont attachés à étudier les interactions qui pouvaient avoir lieu entre le comportement mécanique à cette échelle mésoscopique et les caractéristiques microstructurales de la couche.

Les travaux qui font l'objet de ce mémoire ont eu pour principal objectif le développement d'une solution opérationnelle pour la caractérisation de ces couches minces. En s'appuyant sur l'expertise et les compétences des laboratoires partenaires (SIMaP, CNES, INL et NOVAMEMS), plusieurs pistes ont été explorées. Si certaines se sont avérées infructueuses, plusieurs techniques de caractérisation semblent prometteuses, et font par conséquent l'objet de cette étude. Par technique de caractérisation, nous entendons le banc de mesure mais aussi la maîtrise de ce dernier et du protocole expérimental qui est nécessaire pour garantir des résultats fiables. Pouvoir s'affranchir des biais et dérives introduits par le processus de mesure permettrait d'étudier certains phénomènes qui animent aujourd'hui le milieu de la recherche : les tenants et aboutissants du fameux « effet de taille », les mécanismes régissant la plasticité des matériaux ou encore la tenue à la fatigue des couches minces sont autant de points sur lesquels le manque de techniques de caractérisation efficaces empêche l'apport de réponses vraiment pertinentes.

Nous nous attacherons ainsi à présenter la nanoindentation, et la microflexion qui en découle, ainsi que la microtraction, une technique développée à partir d'une platine prototype créée par mon directeur de thèse, Michel Ignat. En raison des points qui viennent d'être évoqués, nous proposons d'axer la présentation des travaux effectués sur la démarche rationalisée et rigoureuse qui nous amène à considérer, *in-fine*, les techniques de caractérisation à notre disposition comme des outils certes perfectibles, mais aptes à fournir des résultats fiables et pertinents. Un choix dans les différents résultats que nous avons obtenus a dû être effectué. Pour illustrer au mieux la démarche que nous venons d'exposer, nous avons choisi d'illustrer et d'argumenter nos propos à l'aide de la caractérisation de deux matériaux : une couche mince d'or électrolytique, de 4 μm d'épaisseur, et une couche d'aluminium déposé par pulvérisation dont l'épaisseur a varié entre 0,7 μm et 1,5 μm . Certains résultats originaux seront ainsi exposés. Par conséquent, nous ne ferons qu'évoquer les caractérisations que nous avons pu réaliser sur des éprouvettes bicouches composées d'une couche de cuivre déposée sur un substrat polyimide, et nous ne décrirons pas les résultats

obtenus lors d'une utilisation nouvelle de la microflexion pour la caractérisation couplée — électrique et mécanique — de micro-interrupteurs ohmiques. Sur ces deux derniers points, nous invitons le lecteur intéressé à se référer à la production scientifique qui a pu être publiée durant ces travaux.

Trois parties structurent cette étude. La première a pour vocation de réunir les concepts nécessaires à la compréhension des tenants et aboutissants des travaux réalisés. Elle présente donc dans un premier temps un aperçu de la nature des microsystèmes, et du comportement mécanique des matériaux les constituant. Suite à cette présentation, elle propose un bref panorama des techniques de caractérisation mécanique qui sont potentiellement pertinentes, avant de définir avec précision celles que nous avons sélectionnées : la nanoindentation, la microflexion et la microtraction. Une revue plus détaillée de ces techniques en particulier est ensuite proposée.

La deuxième partie s'attache à décrire plus en détail les développements qui ont été effectués sur les différentes techniques. Le premier chapitre est ainsi dédié à la microflexion, et aux solutions techniques qui sont proposées pour améliorer ses performances. Le deuxième est axé sur la microtraction, avec la présentation du concept original d'une platine nomade et symétrique, une recherche qui se veut la plus exhaustive possible des différentes sources d'imprécisions et la proposition de solutions techniques et méthodologiques pour assurer une bonne qualité des résultats. Le troisième chapitre, pour sa part, présente en détail la réalisation des éprouvettes : les travaux menés sur leur conception, leur optimisation, et l'analyse technologique des réalisations qui en ont découlé.

Enfin, la troisième partie dresse un bilan des différents résultats que nous avons pu obtenir sur les éprouvettes d'or et d'aluminium. Une première analyse des résultats est d'abord menée au vue des incertitudes évaluées dans la partie précédente, un deuxième chapitre est consacré à l'étude détaillée de la caractérisation de l'élasticité de ces matériaux, et un troisième se centre principalement sur les phénomènes liés aux déformations irréversibles. À l'occasion de ce chapitre, nous présentons un phénomène original observé sur les éprouvettes d'aluminium, qui fait l'objet d'une analyse plus minutieuse dans un quatrième chapitre qui propose quelques observations microstructurales et les discussions qui en découlent.

Caractérisation mécanique des micro-technologies

MICROSYSTÈMES ÉLECTROMÉCANIQUES : DÉFINITION & RÉALISATION

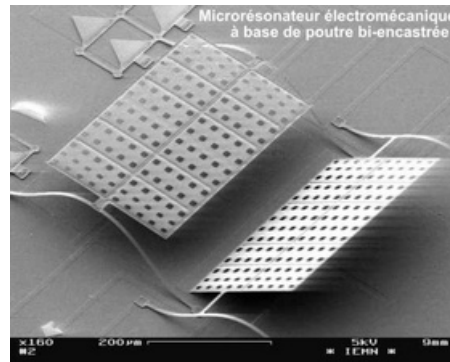


FIG. II - 1 – Micrographie d'un résonateur électromagnétique réalisée à l'IEMN.

Comme indiqué par la signification de son acronyme, un MEMS désigne un *système*, à l'échelle de quelques *micromètres*, qui possède principalement des fonctions *mécaniques* et *électriques*. Des capteurs ou des actionneurs sont ainsi conçus pour constituer une interface miniaturisée entre un circuit microélectronique et l'environnement physique (exemple en figure II - 1). Ces « micromachines » sont réalisées à l'aide des technologies issues de la microélectronique. En conséquence,

« *Since it is a photographic-like process, it is just as easy to build a million machines on the wafer as it would be to build just one.*¹ » Paul McWhorter, [McWhorter 09].

Avec cette phrase, le fondateur du *Sandia's Microsystems Program* présente ainsi l'un des principaux avantages des technologies microsystèmes : une production de masse au coût de revient faible. Cette technologie permet en effet la construction de systèmes complexes qui peuvent être fabriqués sans aucune étape d'assemblage — étape de toute façon irréalisable à une telle échelle. Encore « jeunes », les MEMS — ou plus généralement les micro- et nano-technologies dont les MEMS constituent un sous-ensemble — peuvent être qualifiés de technologie émergente, même si les principes de fabrication, transposés depuis l'industrie du semiconducteur, sont connus et éprouvés. En effet, les difficultés pour réaliser ces composants à une échelle industrielle sont nombreuses, et la fiabilisation des produits comme de leurs filières de fabrication nécessite encore aujourd'hui un effort financier considérable².

Ces systèmes miniaturisés sont, à l'instar de leurs homologues microélectroniques, et dans leur immense majorité, construits sur des substrats en silicium³. L'intégration de tels

¹« Dans la mesure où il s'agit d'un procédé semblable à la photographie, il est simplement aussi aisé de fabriquer un million de machines sur des substrats que d'en fabriquer juste une. »

²À ce sujet, se référer au concept de TRL, pour *Technology Readiness Level*, développé par la NASA [NASA 09].

³Aujourd'hui, de nouveaux substrats sont utilisés comme le quartz ou le saphir quand les propriétés physiques ou mécaniques du silicium ne peuvent pas répondre aux spécifications requises. A cet égard, nous citerons les

composants est ainsi optimisée, puisque le microcomposant et les puces microélectroniques associées peuvent être potentiellement élaborées simultanément, sur le même support.

La profusion de concepts et d'applications rend malaisée toute tentative de classification simple. Nous pouvons proposer dans un premier temps une distinction par les principes physiques mis en œuvre : mécaniques, mais aussi optiques, chimiques,... Les MOEMS sont ainsi des microsystèmes couplant des fonctions électriques, mécaniques et optiques. Ils constituent notamment un ensemble d'applications particulièrement intéressantes pour les fonctions de routage optique.

Outre ce classement par les fonctionnalités physiques réalisées, les MEMS peuvent être divisés en deux grands ensembles : les capteurs et les actionneurs. Généralement, tandis que les premiers captent une information de leur environnement pour le convertir en signal électrique (accéléromètre, gyroscope,...), les seconds convertissent, dans la majeure partie des cas, un signal électrique en une action mécanique (micro-interrupteurs par exemple). Cette approche ne présume en rien la source d'énergie utilisée. En effet, de nombreuses recherches sont actuellement menées afin de rendre ces microsystèmes autonomes : l'énergie électrique nécessaire est directement récupérée et convertie à partir de l'environnement à l'aide du microsysteme (utilisation des vibrations mécaniques, d'un champ électromagnétique, de cellules solaires miniaturisées,...).

Malgré la très grande diversité des conceptions et fonctions, les principes de fabrication, issus de la microélectronique, obéissent à plusieurs constantes. Bien que cette étude ne se soit pas concentrée sur la technologie et/ou la fabrication des microsystèmes, il est nécessaire de brièvement présenter les principales techniques de fabrication. En effet, il est aujourd'hui admis par l'ensemble des acteurs de ce secteur que les propriétés physiques et mécaniques des couches minces sont fortement dépendantes des conditions d'élaboration. Nous présenterons ensuite quelques difficultés historiquement rencontrées lors du déploiement de cette technologie, pour apporter un premier éclairage sur les enjeux de cette étude.

projets Européens SMARTIS (EURIMUS labelled) ou POLYNOE (EDA) dans lesquels NOVAMEMS est impliqué, ou encore le projet ANR R3MEMS.

I.1.1 Techniques de fabrication spécifiques

Nous présentons ici les différentes techniques de gravure et de mise en forme du substrat, qui sont une particularité des microsystèmes. Les techniques de dépôt des films minces et l'influence sur la microstructure des films minces sont ensuite évoquées.

I.1.1.1 Gravures du silicium

Il existe plusieurs techniques pour fabriquer des microsystèmes à partir d'un substrat (silicium ou autre). Le micro-usinage en volume, ou *bulk micromachining* en anglais, et le micro-usinage en surface, ou *surface micromachining*, en constituent les deux principales.

—— Micro-usinage en volume ——

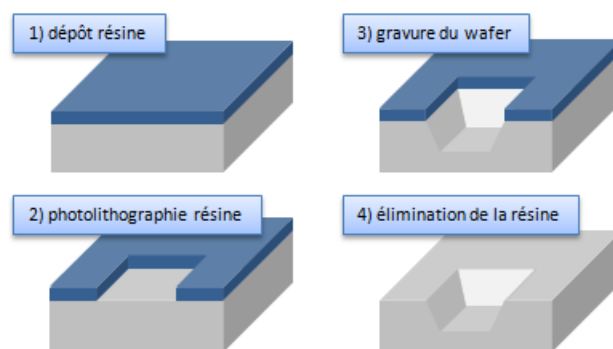


FIG. I1 - 2 – Illustration des 4 étapes principales constituant un micro-usinage en volume.

Il s'agit d'une technique de fabrication qui construit les éléments mécaniques constituant le MEMS à partir du wafer de silicium lui-même. Le substrat est évidé par gravures successives jusqu'à obtenir des structures de silicium fonctionnelles. Lors d'un procédé classique (figure I1 - 2), il est d'abord recouvert d'une résine photosensible qui est ensuite lithographiée pour exposer les parties à retirer. Le silicium est alors plongé dans une solution liquide — une solution KOH (de l'hydroxyde de potassium) par exemple — qui attaque le substrat suivant des directions préférentielles (liées à l'anisotropie du cristal de silicium). Une fois cette étape finie, la résine protectrice est retirée. Ces quatre étapes peuvent être réalisées plusieurs fois, sur les deux faces du wafer. La figure I1 - 3 présente différents exemples de motifs réalisables à l'aide d'une telle technique.

Cette technologie ne permet pas la réalisation de pièces extrêmement complexes, mais elle est relativement simple à mettre en place, et mène ainsi à un procédé industriel peu coûteux. Parmi les différentes applications industrielles existantes, nous pouvons citer les capteurs de pression qui sont fabriqués selon cette technique⁴, ou le secteur des transports

⁴De ce fait, ces capteurs offrent plusieurs avantages sur leurs homologues traditionnels, comme les faibles coûts de fabrication, la bonne répétabilité entre deux capteurs, et leur grande fiabilité.

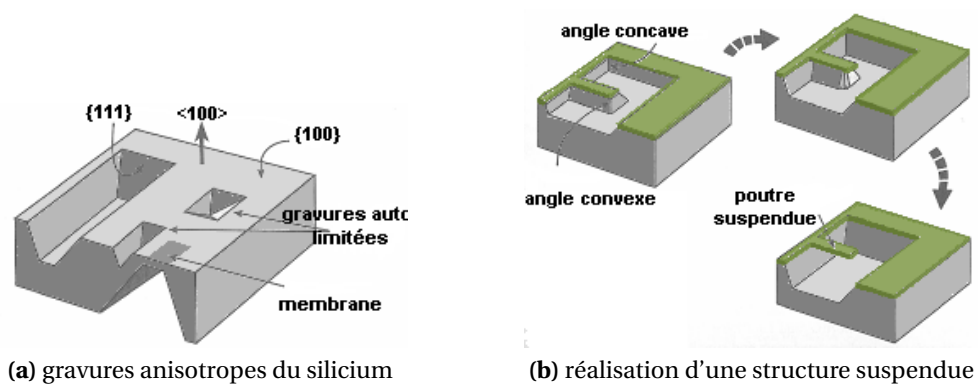


FIG. 11 - 3 – Exemples de motifs réalisables à l'aide d'un micro-usinage en volume.

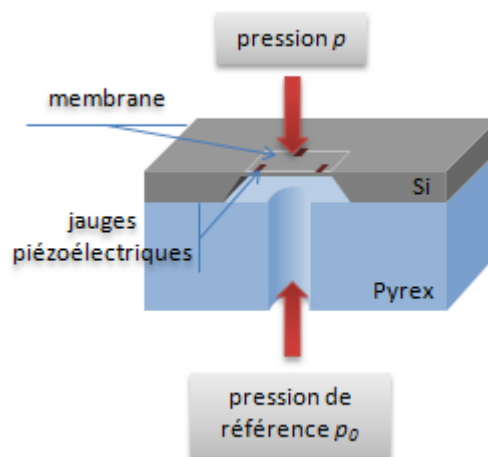


FIG. 11 - 4 – Principe d'un capteur de pression micro-usiné en volume. La différence de pression ($p - p_0$) entre les deux faces induit une déformation de la membrane de silicium. Cette déformation est mesurée à l'aide de jauges piézorésistives (cas illustré) ou par une mesure capacitive entre la membrane et une électrode fixe.

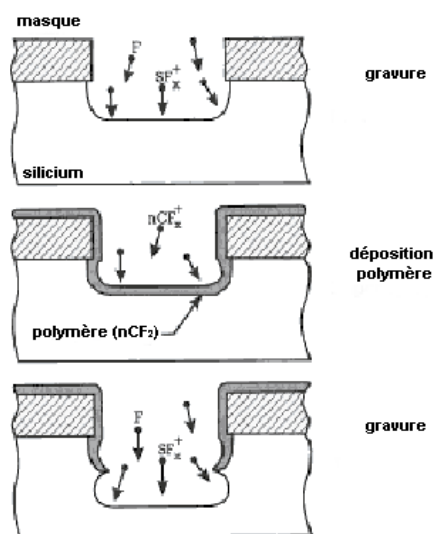


FIG. II - 5 – Principe d'une gravure isotrope par gravure ionique réactive profonde (DRIE). La nature du plasma et la puissance détermine le taux de sous-gravure.

routiers ; tous les nouveaux véhicules sont aujourd'hui équipés de plusieurs capteurs en technologie MEMS, pour contrôler, entre autres, la température et la pression de différents organes (schéma d'un capteur de pression présenté en figure II - 4).

—— Gravure ionique réactive profonde ——

Cette gravure, dénommée « gravure DRIE » (pour *Deep Reactive Ion Etching*), est une variante plus onéreuse du micro-usinage en volume. Comme cette dernière technique, la méthode DRIE permet de graver des éléments mécaniques dans le substrat de silicium. Cependant, à l'inverse du micro-usinage classique, elle ne fait pas appel à une gravure humide mais utilise un plasma pour attaquer le silicium en alternance avec un dépôt d'une couche de protection sur les flancs de la gravure comme illustré en figure II - 5. Cette technique, qui réalise une attaque nettement plus unidirectionnelle, est utilisée pour réaliser des structures plus profondes et disposant donc d'un facteur de forme beaucoup plus important que celui obtenu par gravure humide. La complexité des structures peut donc être augmentée, et permet une plus grande flexibilité dans la conception des microsystèmes. Le surplus de coût provient principalement de l'installation nécessaire pour la réalisation de la gravure plasma.

L'un des inconvénients de ce type de gravure réside dans le contrôle géométrique. Pour les applications nécessitant une bonne précision de gravure, plusieurs difficultés peuvent survenir, comme l'illustre la figure II - 6, mettant en évidence une gravure dite « en brin d'herbe ». Ce phénomène s'explique par la tendance des ions à attaquer le silicium avec des angles incidents de plus en plus proches de la verticale à mesure que le profil RIE (facteur de forme) augmente [Madou 02].

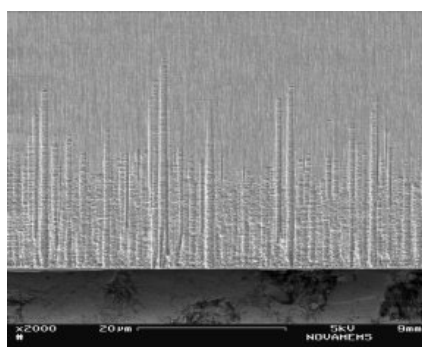


FIG. II - 6 – Micrographie d'un fond de gravure DRIE faisant apparaître une formation de « structure en brin d'herbe » (microinterrupteur MOEMS).

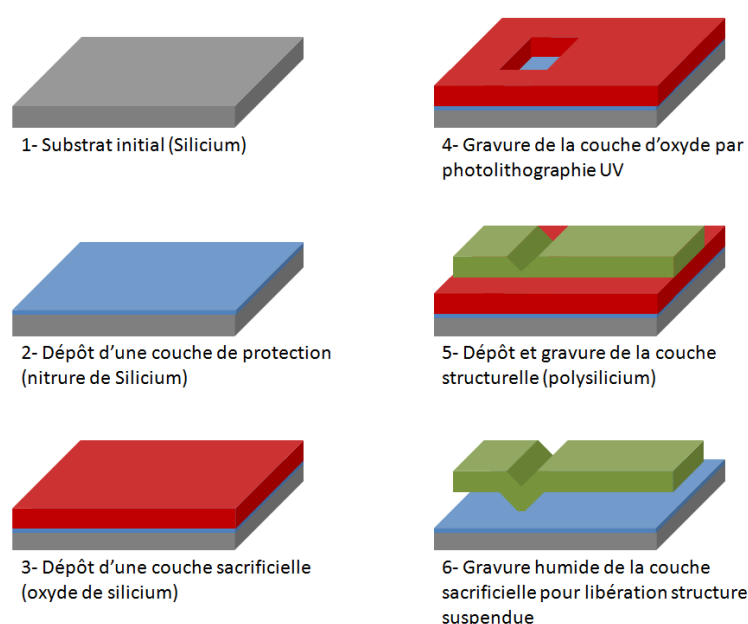


FIG. II - 7 – Représentation des principales étapes d'un micro-usinage en surface.

Micro-usinage en surface

Alors que le micro-usinage en volume consiste à créer une structure MEMS à partir de l'évidement d'un volume de silicium, le micro-usinage en surface construit la microstructure couche par couche. Ces dernières sont déposées puis gravées successivement sur le wafer qui sert donc de substrat. En raison de sa compatibilité avec les technologies CMOS, cette technique de fabrication est aujourd'hui la plus répandue.

Un procédé typique de fabrication utilisant cette technique consiste en une répétition de la séquence suivante :

1. dépôt d'un film mince en pleine plaque sur le substrat (silicium ou autre),
2. photogravure du film,
3. gravure des motifs dans le film.

Pour créer des parties mobiles, ces couches sont déposées sous forme d'une alternance de matériaux structurels (du silicium, ou des matériaux conducteurs comme des métaux) et de couches sacrificielles (typiquement, du SiO_2) comme illustré en figure II - 7. Les couches

structurelles deviendront mobiles une fois que les couches sacrificielles sous-jacentes auront été retirées, la plupart du temps par gravure humide à l'aide d'une solution fortement sélective. Sur ce point, il est primordial de disposer d'une technique pour graver sans altérer les couches structurelles. La mise en œuvre de la gravure en surface peut ainsi s'avérer problématique. De plus, les couches sacrificielles doivent disposer de propriétés mécaniques maîtrisées pour ne pas provoquer de délamination dans les empilements, ni induire des contraintes résiduelles trop importantes dans les couches structurelles.

Le micro-usinage en surface nécessite plus d'étapes de fabrication que celui en volume, il est donc plus onéreux. Cependant, cette technique permet la réalisation de systèmes bien plus complexes, et donc l'implantation de fonctionnalités plus sophistiquées.

—— le procédé LIGA ——

Cet acronyme désigne la technique d'origine allemande intitulée *Lithographie Galvanoformung Abformung* [Ehrfeld 98]. Cette technique est principalement utilisée pour la création de petits motifs, tout en conservant un très bon facteur de forme. Elle se fonde sur l'utilisation d'une lithographie par rayons X, et nécessite l'utilisation d'un film polymère (du PMMA). Une lithographie par rayon X d'un film polymère crée le support d'un dépôt électrolytique pour obtenir soit directement des pièces métalliques, soit un moule pour l'injection de microstructures polymères. Ce procédé a ainsi l'avantage certain de pouvoir réaliser des microstructures en trois dimensions avec de nombreux matériaux, comme des céramiques, des verres ou des polymères, inutilisables par d'autres techniques. Le champ d'application des MEMS s'en trouve considérablement élargi.

L'inconvénient principal de cette technique reste la mise en œuvre de l'étape initiale, qui nécessite l'emploi d'un synchrotron pour la réalisation de la lithographie par rayons X. Le problème posé par l'emploi des rayons X peut être contourné en les remplaçant par une lithographie par rayons UV.

La seconde limitation de cette technique réside dans son incompatibilité avec la réalisation de fonctions électriques. En conséquence, les microsystèmes fabriqués par LIGA réalisent principalement des fonctions mécaniques (joints, ressorts, engrenages...). Le procédé LIGA assure toutefois un excellent niveau d'efforts ou de couples transmissibles, de part la géométrie potentielle des pièces réalisées.

I.1.1.2 Procédés de fabrication et microstructure

Les films minces, notamment lors d'une élaboration par micro-usinage en volume, peuvent être de plusieurs natures. Différentes techniques de dépôts coexistent, pour la plupart éprouvées dans l'industrie de la microélectronique. Nous citerons ici les dépôts par oxydation, pulvérisation, évaporation, épitaxie ou encore LPCVD (dépôt plasma) ; les dépôts en phase humide, comme l'électrodéposition sont également couramment utilisés. Enfin, les techniques de dopage (diffusion ou implantation) utilisées dans l'industrie de la microélectronique, sont également utilisées dans l'industrie des microsystèmes. Cette liste

ne se veut pas exhaustive, mais présente les enjeux qui vont être liés à l'obtention de bases de données fiables sur les différents matériaux qui peuvent être rencontrés.

La microstructure est une description générale de l'arrangement mésoscopique des grains et des défauts cristallographiques présents dans le matériau. Parmi les paramètres les plus importants, il est possible de citer la forme, l'orientation et la taille des grains, leurs distributions, le type, la densité et la distribution des défauts (dislocations, inclusions, impuretés...). La surface et les interfaces jouent également un rôle important. Plusieurs articles font la synthèse des liens existants entre les procédés de fabrication et la microstructure, notamment dans le cas des couches minces [Freund 03, Thompson 00].

Pour le même matériau, une modification de la technique de dépôt peut mener à des changements très importants dans la microstructure de la couche mince. Par exemple, les couches métalliques pulvérisées à température ambiante sont la plupart du temps composées de grains très fins, tandis que les films évaporés sont souvent extrêmement texturés avec un diamètre de grain plus important. L'électrodéposition peut mener à des microstructures radicalement différentes grâce à l'ajout de différents agents chimiques (brillanteurs) dans les bains de déposition. Certains films électrodéposés peuvent ne pas être stables, et se recristalliser après quelques heures, voire quelques jours [Pérez-Prado 02]. Le film développe alors une texture plus prononcée qui dépend de l'épaisseur du film, et possède en général une distribution bimodale de la taille des grains, avec quelques grains « géants » qui ont subi une croissance anormale et des grains nettement plus petits assemblés autour.

La nature du matériau (mobilité des atomes) influe également sur la croissance du film et la microstructure finale, à la fois lors de la phase de dépôt et dans les traitements ultérieurs à la fabrication.

La croissance des grains dans un matériau massif se fait par augmentation du diamètre moyen des grains, c'est-à-dire par le mouvement des joints de grains de manière à minimiser l'énergie totale stockée dans ces interfaces. En revanche, dans les couches minces, les surfaces libres et les interfaces avec les couches inférieures sont des paramètres supplémentaires influant sur la croissance du film. L'énergie de déformation élastique présente dans la couche mince est en général plus importante que dans son homologue massif, en raison des incompatibilités de déformation entre la couche et le substrat. L'orientation cristallographique des grains se trouve donc influencée par la présence du substrat : les grains s'orientent de manière à minimiser l'énergie totale, qui inclue donc l'énergie des joints de grains, les énergies surfaciques et interfaciales et l'énergie de déformation du film. La croissance du film étant un processus thermiquement activé, la croissance des grains et l'apparition d'une texture demeurent limités, menant à la création de couches minces métastables avec des grains extrêmement fins.

Plusieurs traitements ultérieurs peuvent ensuite être réalisés pour modifier la microstructure, comme un recuit, qui active les phénomènes que nous venons de décrire : la texture et la croissance des grains se modifient de manière à minimiser l'énergie interne du

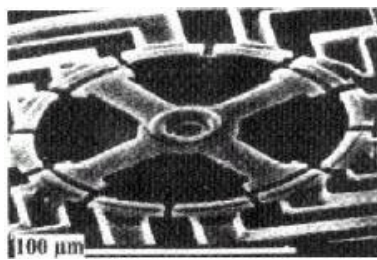


FIG. II - 8 – Premier moteur électrostatique [Fan 89].

film. Le recuit peut toutefois endommager la morphologie de surface en raison des variations de contraintes thermiques dans le film liées à la dilatation différentielle du film et du substrat.

Lorsque le diamètre d'un grain atteint une taille comparable à l'épaisseur du film, l'intersection des joints de grains avec la surface crée des gorges qui empêchent la croissance ultérieure du grain. Une structure colonnaire apparaît alors, avec des grains cylindriques traversant l'ensemble de la couche mince.

I.1.2 Difficultés de déploiement

I.1.2.1 Premiers démonstrateurs

Le terme « micro- technologie » est un terme générique qui désigne un ensemble de systèmes miniaturisés⁵ jouant principalement les rôles de capteurs et d'actionneurs. Les matériaux constituant de tels systèmes se présentent sous forme de couches minces, à l'échelle submicronique, et peuvent avoir un très haut degré de technicité comme dans le cas des matériaux nanostructurés.

Si le principe de capteurs miniaturisés est acquis depuis longtemps⁶, il a fallu attendre la moitié des années 80 pour que le premier prototype d'un moteur micro-usiné voit le jour à Berkeley. L'image II - 8 est depuis devenue célèbre.

En effet, cette percée technologique, suivie de plusieurs autres, provoquèrent un réel engouement pour cette nouvelle technologie, tant dans les milieux scientifiques qu'industriels. Pour la première fois, la démonstration était faite que les technologies microsystèmes étaient pertinentes pour réaliser des actionneurs miniaturisés. Très attendue et largement anticipée dans les années qui suivirent, la transformation de ces démonstrateurs de laboratoire en applications commerciales à succès a été beaucoup plus lente qu'escomptée.

Les raisons qui peuvent être évoquées pour ce déficit sont principalement d'origine technologique. Elles concernent la fabrication en grande série des MEMS, et de manière générale, leur industrialisation. L'encapsulation des MEMS⁷ pour une utilisation commerciale

⁵Nous faisons ici une distinction avec les « nano- technologies » qui relèvent d'une approche émergente de type *bottom-up*, et qui désignent plus spécifiquement des fonctions qui font appel à des matériaux nanostructurés.

⁶Dans l'industrie automobile, les premiers accéléromètres microsystèmes commandant l'ouverture des airbags lors d'un choc sont apparus dans les années 80. La technologie était donc déjà mûre.

⁷Le terme anglais *packaging* est très souvent préféré à la dénomination française « encapsulage ». Dans la suite de cette étude, les deux termes seront employés indistinctement.

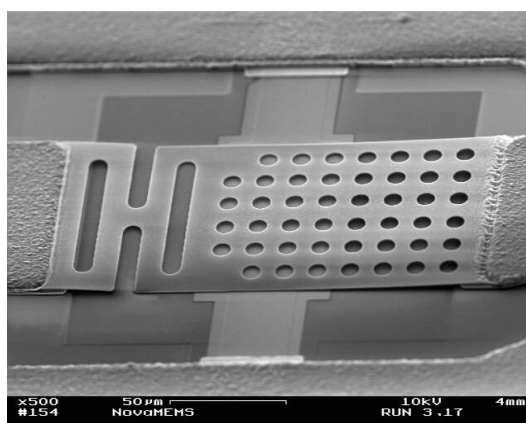


FIG. I1 - 9 – Exemple de structure collée par « stiction » (fabrication BOSH/IMEC, dans le cadre du projet MIPA).

constitue effectivement une difficulté souvent sous-estimée dans les programmes de développement. Cette protection, nécessaire pour assurer un fonctionnement fiable et sans dérive, doit être conçue et adaptée au cas par cas. En effet, la nature même des microsystèmes implique bien souvent la création d'une interface avec l'environnement extérieur, et donc avec des environnements et/ou des sollicitations potentiellement dommageables pour l'intégrité du composant. Aujourd'hui, l'optimisation du *packaging*, qui a constitué, jusqu'à présent, un axe de recherche à part entière⁸, tend à se stabiliser [Esashi 08].

Outre la réalisation d'un *packaging* performant et compatible avec une production en très grande série, d'autres difficultés sont rencontrées pour améliorer la maturité technologique des MEMS. Ainsi, d'un point de vue physique, la création de micromécanismes a mené à l'apparition d'un nouveau mode de défaillance, jusqu'ici négligé à l'échelle macroscopique : la *stiction*, contraction de deux termes anglais, *static* et *friction*. À l'échelle microscopique, les forces surfaciques deviennent prépondérantes pour les structures mobiles, entraînant leur collage définitif (figure I1 - 9). Cette problématique a également fait l'objet de nombreuses recherches pour contourner cette difficulté ou en réduire l'impact sur le fonctionnement des MEMS [van Spengen 02, Van Spengen 03].

La fiabilisation du composant même constitue un troisième verrou empêchant une industrialisation rapide des MEMS. Compte-tenu de la nature multiphysique des technologies microsystèmes, l'étude de leur fiabilité est nettement plus difficile à assurer que pour la technologie parente des circuits imprimés. Pour leur plus grande part, les outils développés pour étudier la fiabilité des composants microélectroniques ne sont tout simplement plus suffisants, voire inadaptés.

Si l'obtention des propriétés électriques peut s'avérer relativement aisée — à l'aide du savoir-faire de l'industrie des semi-conducteurs — tout comme l'impact de cycles thermiques ou d'un vieillissement accéléré à haute température, l'évaluation des propriétés mécaniques se révèle beaucoup plus difficile à obtenir. Le comportement mécanique n'a en effet jamais été une priorité pour le déploiement de cette technologie. Et pourtant, ces caractérisations

⁸Chaque colloque sur les MEMS possède une session *packaging*. Le IMAPS est même entièrement dédié à cette thématique.

mécaniques sont d'autant plus nécessaires que le silicium, au comportement fragile à une échelle macroscopique, ne semble à priori guère adapté pour la réalisation de pièces mécaniques structurelles !

D'un point de vue mécanique, la différence fondamentale avec les composants microélectroniques est la présence de pièces mobiles autoportantes. La fiabilité des composants microsystèmes est d'autant plus difficile à assurer qu'il y a, par conséquent, des surfaces frottantes. C'est justement en raison de l'absence de structures frottantes que les accéléromètres font partie des premiers capteurs microsystèmes commercialisés avec succès. Les déformations subies par les pièces mobiles, en silicium monocristallin, sont de nature presque exclusivement élastique. Les réseaux cristallins étant parfaits⁹, l'amplitude de la déformation élastique approche la limite théorique $\varepsilon_0 \approx 1/20$ obtenue en considérant le modèle électrostatique des atomes [Besson 06]. En revanche, dans le cas des microsystèmes faisant appel à des parties mobiles métalliques, la microstructure peut être très éloignée d'un cristal parfait. Ainsi, même sans contact, la fatigue mécanique de ces structures doit être évaluée. De plus, si le microsystème utilise des parties frottantes (comme le micromoteur présenté en figure I1 - 8), la tribologie du contact doit être étudiée pour s'assurer du bon fonctionnement du composant.

Enfin, le dimensionnement même des structures nécessite une connaissance précise des propriétés mécaniques des matériaux les constituant, que ce soit pour des problématiques de fiabilité ou de performances. Or il s'avère, comme nous allons maintenant l'aborder, que, d'une part, les échelles rencontrées rendent toute caractérisation mécanique délicate ; et surtout qu'il peut exister de fortes divergences entre les propriétés mécaniques d'un matériau massif (caractérisable par des moyens conventionnels) et celles de son homologue en couche mince.

I.1.2.2 Caractérisation : plusieurs approches

Le paragraphe précédent a présenté de manière non exhaustive les différentes difficultés rencontrées pour concevoir et commercialiser un MEMS. En particulier, comme pour tout système mécanique, les notions de fiabilité et de dimensionnement s'avèrent primordiales. Une caractérisation expérimentale est nécessaire pour répondre à ces problématiques. Osamu Tabata et Toshiyuki Tsuchiya proposent une classification en trois familles des approches choisies, selon les objectifs à atteindre et selon la complexité des techniques mises en œuvre [Tabata 08].

⁹Les structures imparfaites, défaillantes, sont détectées lors des étapes de fabrication, et éliminées.

—— analyse d'échantillons spécifiques ——

Dans ce cas, les éprouvettes sont constituées de géométries très simples, comme des membranes ou des poutres doublement encastrees. Les sollicitations sont choisies de manière à créer un champ de contrainte exploitable analytiquement. La traction uniaxiale constitue un exemple où la mesure de la force et de l'allongement de l'éprouvette permettent d'évaluer directement le comportement mécanique du matériau.

Ce genre d'essais est particulièrement adapté à l'extraction des caractéristiques contraintes-déformations des couches minces, et correspond aux besoins de la recherche en matériaux. Actuellement, chaque laboratoire de recherche développe ses propres outils et compétences dans ce domaine. De même, les procédés de fabrication des éprouvettes restent bien souvent très spécifiques et inhabituels pour les fondeurs, ce qui veut dire que non seulement ces structures spécifiques ne seront quasiment jamais reprises dans les composants MEMS finaux, mais aussi que les structures sont aussi variées dans leur géométrie et dans leurs propriétés qu'il y a de laboratoires tentant de réaliser ce genre de caractérisation.

Ce niveau d'analyse fournit les données nécessaires au dimensionnement mécanique des MEMS, ainsi qu'une compréhension des mécanismes d'endommagement selon différents types de sollicitation.

—— analyse du composant ——

Les évaluations de la fiabilité sont ici effectuées sur des structures dites *on-chip*, avec des actionneurs ou des capteurs directement intégrés sur la puce. La structure caractérisée est alors sensiblement similaire au produit final, ou tout du moins équivalente, tout en étant simplifiée de manière à avoir une extraction aisée des paramètres de contrainte ou de déformation. Ces composants sont souvent sollicités à leur fréquence de résonance pour obtenir des contraintes suffisantes pour initier la propagation de fissures, et des entailles ou des amorces de fissure sont souvent ajoutées. Si les données obtenues sont similaires à celles qui concerneront le produit final, ces caractérisations sont difficilement exploitables en science des matériaux, en raison de la complexité des structures et des fortes concentrations de contrainte. Ce niveau d'analyse nécessite donc une étude préalable sur des structures élémentaires pour obtenir les propriétés mécaniques qui alimenteront la compréhension des phénomènes mis en jeu.

—— analyse du produit ——

À ce niveau, ces caractérisations sont effectuées sur le produit final. Les conditions d'essai sont alors choisies pour représenter au mieux les conditions d'utilisation du produit, et l'analyse des résultats reste peu développée. Cette catégorie d'analyse est principalement réalisée par l'industriel. La collecte des informations directes est utilisée par les développeurs du produit, mais reste difficilement transposable à d'autres produits. De plus, les données ainsi générées sont en général bien protégées et restent confidentielles à l'industrie développant le nouveau produit.

L'étude présentée dans le cadre de ce mémoire se situe au premier niveau d'analyse, à savoir l'étude des propriétés mécaniques de matériaux à l'aide de structures conçues spécifiquement pour ces essais. Des outils de caractérisation adaptés aux échelles mises en jeu ont été utilisés et améliorés, de manière à étudier certaines relations fondamentales de la mécanique des microsystèmes. En particulier, l'analyse, en se plaçant à un tel niveau, ne s'intéresse pas tant à des matériaux en particulier qu'à des techniques de caractérisation et au lien théorique et expérimental qui peut être fait entre elles. Les structures sollicitées dans le cadre de cette étude sont principalement des structures métalliques, et ont été fabriquées selon des protocoles expérimentaux cohérents avec l'industrie actuelle du microsystème. Ainsi, les techniques de caractérisation seront plus facilement transposables à d'autres matériaux.

La caractérisation mécanique est une nécessité pour pouvoir réaliser des microsystèmes performants et fiables. À l'échelle des couches minces, les interactions complexes entre les procédés de fabrication, la microstructure et le comportement mécanique résultant sont autant de thèmes de recherche extrêmement dynamiques.

Le niveau d'analyse *d'échantillons spécifiques* défini par Tsuchiya *et al.* [Tsuchiya 98] est adopté dans le cadre de cette étude pour tenter d'apporter des éléments de réponse. En particulier, l'utilisation de sollicitations « simples » et la réalisation d'échantillons dédiés constituent la base d'une approche phénoménologique globale. La réponse du matériau à des entrées spécifiques permet ainsi d'obtenir une estimation de paramètres mécaniques intrinsèques. Cette étape nécessite, en tout point de la structure, la définition d'un état mécanique local indépendant de sa géométrie, qui se fait à l'aide d'une modélisation (c'est-à-dire un appel à des hypothèses et à un modèle de comportement). Le choix d'une technique de caractérisation est donc lié au choix du type de sollicitation que l'on souhaite exercer, et donc au choix des relations de causalité que l'on souhaite étudier.

I.2.1 Un défi de taille

I.2.1.1 Incertitudes sur les paramètres d'entrée

Quelle que soit la technique de sollicitation choisie, la caractérisation mécanique à l'échelle dimensionnelle du microsystème s'accompagne de difficultés inhérentes et associées tant aux faibles volumes de matières à étudier qu'à la préparation ou la manipulation des échantillons.

De manière générale, la démarche suivie lors d'une caractérisation expérimentale consiste à appliquer une charge ou un déplacement connu et à mesurer la réponse de l'échantillon. Cette dernière dépend évidemment de la géométrie de l'éprouvette et des propriétés mécaniques intrinsèques du (ou des) matériau(x) la constituant. Une modélisation (analytique ou numérique) de l'essai permet de passer de l'analyse de la rigidité des structures (relation force-déplacement) à une caractérisation locale, indépendante de la géométrie, du comportement mécanique du matériau. Cette caractéristique prend la forme d'une relation entre état de contrainte et déformation associée. Le passage à cet état local nécessite une bonne connaissance de la géométrie de l'éprouvette. On notera ici qu'en fonction du type de sollicitation, l'estimation des propriétés mécaniques est plus ou moins sensible à l'incertitude sur les dimensions de l'éprouvette. À titre d'exemple, le gonflement de membrane fait intervenir le cube de l'épaisseur t dans le calcul du module d'élasticité, tandis que la microtraction fournit un module seulement inversement proportionnel à t .

Pourtant, même si son influence est minimisée par un choix judicieux de la sollicitation exercée, la fabrication et le contrôle dimensionnel des éprouvettes de caractérisation seront problématiques. Il est effectivement possible d'élaborer des pièces macroscopiques

avec une tolérance géométrique au 1/1000^{ème}. En revanche, à l'échelle du microsysteme, l'imprécision géométrique relative, liée aux étapes de fabrication, devient beaucoup plus importante : l'épaisseur varie de l'ordre de quelques pourcents pour la plupart des techniques de dépôt¹⁰. Les tolérances géométriques latérales sont du même ordre de grandeur, et dépendent principalement de la photolithographie et des gravures. Elles demeurent donc difficiles à diminuer, le savoir-faire des fondeurs étant alors la principale garantie de la bonne qualité dimensionnelle des composants.

À cette imprécision liée aux fortes valeurs des tolérances géométriques réalisables à l'aide des technologies de fabrication actuelle, il est nécessaire de considérer en plus l'incertitude introduite par le système de mesure qui est utilisé pour la caractérisation dimensionnelle de l'éprouvette.

Les tolérances géométriques et l'incertitude de mesure sont deux sources d'imprécision indépendantes l'une de l'autre et qui dégradent la caractérisation mécanique.

I.2.1.2 « Effet de taille »

Outre ces considérations sur la propagation d'incertitudes pour certains paramètres d'entrée, nous considérons l'influence du facteur « taille » sur la valeur à mesurer elle-même. Car ce choix des dimensions de l'éprouvette doit faire l'objet d'une réflexion approfondie. En effet, à de telles échelles, un « effet de taille » modifie les propriétés mécaniques des couches minces [Arzt 98]. Ainsi, différentes techniques de caractérisation, bien que chacune soit validée, peuvent fournir des résultats divergents pour peu que les géométries et les tailles des éprouvettes ne soient pas suffisamment homogènes. Sélectionner une technique de caractérisation impose à l'expérimentateur une gamme dimensionnelle admissible. Dans la mesure où l'élément de volume sollicité doit être dimensionné pour être représentatif du comportement mécanique du produit fini, un premier critère de choix des techniques de caractérisation sera donc établi à partir des géométries des matériaux à caractériser.

Compte tenu de l'influence des dimensions des structures sur leurs propriétés, la taille des éprouvettes dédiées à la caractérisation mécanique devra être étudiée pour être comparable à celle des structures constituant le produit final.

Il est également nécessaire de prendre en compte l'imprécision géométrique induite par les procédés de fabrication et le contrôle dimensionnel. Cette imprécision relative devient en effet nettement plus importante que pour les structures macroscopiques, et peut perturber l'évaluation des propriétés mécaniques. Les protocoles d'essais doivent donc inclure cette difficulté, avec notamment une étape préliminaire de caractérisation dimensionnelle des éprouvettes à ne pas négliger.

¹⁰Sans compter les étapes nécessaires à la préparation de l'éprouvette de caractérisation. A titre d'exemple, la réalisation d'un polissage mécanique pour la préparation des surfaces peut également induire un retrait supplémentaire de 0,5 à 1 % de l'épaisseur.

I.2.1.3 Choix d'une technique de caractérisation mécanique

Le choix des techniques de caractérisation à mettre en œuvre dépend de plusieurs autres facteurs. En s'appuyant sur l'analyse faite par Ashby [Ashby 99], il est possible de classer ces critères selon leurs natures [Srikar 03] et surtout selon les précisions attendues. En effet, lors des phases préliminaires du développement d'une nouvelle architecture de composant, les propriétés mécaniques d'une gamme relativement restreinte de matériaux pré-sélectionnés doivent être assez bien connues, c'est-à-dire avec une précision de l'ordre de 15 à 20 %. Lors de l'étape finale du processus de conception, les propriétés mécaniques des matériaux retenus doivent être connues avec une précision nettement meilleure, de l'ordre de 3 à 5 %. Les techniques de caractérisation mécanique développées doivent donc être capables de délivrer un résultat avec au moins une telle précision.

Les paragraphes suivants proposent l'établissement de plusieurs critères, dont la précision attendue, pour sélectionner la technique de caractérisation la plus adaptée aux besoins spécifiques du développement d'une nouvelle micro- ou nano- technologie (MNT).

I.2.2 Matériaux et paramètres mécaniques associés

De manière générale, les matériaux possèdent un comportement différent selon la classe à laquelle ils appartiennent (polymère, céramique, ou métaux), ou d'un point de vue physique, selon la nature chimique des liaisons entre les atomes (liaisons covalentes, métalliques, ou liaisons faibles de type hydrogène). Dans le cas des couches minces, la distinction entre deux familles par l'étude du comportement rhéologique s'avère parfois relativement ténue¹¹. Les paramètres qui caractérisent le comportement mécanique diffèrent donc selon leur classe. C'est ainsi qu'il sera pertinent de parler de coefficient d'écrouissage pour un matériau métallique, ou que la contrainte à rupture pourra être assimilée à la limite d'élasticité pour une céramique sans plasticité. Les paramètres dépendent également de ce que l'on souhaite caractériser (dimensionnement structurel, ou tenue à la fatigue par exemple).

D'autre part, à l'échelle macroscopique, il a été montré que certaines propriétés mécaniques sont indépendantes des dimensions géométriques ou insensibles à la microstructure, tandis que d'autres dépendent de ces deux paramètres [Arzt 98, Dieter 88, Fung 01]. Ainsi, la mesure du module d'élasticité est en accord avec les valeurs prédites par les premiers principes de la physique quantique, alors que le seuil de plasticité de solides polycristallins dépend de la taille des grains et de l'historique des sollicitations subies par le matériau. Ce dernier point implique des modifications importantes des propriétés mécaniques dans le cas des couches minces, où au moins une dimension est du même ordre de grandeur que les caractéristiques de la microstructure.

Sans s'étendre davantage sur ces considérations générales, nous retiendrons que :

¹¹ Cf. la caractérisation de l'endommagement d'un aluminium pulvérisé, en partie III.3.4.

Le choix d'une méthode de caractérisation est conditionné tant par les propriétés que l'on souhaite évaluer (elles dépendent de la fonction pour laquelle est prévue le microsystème) que par la nature des matériaux utilisés.

I.2.2.1 Matériaux utilisés dans les MEMS

Historiquement, les matériaux utilisés dans la microélectronique sont des céramiques et des couches métalliques. Avec le développement des techniques comme le LIGA, des matériaux polymères peuvent maintenant être utilisés.

Les différents types de comportement mécaniques identifiés à l'échelle macroscopique sont en partie transposables à l'échelle microscopique. C'est ainsi que les matériaux constitutifs des MEMS peuvent avoir un comportement élastique, inélastique (ou plastique), anélastique ou encore viscoélastique. La distinction entre ces réponses dépend principalement de la recouvrance de la matière après avoir subi une sollicitation mécanique¹² et de l'instantanéité et de la linéarité de la réponse. Actuellement, les matériaux rencontrés le plus fréquemment dans les MEMS présentent des comportements principalement élastiques, ou élasto-plastiques, bien que le développement du LIGA (cf. paragraphe I.1.1.1) permette l'utilisation de nouveaux matériaux aux comportements variés dont des matériaux polymères viscoélastiques.

Plusieurs modèles existent, avec des complexités plus ou moins élevées. Il sera nécessaire de déterminer quel degré de complexité est nécessaire pour rendre compte du comportement du matériau sous une sollicitation donnée (évaluée à partir des conditions d'utilisation du matériau dans la structure intégrée au MEMS). Toutefois, les plus simples traduisent de manière satisfaisante le comportement des éprouvettes, dans la plupart des cas, comme nous le verrons. Nous distinguons notamment l'élasticité, qui régit le comportement de la plupart des matériaux tant que l'amplitude des sollicitations demeure « petite » ; et la plasticité, qui traduit une déformation irréversible du matériau pour un niveau de contrainte donné. La température et le temps peuvent intervenir dans certains cas : le fluage¹³ et la relaxation sont alors à caractériser. Enfin, la viscoélasticité permet également de faire intervenir le facteur temps dans le comportement élastique de matériaux comme les polymères.

Dans le cadre de cette étude, les problématiques liées à la viscoélasticité ne seront pas abordées. De plus, les essais mécaniques sont réalisés à température ambiante. Ainsi, les phénomènes thermiquement activés, comme le fluage, ne seront pas étudiés.

¹²Ou, ce qui est équivalent, par l'unicité ou non d'un équilibre entre contrainte et déformation lors de la sollicitation.

¹³Le fluage devient un mécanisme non négligeable à partir de températures atteignant la moitié de la température de fusion.

I.2.2.2 Lois de comportement associées

La théorie générale de la mécanique découle d'une hypothèse fondamentale, à savoir que les natures physiques des déformations réversibles et irréversibles sont décorréées et distinctes l'une de l'autre. Ainsi, cette distinction est à l'origine de *l'hypothèse de la partition des déformations* : « la déformation totale ε est égale à la somme de la déformation élastique ε_e et de la déformation plastique ε_p ».

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p \quad (I2.1)$$

Ce découplage des effets élastiques et plastiques permet également d'écrire le comportement mécanique des matériaux sous la forme générale :

$$\forall \sigma, \quad \begin{cases} \varepsilon_e = f(\sigma) \\ \varepsilon_p = g(\sigma) & \text{si } |\sigma| \geq \sigma_y, \\ \varepsilon_p = 0 & \text{si } |\sigma| < \sigma_y, \end{cases} \quad (I2.2)$$

où σ_y est la limite d'élasticité du matériau, c'est-à-dire la plus petite valeur du seuil de plasticité.

Cette expression demeure vraie pour un chargement monotone (sans décharge), et ne tient pas compte d'un éventuel endommagement qui se traduirait par une modification du module d'élasticité E avec l'augmentation de la déformation plastique [Lemaitre 96].

—— Élasticité ——

Un modèle simple constituera le point de départ de l'étude du comportement élastique des matériaux sollicités : *les matériaux élastiques linéaires, isotropes*. la relation contrainte-déformation peut s'exprimer en fonction de deux paramètres, le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν , par :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \sum_{k=1}^3 \delta_{ij} \varepsilon_{kk} \quad (I2.3)$$

où δ_{ij} est le symbole de Kronecker (fonction de i et j qui vaut 1 lorsque $i = j$ et 0 sinon).

Lors de la caractérisation de couches minces, l'hypothèse des contraintes planes permet de simplifier en partie cette équation. Faire cette hypothèse revient à écrire $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. Dans ce cas, la relation contrainte-déformation en deux dimensions (i et $j = 1, 2$) s'écrit [Lemaitre 06] :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-\nu^2)} \sum_{k=1}^2 \delta_{ij} \varepsilon_{kk} \quad (I2.4)$$

La déformation selon l'épaisseur s'exprime alors par :

$$\varepsilon_{33} = -\frac{\nu}{1-\nu}(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}) \quad (\text{I2.5})$$

Dans l'hypothèse de matériaux linéaires et isotropes, l'élasticité des couches minces se caractérise à l'aide de deux grandeurs distinctes. Nous utiliserons le module d'élasticité uniaxiale E — également désigné par module d'Young —, et le coefficient de Poisson ν .

Plasticité

Pour caractériser la plasticité, nous nous intéresserons en particulier à un écrouissage simple. Notamment, de manière à se placer dans la théorie classique de la plasticité, nous considérerons que l'augmentation du seuil de plasticité σ_s suit l'augmentation de la contrainte. L'écoulement plastique n'a donc lieu que si $\sigma = \sigma_s$:

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_p = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_s \\ \dot{\varepsilon}_p \neq 0 & \text{si } \sigma = \sigma_s \end{cases} \quad (\text{I2.6})$$

D'autre part, nous noterons également σ_y la limite d'élasticité « apparente » du matériau sollicité, à savoir la plus petite valeur du seuil de plasticité obtenue lors de l'essai d'écrouissage, mais sans connaître l'historique des sollicitations subies par l'éprouvette avant l'essai.

Il est possible de montrer que le seuil de plasticité est proportionnel à la racine carrée de la densité des dislocations [Lemaitre 06]. L'expression macroscopique de cette dépendance se traduit par la loi de Ramberg-Osgood qui exprime la déformation ε en fonction du niveau de contrainte [Ramberg 43] :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma_r} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (\text{I2.7})$$

où α est une constante dépendant de la convention utilisée pour la détermination de la contrainte de référence σ_r . Généralement, elle est choisie de manière à avoir la déformation plastique égale à la déformation élastique instantanée : $\varepsilon_p = \varepsilon_e = \varepsilon/2$. Dans ce cas, l'équation I2.7 appliquée pour σ_r donne : $\alpha = 1$. Classiquement, α est compris entre 0,43 et 1 ; n est le coefficient d'écrouissage¹⁴.

Lorsque les déformations plastiques sont grandes devant les déformations élastiques, il est possible de négliger le premier terme de l'équation I2.7. Dans ce cas, nous obtenons la forme simplifiée dite « équation de Hollomon » :

$$\sigma = \sigma_H \varepsilon^n \quad (\text{I2.8})$$

¹⁴Pour les matériaux métalliques, le coefficient d'écrouissage est compris entre : $0,1 \leq n \leq 0,5$ [Dieter 88].

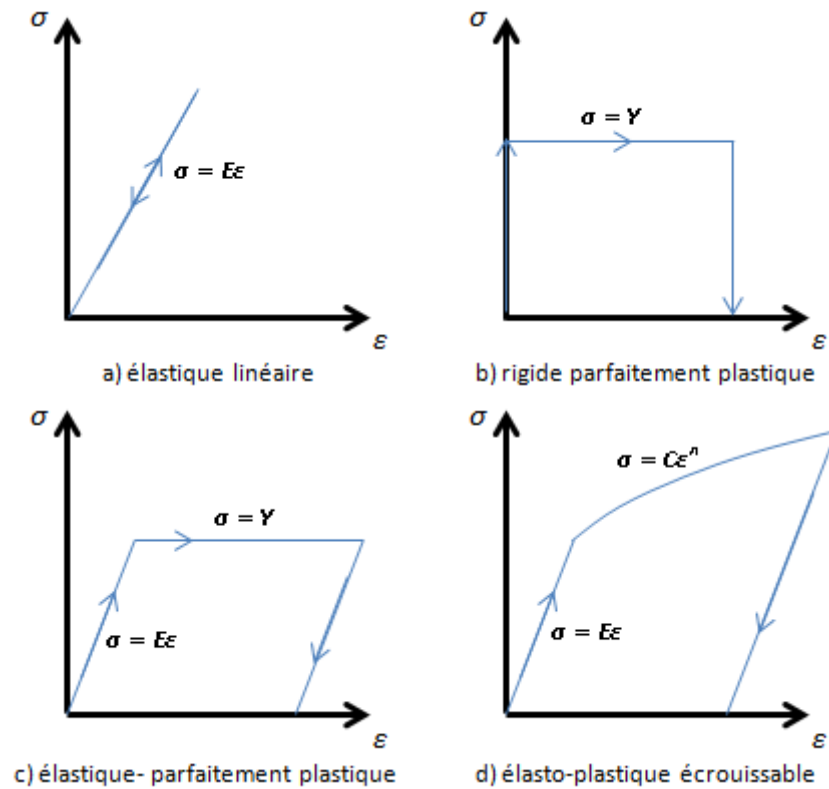


FIG. I2 - 1 – Illustrations de lois de comportement simples (élasticité et plasticité).

avec la constante σ_H qui vaut :

$$\sigma_H = \frac{E}{\alpha} \sigma_r^{\frac{1-n}{n}} \quad (I2.9)$$

Loi d'écrouissage

Les deux lois décrites – l'une pour l'élasticité et l'autre pour la plasticité – sont suffisantes à elles deux pour caractériser les matériaux élastiques, élastiques-parfaitement plastiques ($n = 0$), rigide plastiques ($E \rightarrow \infty$) et élasto-plastiques écrouissables, tels qu'illustrés en figure I2 - 1. En pratique, la plasticité idéale telle que décrite par l'équation I2.8 n'est pas valable indéfiniment. Une contrainte maximale, dite contrainte ultime¹⁵ σ_u est atteinte, au delà de laquelle des instabilités plastiques, localisées, mènent à la ruine du matériau.

Ainsi, pour résumer, les propriétés mécaniques que les techniques de caractérisation doivent être capables d'évaluer sont :

- le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν ,
- la limite d'élasticité σ_y (ou plus généralement le seuil de plasticité Y) et le coefficient d'écrouissage n ,
- la contrainte ultime σ_u et l'allongement à rupture ε_r .

¹⁵ σ_u peut aussi être désignée par « contrainte uniforme » car elle est la contrainte maximale atteinte avec une déformation plastique uniforme dans l'éprouvette.

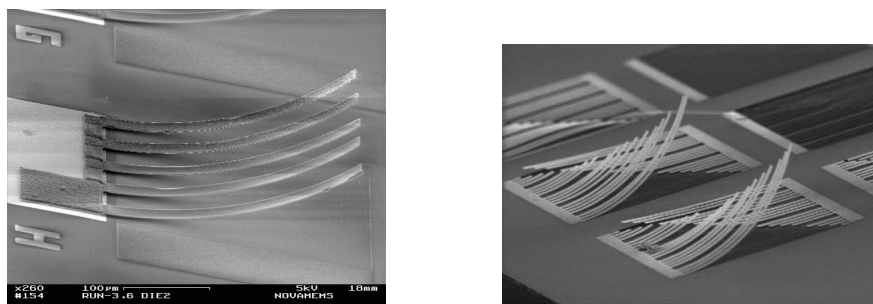


FIG. I2 - 2 – Exemples de poutres encastées-libres avec un gradient de contrainte interne normal au film : lors du retrait de la couche sacrificielle, les poutres s'accroissent en se recourbant vers le haut.

I.2.2.3 Contraintes internes

Les gradients de contrainte $\nabla\sigma_0$ et les contraintes internes σ_0 jouent un rôle particulièrement important dans le comportement mécanique des microsystèmes, bien qu'ils ne soient pas des propriétés mécaniques intrinsèques au matériau. En effet, les contraintes dépendent en partie des conditions d'élaboration du film, et de sa mise en œuvre. Elles sont alors principalement induites par l'incompatibilité des dilatations thermiques entre le film mince et le substrat. On parle dans ce cas de contraintes résiduelles d'origine thermique, dites « contraintes extrinsèques ». Des effets piézoélectriques ou magnétostrictifs peuvent également être à l'origine de contraintes supplémentaires. L'état des contraintes dépend également du matériau et de son procédé d'élaboration, en particulier des conditions physiques régissant la croissance du film. Il s'agit dans ce cas de contraintes résiduelles intrinsèques.

Les gradients de contrainte peuvent entraîner une courbure des structures autoportantes comme illustré en figure I2 - 2, altérant les performances du composant jusqu'à parfois les rendre inutilisables. Par exemple, la force d'actionnement d'un microinterrupteur capacitif, inversement proportionnelle au carré de la distance entre les électrodes, sera très nettement inférieure à la valeur théorique pour une tension d'actionnement donnée (éq. A4.3, en annexe A.4). Quant aux contraintes, elles peuvent induire au delà d'une certaine limite des phénomènes catastrophiques comme une délamination des couches minces. Compte tenu de cette influence déterminante, l'état des contraintes internes (valeur et gradient le cas échéant) doit être pris en compte et mesuré au même titre que le module d'élasticité ou que la contrainte d'écoulement plastique. Dans le cas de structures autoportantes usinées dans des dépôts possédant des contraintes internes, la libération des éprouvettes (élimination des couches sacrificielles) induit une déformation des structures pour atteindre un nouvel équilibre avec les contraintes imposées dans le film. Dans ce cas, il est pertinent d'étudier la déformation résiduelle, ε_0 , induite par les contraintes σ_0 présentes dans le film avant libération¹⁶.

¹⁶L'étude des déformations induites par des contraintes résiduelles dans un film mince est une technique relativement ancienne utilisée en rhéologie depuis les années 70 [Lin 72].

I.2.3 Concevoir des éprouvettes adaptées

Nous avons évoqué dans le paragraphe précédent la distinction des propriétés mécaniques en deux catégories, celles qui sont à priori indépendantes de la taille et de la microstructure du matériau, et les autres. En raison de ce point précis, lorsqu'on se place sur une analyse de niveau élémentaire, telle que définie au paragraphe I.1.2.2, la conception des éprouvettes doit prendre en compte deux points essentiels antithétiques : il est nécessaire d'établir un compromis.

- Tout d'abord, les éprouvettes doivent être conçues suffisamment grandes et robustes pour pouvoir être manipulées et caractérisées,
- mais il s'avère également nécessaire d'avoir des éprouvettes représentatives des matériaux tels qu'ils seront intégrés dans les composants finaux. En particulier, les éprouvettes doivent être fabriquées à partir des procédés d'élaboration du composant microsystème, et en respecter la complexité structurelle (empilements des sous-couches, étapes de photolithographie...), ainsi que des volumes mis en jeu.

I.2.3.1 Géométrie et nature des éprouvettes

Les remarques faites sur les dimensions des éprouvettes mènent à une réflexion plus large sur la nature même des éprouvettes. Pour ce faire, une distinction sera faite – en s'appuyant sur les travaux présentés par Srikar et Spearing [Srikar 03] – entre trois principaux types de structures, à savoir les *structures épaisses*, les *structures fines* et les *interfaces*¹⁷. Ces structures seront discriminées en comparant les dimensions représentatives de l'éprouvette à une longueur de référence l_0 qui sera considérée comme « naturelle », c'est-à-dire reliée directement aux propriétés microstructurales du matériau. Il pourra s'agir par exemple du diamètre moyen des grains ou du diamètre d'une boucle de dislocation en équilibre thermodynamique. Cette longueur de référence est généralement comprise entre 0,1 et 1 μm [Arzt 98].

Ainsi, une structure suspendue sera qualifiée de « fine » si l'une de ses dimensions est du même ordre de grandeur que l_0 . Si toutes ses dimensions sont nettement plus grandes, la structure sera considérée comme une « structure épaisse ». Enfin, si l'une, au moins, de ses dimensions est nettement inférieure à l_0 , la structure sera qualifiée d'« interface ».

Dans ce dernier cas, il est à noter que les techniques de caractérisation sont encore à l'état embryonnaire, et la caractérisation de ce type de structure ne sera pas développée dans la présente étude.

Dans le cas des structures épaisses, les normes et routines mises en place à l'échelle macroscopique peuvent être partiellement réutilisées. De plus, beaucoup des propriétés mécaniques recherchées sont accessibles dans des bases de données ou des *handbooks*,

¹⁷Cette dernière dénomination peut prêter à confusion. Il s'agit bien de zone de transition entre deux milieux, en considérant que son épaisseur n'est pas nulle. Srikar et Spearing entendent par « interface » une couche suffisamment fine comparée aux autres pour qu'elle soit assimilée à un plan. À titre d'exemple, nous incluons dans cette définition les barrières thermiques de quelques nanomètres d'épaisseur utilisées dans l'industrie microélectronique.

en raison de la faible influence de la géométrie des éprouvettes ou du nombre limité de techniques de fabrication permettant la réalisation de ces éprouvettes.

Enfin, pour les structures fines, qui constituent le cœur de recherche de cette étude, les propriétés mécaniques deviennent fortement dépendantes des conditions d'élaboration de la couche mince¹⁸, et les bases de données sont par conséquent quasi-inexistantes. De plus, les techniques de caractérisation ne sont pas, pour la plupart, normalisées [Tabata 08], et ne peuvent donc pas être simplement dérivées de techniques macroscopiques normalisées.

Les techniques de caractérisation développées dans le cadre de cette étude seront dédiées à la caractérisation de structures fines. Les normes à l'échelle macroscopique n'étant pas applicables, elles serviront toutefois de point de départ pour la mise en place des procédures d'essais. De même, des structures épaisses, où l'effet de taille est négligeable, pourront être caractérisées pour servir de référence.

I.2.3.2 Structures autoportantes et précontraintes

Outre cette première classification selon les dimensions caractéristiques de l'éprouvette, une deuxième catégorisation peut être faite, permettant également d'apporter des éléments de choix sur la technique de caractérisation à mettre en œuvre. En effet, les structures, qu'elles soient épaisses ou fines, peuvent être qualifiées d'« autoportantes » ou de « précontraintes »¹⁹. Cette distinction fait référence à l'état des contraintes présentes dans la structure à l'état initial. L'étude de l'état des contraintes internes dans le cas des éprouvettes précontraintes nécessitera l'utilisation de techniques de caractérisation permettant la mesure de σ_0 et/ou de $\nabla\sigma_0$ comme la mesure de courbure de wafer [Doerner 86b] ou la mesure de la longueur critique de flambement pour une poutre bi-encastree (qui permet, via la contrainte d'Euler, de remonter aux contraintes présentes dans la poutre). Au contraire, pour les structures autoportantes qui, par définition, ont subi un relâchement des contraintes lors de la libération des structures, la mesure des déformations permet de remonter, à posteriori, aux contraintes présentes dans les couches avant libération. Il s'agit ici de la mesure de la flèche de poutres encastrees-libres par exemple.

La présence ou non de ces contraintes dans les couches minces peut modifier leur réponse à une sollicitation extérieure. En particulier, le seuil d'écoulement plastique est sensible à la présence de ces contraintes. Réaliser un lien entre la caractéristique d'une éprouvette précontrainte et celle d'une éprouvette autoportante nécessitera donc quelques précautions.

¹⁸À la fin des années 80, le silicium, matériau commun dans l'industrie des semi-conducteurs, avait déjà été l'objet d'études démontrant la différence de ses propriétés mécaniques entre un échantillon massif et une couche mince [Dieter 88].

¹⁹En anglais, la distinction se fait par les adjectifs *freestanding* et *constrained*.

1.2.3.3 Passage à l'état local, spécificités des MEMS

Le passage de la rigidité à l'état mécanique local d'une structure nécessite d'identifier préalablement trois ensembles, à savoir les conditions aux limites, la configuration géométrique initiale et les dimensions de la structure. Dans le cadre de la mécanique appliquée aux microsystèmes, à ces trois ensembles correspondent plusieurs sources d'imprécisions. Certaines sont couramment rencontrées, et peuvent être minimisées par anticipation. Plusieurs actions « préventives » peuvent être trouvées dans la littérature scientifique.

—— Conditions aux limites ——

Lors de l'application d'une force sur les structures, l'ensemble se trouve déformé : la partie utile sur laquelle les mesures sont réalisées, mais également les supports ou ancrages. La création de supports, qui peuvent être apparentés à des éléments infiniment rigides, est recommandée pour minimiser les perturbations induites par leurs déformations parasites.

De plus, les modèles utilisés pour obtenir la caractéristique intrinsèque du matériau peuvent être adaptés pour prendre en compte la déformation des ancrages (en particulier pour les poutres autoportantes sollicitées en flexion [Jensen 01] et les membranes [Lobontiu 05]).

—— Dimensions ——

La métrologie précise des éprouvettes nécessite des structures spécifiques [Sharpe 97]. La mesure de l'épaisseur t d'une couche mince, et de son homogénéité, ne sont pas des étapes aisées. La création d'éprouvettes spécifiques sur les substrats servant à la caractérisation mécanique est une solution pour simplifier les protocoles d'essais.

De plus, le choix des techniques de fabrication induit une certaine précision sur la maîtrise des dimensions latérales des éprouvettes. Les techniques de fabrication conditionnent donc en partie le choix des techniques de caractérisation, sélectionnées pour leur part sur la base de leur tolérance aux imprécisions géométriques (le gonflement de membrane n'est, par exemple, pas la méthode la plus adaptée pour des substrats évidés par DRIE).

—— Géométrie initiale ——

Comme évoqué précédemment, les contraintes internes peuvent induire une déformation ε_0 des structures autoportantes, et modifier en conséquence la géométrie initiale du problème. Les effets peuvent être particulièrement importants, comme dans le cas de la flexion sur des poutres bi-encastées : les contraintes ont tendance à provoquer une courbure en tuile des structures, qui ne peuvent plus être assimilées à des poutres ni à des plaques, mais à des coques, dont la rigidité face à une flexion devient bien plus importante.

Si les matériaux à caractériser possèdent de fortes contraintes internes, il sera donc nécessaire soit d'être capable de les prendre en compte dans la modélisation²⁰, soit de prévoir des éprouvettes autoportantes qui relâchent les contraintes en se déformant. Cette déformation, mesurée, sera insérée dans les calculs.

La modification du procédé d'élaboration pour diminuer ces contraintes constitue un axe de recherche industriel extrêmement développé, car elles sont en général mal maîtrisées et non reproductibles, et peuvent donc mener à une dispersion extrêmement importante dans les performances et la durée de vie des microsystèmes.

Cette étude abordera certains de ces points, en particulier la modélisation des ancrages lors d'un essai de flexion ou les problèmes liés à la métrologie sur les éprouvettes de traction. De plus, les techniques développées proposent plusieurs autres actions qui permettent d'améliorer la qualité des mesures.

I.2.4 Une caractérisation mécanique adaptée

I.2.4.1 Différents critères de choix

Les paramètres mécaniques pertinents dans la description du comportement varient d'un matériau à un autre. De plus, les contraintes géométriques peuvent exclure le choix de certaines techniques. Cette section s'attache à présenter quatre approches complémentaires.

Certaines techniques, comme la microflexion ou le gonflement de membrane, sont utilisées pour caractériser l'élasticité des structures, tandis qu'un essai de traction uniaxial est également riche en enseignements sur la plasticité de matériaux métalliques. La vibrométrie, quant à elle, permet de caractériser le comportement dynamique des composants microsystèmes. Cette liste présente les principales familles de caractérisations mécaniques qui peuvent être rencontrées :

- les essais de traction,
- les essais de flexion, incluant les sollicitations axisymétriques sur membrane, les flexions de micropoutres, le *bulge test*, le *M-test* [Kobrinisky 00] et la mesure de courbure,
- les sollicitations thermiques,
- les caractérisations dynamiques de mesure de résonance,
- la fabrication de capteurs passifs de déformation.

²⁰Ces contraintes n'étant généralement pas connues, elles sont considérées comme une inconnue qui intervient sous forme d'un terme supplémentaire dans les relations entre contrainte et déformation. En conséquence, la décorrélation de l'influence des contraintes internes peut être obtenue en réalisant des essais de caractérisation sur un ensemble d'éprouvettes aux dimensions variées.

—— Sollicitations mécaniques ——

Compte tenu des problématiques spécifiques aux microsystèmes abordées dans les paragraphes précédents, plusieurs techniques ont été développées, pour répondre à ces besoins. Les essais se différencient principalement par la nature de la sollicitation mécanique, et reprennent en partie les principes des essais macroscopiques, bien que la réalisation technologique soit fondamentalement différente.

Principalement, les forces appliquées peuvent être soit dans le plan de la couche mince (cas d'un essai de microtraction), impliquant un état de déformation plane, soit normale à ce plan (essais de flexion), *ie.* un état de contrainte plane.

L'indentation instrumentée est également considérée comme une technique qui, bien que délivrant des informations locales sur la matière sollicitée par la sonde, peut fournir des informations pertinentes sur le comportement mécanique des microstructures dans certains cas que nous expliciterons par la suite²¹.

Ces essais permettent d'étudier les lois de comportement de type élasto-plastique présentées au paragraphe I.2.2. L'endommagement et la mécanique de la rupture peuvent également être considérés, notamment avec l'essai de microtraction.

—— La température ——

Le paramètre température est parfois à considérer. Par exemple, dans le cas des applications spatiales, les amplitudes thermiques sont telles que le comportement mécanique des structures est sensiblement modifié. Des essais complémentaires, comme le cyclage thermique, mèneront à une étude de l'endommagement sous l'influence de facteurs environnementaux. Un couplage peut être envisagé avec des essais mécaniques, comme les essais de traction en température développés par certains chercheurs [Sharpe 08].

En ce qui concerne les cyclages thermiques, un savoir-faire existe. L'industrie de la microélectronique s'est en effet attachée à développer les essais créant un cyclage thermique de matériaux en couches minces sur des substrats, typiquement du silicium. L'incompatibilité des coefficients de dilatation thermique (CTE) entre le film mince et le substrat, ainsi que la différence de propriétés élastiques, créent un cyclage mécanique dans les couches minces. La réponse mécanique d'une structure microscopique microélectronique, statique, est donc étudiée en modifiant l'état des contraintes internes dans les couches minces. Cette analyse se fait principalement par mesure du rayon de courbure du wafer qui est modifié par l'état de contrainte dans le film, à l'aide de la formule de Stoney [Stoney 09]. Il est important de noter que la déformation ainsi imposée est équi-biaxiale si le film et le substrat sont tous deux thermiquement isotropes. L'un des principaux inconvénients d'une telle méthode peut être le changement de microstructure induit par le cyclage thermique, et la limitation du niveau de contrainte imposé à la couche par la différence des coefficients de dilatation thermique.

²¹On notera que les propriétés mécaniques des films minces peuvent également être mesurées par des techniques de caractérisation physiques comme la diffraction par rayons X ou encore la spectroscopie Raman. Ces techniques n'ont pas été utilisées directement dans le cadre de cette étude.

Pour être complet, il est également nécessaire de prendre en compte l'influence de la température sur les seuils d'écoulement ou sur le fluage de ces matériaux. Les essais expérimentaux sont particulièrement importants. Le confinement, associé à la géométrie spécifique des couches minces, semblent influencer grandement ce comportement.

— Essais dynamiques —

Enfin, la dernière famille d'essais concerne les essais dynamiques. Deux types de caractérisation dynamique existent. La première, qui regroupe les essais de vibrométrie, consiste à créer une sollicitation harmonique sur la structure et à mesurer la réponse, en terme d'amplitude et de déphasage. Plusieurs méthodes s'appuient sur la recherche de la fréquence de résonance pour extraire les paramètres qui caractérisent l'élasticité. Il s'agit ici de caractériser les films minces autoportants.

Nous pouvons également citer des méthodes physiques, comme la spectroscopie acoustique ou par diffusion de Brillouin [Every 02]. Les techniques dynamiques nécessitent généralement de connaître la densité du film, et ne fournissent, dans tous les cas, que des informations sur le comportement élastique des couches minces.

De manière générale, nous n'avons pas réalisé de caractérisation dynamique sur les structures autoportantes dans le cadre de cette étude. Nous signalons toutefois que la platine de traction sur laquelle nous avons travaillé est prévue pour être équipée d'un étage piézoélectrique, qui devrait notamment servir à appliquer une charge sinusoïdale sur l'éprouvette.

Enfin, par essais dynamiques, nous pouvons également entendre des essais qui s'apparentent à la tenue aux chocs, où des fréquences suffisamment élevées pour avoir un comportement altéré de la structure. La distinction avec les essais décrits jusqu'à présent — où nous pouvons considérer que même si le signal appliqué est une sinusoïde, l'excitation demeure quasi-statique — se fait au travers de la comparaison du temps de montée τ_m de l'onde mécanique excitatoire. À l'échelle macroscopique, un essai n'est plus quasi-statique à partir de vitesses de déformation typiques de l'ordre de $0,01 \text{ s}^{-1}$ [Dieter 88]. À l'échelle du MEMS, toutefois, la vitesse de déformation peut être plus importante, en raison des très faibles dimensions des structures. Srikar et Senturia [Srikar 02] ont montré que dans le cas des microstructures en silicium, la constante de temps de l'onde excitatoire, même dans le cas d'un choc, demeure supérieure à la durée de propagation de l'onde dans l'éprouvette de plusieurs ordres de grandeur. En conséquence, ces caractérisations dynamiques n'ont à priori pas lieu d'être dans le cas des structures en couche mince constitutives des MNT.

—— Caractérisation intégrée ——

Les éprouvettes et la nature du matériau ne constituent pas les seuls critères de choix dans l'élaboration d'une technique de caractérisation. En effet, d'autres paramètres doivent être pris en compte, comme la facilité d'analyse des résultats ou la facilité de mise en œuvre. À propos de ce dernier point, la manipulation d'éprouvettes microscopiques constitue souvent l'une des principales difficultés expérimentales rencontrées lors d'une caractérisation micromécanique²². Plusieurs laboratoires de recherche (comme l'université catholique de Louvain) ont donc tenté de développer des essais mécaniques intégrés sur les substrats sur lesquels sont fabriquées les structures finales²³. Une telle expérience ne nécessite aucune manipulation préalable de l'éprouvette, et est intégrée directement sur les substrats des microsystèmes finaux. La mesure recherchée se fait par microscopie, en observant des déplacements caractéristiques²⁴. Ils constituent donc un outil adapté à la surveillance des éventuelles dérives du procédé de fabrication, et permettent un suivi de l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux.

Toutefois, il est important de noter que ces structures ne permettent pas toujours une mesure précise des propriétés mécaniques intrinsèques, car elles dépendent bien souvent des géométries retenues pour la réalisation de l'essai. De plus, la recherche fondamentale sur l'influence de la microstructure est extrêmement limitée. Ces essais se situent en fait sur le plan de l'analyse *au niveau composant*, telle que définie en I.1.2.2, plutôt qu'au *niveau fondamental*. En conséquence, ces essais ne sont pas adaptés aux phases préliminaires de conception d'un nouveau dispositif MEMS. D'autre part, la complexité structurelle de ces éprouvettes est limitée par celle du produit final (il ne sera pas acceptable de complexifier le procédé de fabrication d'un produit en augmentant le nombre de couches structurelles par exemples).

²²La manipulation est hasardeuse, nécessitant des outils spécifiques et un savoir-faire expérimental. De plus, cette étape est souvent pénalisante en terme de temps.

²³Il est courant en anglais de désigner les structures par *integrated test structure*, pour faire référence à ces caractérisations intégrées, ou encore à ces *on-chip mechanical test*.

²⁴Par exemple, une poutre autoportante du matériau que l'on souhaite caractériser est fixée à son extrémité sur une autre poutre réalisée dans un matériau dont on connaît le coefficient de dilatation thermique. Lors de la libération de la structure, la dilatation thermique différentielle des deux matériaux crée une force à l'extrémité de la poutre sollicitée. Cette dernière se déforme jusqu'à atteindre une position d'équilibre. L'opérateur mesure l'allongement de la structure au travers d'un microscope.

La mise au point de dispositifs expérimentaux et d'éprouvettes associées aux géométries simples, et maîtrisées, sont nécessaires pour l'étude de relations fondamentales entre les procédés de fabrication et la microstructure d'une part, et la microstructure et les propriétés mécaniques d'autre part. Se plaçant à l'échelle représentative du microsystème, les dimensions des éprouvettes deviennent comparables aux longueurs caractéristiques de la microstructure, induisant une modification du comportement mécanique de la couche mince.

Nous avons présenté dans ce début de chapitre un ensemble de critères divers qui sont autant d'éléments de choix pour déterminer quelle sera la caractérisation la plus pertinente pour chaque cas de figure. Cette liste n'a pas pour vocation à être exhaustive, mais nous a paru constituer un bon point de départ. Dans le cadre de notre étude, nous avons restreint le domaine d'analyse à un ensemble de caractérisations cohérent, et qui nous a semblé répondre à une majorité des points exposés dans ce chapitre.

I.2.4.2 Les choix de cette étude

Ce paragraphe présente les différentes techniques qui ont été utilisées – et développées le cas échéant – dans le cadre de cette thèse. En particulier, le choix de ces techniques est éclairé par les différents éléments présentés dans la section précédente, au vue des objectifs que nous nous sommes fixés.

Plusieurs inconvénients sont inhérents à chacune des méthodes de sollicitation évoquées jusqu'à maintenant. Les limites de validité de certaines techniques peuvent être rédhibitoires dans certains cas, comme la mesure de la flèche des poutres encastées-libres (sans sollicitation mécanique, pour la mesure de l'état des contraintes internes) qui ne peut se faire facilement que pour des matériaux non-transparents car les mesures se font bien souvent par profilométrie optique [Zhang 06]. Pour l'obtention des avantages et des inconvénients de chacune des méthodes existantes, il sera possible de se référer au travail de Srikar et Spearing [Srikar 03].

Dans le cadre de cette étude, nous avons toutefois identifié deux techniques privilégiées, qui peuvent, potentiellement répondre à elles deux à la majorité des cas de figure rencontrés. Elles répondent à deux compromis opposés faits entre les critères et les contraintes évoqués précédemment. Il s'agit de la microtraction d'une part, et du banc d'indentation instrumentée d'autre part. Des techniques de sollicitation dérivées comme la microflexion sont également présentées.

—— Traction uniaxiale ——

Les essais uniaxiaux constituent le premier de ces deux ensembles de techniques. Outre le fait que le champ de contrainte développé permette une analyse simple et complète de la réponse de l'échantillon, l'essai de microtraction fournit aisément des informations pertinentes à propos de l'influence de l'effet de taille sur les comportements des structures, que ce soit sur la caractérisation de l'élasticité de l'échantillon, de ses déformations irréversibles, ou encore sur son comportement à la rupture, soit fragile, soit ductile. L'endommagement progressif des structures est également un domaine d'étude accessible par les sollicitations uniaxiales.

Cet essai, qui sollicite l'ensemble de la couche mince en déformation plane, peut être réalisé sur des structures autoportantes. Dans ce cas, la couche mince est caractérisée immédiatement, sans l'influence du substrat. D'autre part, le champ des contraintes étant homogène dans toute la longueur utile de l'éprouvette, le comportement mécanique de l'éprouvette peut être assimilé à celui d'un élément de volume.

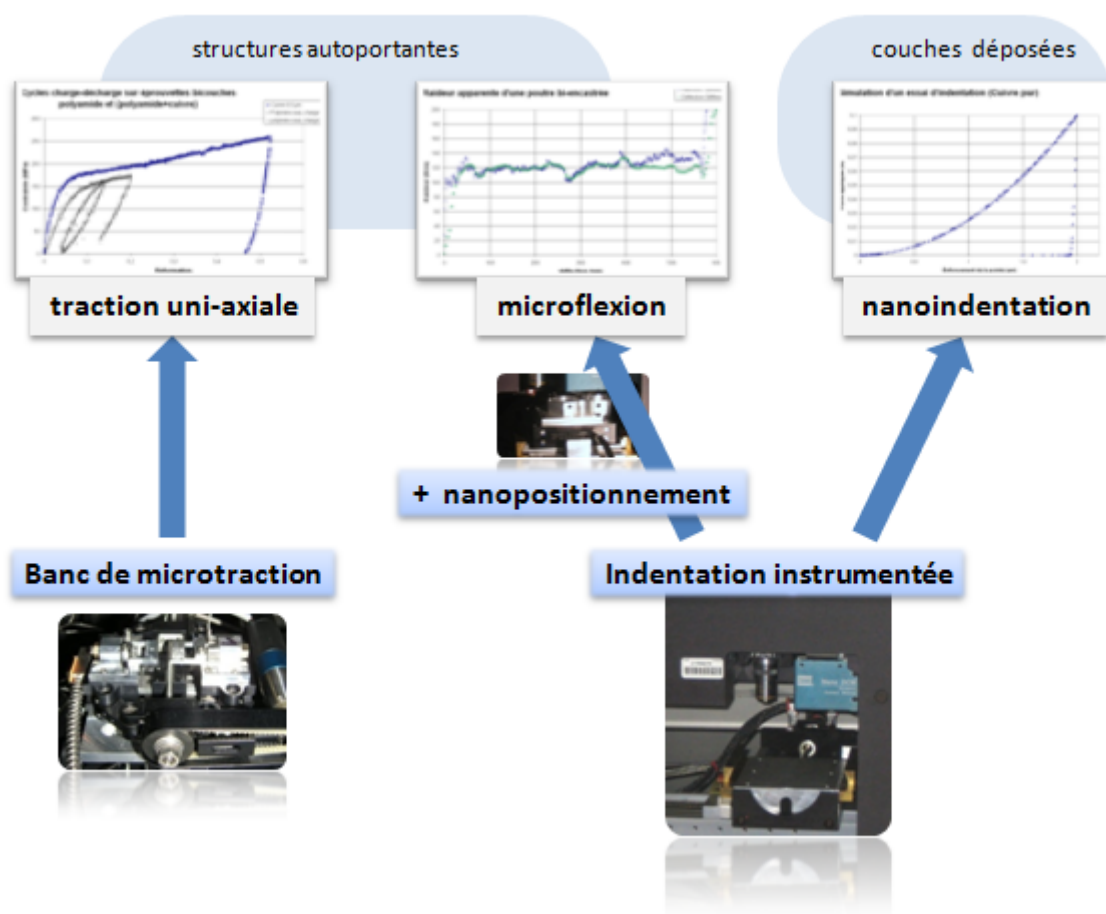


FIG. I2-3 – Techniques de caractérisation utilisées dans le cadre de cette étude et exemples de courbes obtenues.

—— Indentation instrumentée ——

À l'inverse, l'essai d'indentation instrumentée, qui analyse la réponse d'un échantillon à une sollicitation extrêmement locale — une pointe supposée indéformable est progressivement enfoncée dans la matière – prend d'une certaine manière le contrepied de l'essai de microtraction uniaxial. En premier lieu, la sollicitation est cette fois-ci beaucoup plus complexe, avec des gradients de contraintes en trois dimensions, mais également plus locale : seule une petite partie de l'échantillon est sollicitée, et la notion de représentativité de la matière doit être questionnée, en particulier pour des alliages ou des composites . Il est notamment nécessaire de déterminer si le volume sollicité est suffisamment important pour être représentatif du comportement mécanique de la couche, compte-tenu des fortes influences de la géométrie à une échelle mésoscopique [Arzt 98]. L'avantage de cet essai réside principalement dans la facilité de sa mise en œuvre. Les échantillons sollicités ne sont pas spécifiques : il suffit de disposer d'une surface de quelques microns carrés sans relief (gravures de motifs ou rugosité). En conséquence, il est possible d'étudier la réponse de structures plus complexes, voire même directement les matériaux mis en forme dans le produit fini ; autrement dit, l'essai d'indentation permet la caractérisation mécanique aux trois niveaux d'analyse identifiés dans la partie I.1.2.2.

Pour résumer, ces deux approches se complètent et s'opposent. L'une est locale, quand l'autre exerce une sollicitation globale. La complexité du champ de contrainte de l'essai d'indentation rend son analyse ardue, tandis que les courbes fournies par l'essai de traction, bien que très riches, demeurent beaucoup plus faciles à exploiter. En revanche, alors que la maîtrise de la mise en œuvre de l'essai de traction est très délicate pour disposer du degré de précision suffisant à l'extraction de propriétés mécaniques satisfaisantes, l'indentation ne nécessite quasiment aucune précaution préalable... Enfin, doté de ces deux techniques, il devient possible de caractériser un matériau avec ou sans le substrat²⁵, permettant ainsi d'apporter une compréhension accrue sur l'influence de ce dernier sur la mécanique des couches minces.

Une troisième voie a également été explorée dans le cadre de cette étude : l'utilisation du poinçon en diamant du nanoindenteur pour réaliser des essais de microflexion. Dans ce cas de figure, la configuration du chargement permet de faire, sous certaines conditions, l'hypothèse d'un chargement des structures autoportantes en contraintes planes, au contraire de l'essai de traction. Ces trois techniques – nanoindentation, microflexion et microtraction – sont complémentaires, car elles permettent à elles trois de disposer d'outils permettant la caractérisation de l'ensemble des cas d'utilisation des matériaux en couches minces dans les MEMS, à savoir des couches fines autoportantes, précontraintes, et déposées sur un substrat. Enfin, les volumes de matière sollicités sont également complémentaires pour étudier plus en détail les différents mécanismes intervenant dans le fameux « effet de taille ».

²⁵Grâce aux techniques de fabrication microsystème, le même matériau se trouve déposé sur un substrat, et différentes structures sont ensuite usinées pour être sollicitées parallèlement en nanoindentation, microflexion, ou microtraction.

Les techniques de gonflement de membrane n'ont pas été abordées dans le cadre de cette étude. En effet, d'une part le laboratoire AQ/LE du CNES n'a pas d'activité historique sur cette technique, et deuxièmement, une collaboration a été mise en place avec des laboratoires partenaires maîtrisant une telle technique (LAAS et INL). D'un point de vue fondamental, l'essai de flexion sur des poutres encastrées-libres ou encastrées-encastrées fournit une information qui peut être comparable au fléchissement de membrane, puisque chacune des techniques crée un état de contraintes planes dans la structure d'essai. La principale différence réside dans les conditions aux limites du problème.

—— Pertinence des campagnes croisées ——

La cohérence des résultats entre les différentes techniques de caractérisation constitue un premier élément pour juger de la pertinence des résultats délivrés par une nouvelle méthode²⁶. Néanmoins, dans la mesure où la réponse du matériau peut dépendre de 1) la sollicitation exercée, 2) la géométrie de l'éprouvette et 3) la présence ou non du substrat, l'approche visant à comparer différentes techniques entre elles sera capable de délivrer des informations sur la *reproductibilité* des essais, mais difficilement sur leur *justesse*.

Du point de vue de la normalisation des essais de caractérisation, deux protocoles différents sont normalisés, de manière générale, pour l'évaluation des incertitudes de mesure. La première consiste à réaliser un ensemble statistiquement représentatif d'essais sur un matériau étalon. La seconde méthode consiste à réaliser une campagne inter-laboratoires en sollicitant à chaque fois le même processus de mesure (norme NF ISO 5725-1).

Dans le cas des techniques de caractérisation en micromécanique, et plus particulièrement pour les essais de traction uniaxiale, cette seconde approche est aujourd'hui inefficace faute d'harmonisation et de normalisation dans les techniques d'essais elles-mêmes qui sont développées par chacun suivant des pistes parallèles, mais rarement convergentes. Les biais introduits par l'appareil de mesure, la géométrie de l'éprouvette, ou la dispersion des propriétés mécaniques entre deux éprouvettes issues de deux lots différents, sont autant d'éléments qui induisent des écarts significatifs dans les résultats entre différents laboratoires. Pour mettre en évidence ce phénomène, une comparaison entre cinq instituts asiatiques a été faite sur la mesure de la contrainte à rupture de couches minces autoportantes de polysilicium. Pour ce matériau, comme les amorces de rupture se concentrent principalement sur les surfaces latérales de l'échantillon [Tsuchiya 98], la contrainte à rupture a été tracée en fonction de cette dernière. Comme le montre la figure I2 - 4 qui récapitule les résultats obtenus, la géométrie de l'échantillon a la même influence sur l'ensemble des essais : une décroissance de la contrainte à rupture est systématiquement observée en fonction de l'augmentation de la surface latérale des échantillons, c'est-à-dire avec l'augmentation de la probabilité de présence d'un défaut de taille critique. Cependant, l'analyse globale des résultats est délicate, car un biais est introduit par le banc de test, expliquant ainsi les dispersions entre les laboratoires.

²⁶À cet égard, STRESSNET est un exemple de réalisation intéressant : ce fut un projet coordonné par le CEA LETI qui a regroupé 14 laboratoires et industriels et qui s'est achevé avec l'année 2005 [CEA 08].

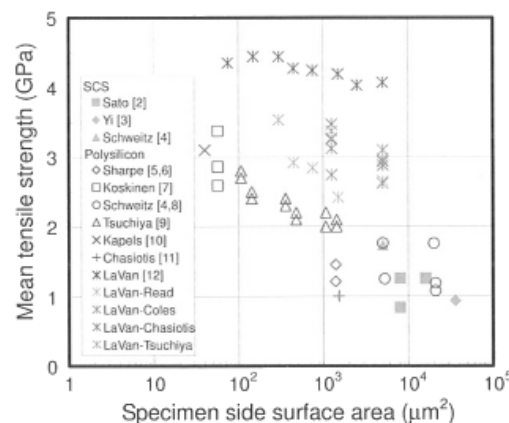


FIG. I2 - 4 – Comparaison de la contrainte à rupture obtenue par différents laboratoires sur des éprouvettes en polysilicium issues des mêmes lots de fabrication [Tabata 08]. La décroissance des propriétés mécaniques avec l’augmentation de la surface latérale illustre l’effet de taille. La dispersion entre les résultats issus des différents laboratoires illustre quant à elle la difficulté pour avoir des essais normalisés et calibrés.

Ainsi, l’*exactitude* d’un processus de mesure s’évalue par sa reproductibilité et sa justesse. Si la première peut se qualifier au travers d’un ensemble significatif d’essais, la deuxième nécessite une approche délicate à appréhender. La comparaison avec d’autres types de sollicitations n’est pas satisfaisante car les grandeurs mécaniques mesurées ne rendent pas compte de la même réalité du comportement de l’éprouvette. la réalisation de campagnes croisées entre différents essais de traction uniaxiale — ou supposée l’être! — n’est pas une approche envisageable aujourd’hui principalement pour les mêmes raisons. Cette étude, dans le cadre des développements réalisés pour améliorer et valider un banc de microtraction, s’est donc concentrée sur d’autres voies.

Dans le cadre de cette étude, un intérêt tout particulier a donc été porté à l’évaluation des différentes sources d’imprécision, et à la minimisation de leur impact sur la qualité des mesures. Notamment, lorsque la confiance dans certains paramètres sera limitée, le point a été souligné autant que possible.

La comparaison des résultats issus des différents essais mis en place a notamment permis d’apporter des éléments pour la mise en place d’une démarche globale associant à la fois la maîtrise des outils et la validation des mesures par la comparaison de sollicitations intrinsèquement différentes.

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION : PRINCIPES GÉNÉRAUX

Le chapitre précédent a permis de mettre en évidence les atouts et les inconvénients de plusieurs techniques de caractérisation mécanique dédiées aux microsystèmes. Cette étude s'attache plus particulièrement aux sollicitations réalisables à l'aide de deux outils de caractérisation, la microtraction et la nanoindentation. Ce dernier est notamment utilisé de deux manières distinctes : pour réaliser des essais d'indentation instrumentée d'une part, et pour réaliser des essais de microflexion par ailleurs (figure I2 - 3).

Les approches suivies diffèrent cependant en fonction du moyen utilisé. En effet, la microtraction a nécessité un travail de développement technique conséquent pour pouvoir exploiter les courbes résultats, tandis que l'essai d'indentation instrumentée a fait l'objet d'un travail plus théorique sur l'analyse, notamment pour tenter d'établir un lien avec l'essai de traction uniaxiale. Les paragraphes suivants se proposent de présenter les grandes lignes des différents modèles et hypothèses sous-jacents à ces essais, tandis que la partie II présentera plus en détail les développements techniques effectués.

I.3.1 La Nanoindentation

La nanoindentation constitue l'évolution logique des essais de microdureté par pénétration qui sont maintenant développés depuis plus d'un siècle. Il s'agit d'enfoncer un poinçon, de géométrie connue, dans le matériau pour en évaluer la réponse.

I.3.1.1 De la microdureté à l'indentation instrumentée

De manière générale, les essais de dureté (Vickers et autres) sollicitent la matière à une échelle extrêmement locale, ce qui peut être considéré comme un atout pour la caractérisation d'éventuelles hétérogénéités du matériau. Historiquement, il s'agit d'une mesure comparative entre deux matériaux, le plus dur rayant l'autre lors du frottement des deux corps (échelle de Mohs, 1812 [Mohs 09]). Nous nous intéresserons plus particulièrement aux mesures de dureté par pénétration, dans lesquelles un poinçon, dont la géométrie est connue, est enfoncé dans le matériau avec une charge donnée. Les informations sur le comportement mécanique du matériau se trouvent contenues dans l'observation de l'empreinte résiduelle. Le premier essai de cette catégorie à avoir été normalisé est l'essai Brinell (1924). Néanmoins, la dureté, bien que considérée aujourd'hui comme nécessaire à la représentation du comportement mécanique d'un matériau, est mesurée de multiples façons. En particulier, plusieurs unités coexistent, pérennisées par plusieurs normes internationales²⁷. Ce foisonnement provient de la difficulté d'interprétation d'une telle sollicitation : autant l'essai peut être facile à réaliser, autant sa mesure sera exploitable – et comparable à celles issues d'autres essais – uniquement si le dispositif et les conditions expérimentaux sont explicités et maîtrisés. La dureté caractérise fondamentalement un

²⁷Dureté Brinell : ISO 6506-1,2,3 ; Dureté Vickers : ISO 6507-1 ; Dureté Rockwell : ISO 2039-2 et ISO 6508-1.

écoulement plastique du matériau sous charge, elle dépend donc du niveau de contrainte appliquée et de l'état d'écrouissage, c'est à dire de l'historique des sollicitations subies par le matériau.

Les nombreuses recherches expérimentales et théoriques menées sur la mesure de dureté par pénétration d'un poinçon permettent l'extraction d'autres paramètres mécaniques à l'instar de ceux qui peuvent être extraits d'essais rhéologiques comme la traction (module d'élasticité, ténacité de matériaux fragiles, propriétés viscoélastiques...) [Felder 05] .

Quelle que soit la méthode de mesure de dureté par pénétration choisie, elle nécessite la mesure *à posteriori* d'une dimension particulière liée à la pénétration du poinçon dans le matériau²⁸ qui est utilisée pour estimer l'aire de contact A_c entre le poinçon et le matériau. La dureté se définit comme étant le rapport entre une force appliquée F et A_c :

$$H = \frac{F}{A_c} \quad (I3.1)$$

Ainsi, par construction – elle s'apparente à une pression qui caractérise un écoulement plastique de la matière autour du poinçon – cette grandeur fournit le même type d'information que la limite d'élasticité σ_y .

La distinction entre les différents essais de pénétration normalisés réside dans la forme du poinçon et dans la manière dont est estimée cette aire de contact A_c . Cet essai de pénétration ne peut pas s'appliquer universellement à l'ensemble des matériaux. Ainsi, une céramique possédant une limite d'élasticité élevée présentera une aire résiduelle trop faible pour être estimée précisément. Et la définition traditionnelle de la dureté, qui fait intervenir la taille de l'empreinte rémanente, ne peut convenir à un matériau élastomère dont l'empreinte résiduelle peut être nulle et dont la dureté serait alors infinie en appliquant l'équation I3.1.

C'est pourquoi Meyer, puis Tabor [Tabor 70], proposèrent de définir la dureté non plus comme le ratio de la charge appliquée sur l'aire de l'empreinte résiduelle, mais sur l'aire de contact sous charge. La dureté devient alors une pression moyenne de contact. En parallèle de cette évolution théorique, les progrès de l'instrumentation effectués au cours des trois dernières décennies ont permis l'émergence d'installations d'indentation instrumentée, ou « nanoindentation ». Une telle technique de caractérisation – qui ne se contente plus d'observer l'aire de contact résiduelle laissée par le poinçon, mais qui enregistre en continu son enfoncement en réponse à la force appliquée – amène une diminution d'un ordre de grandeur dans les forces mises en jeu, et donc dans le volume de matière sollicité. De plus, l'enregistrement continu de la profondeur de contact permet d'obtenir une estimation de l'aire de contact sous charge²⁹, et donc de la pression moyenne de contact effective.

Des paramètres mécaniques, comme le module d'élasticité, deviennent également, moyennant quelques hypothèses, caractérisables par un tel essai. Bien que l'existence d'une relation entre l'essai d'indentation et la relation contrainte-déformation uniaxiale soit

²⁸ Il s'agit du diamètre de l'empreinte résiduelle pour la dureté Brinell, ou encore de la longueur de la diagonale d'une pyramide régulière pour la dureté Vickers.

²⁹ La relation entre l'aire de contact sous charge et la profondeur de contact dépend uniquement de la géométrie du poinçon, tant que ce dernier est considéré indéformable.

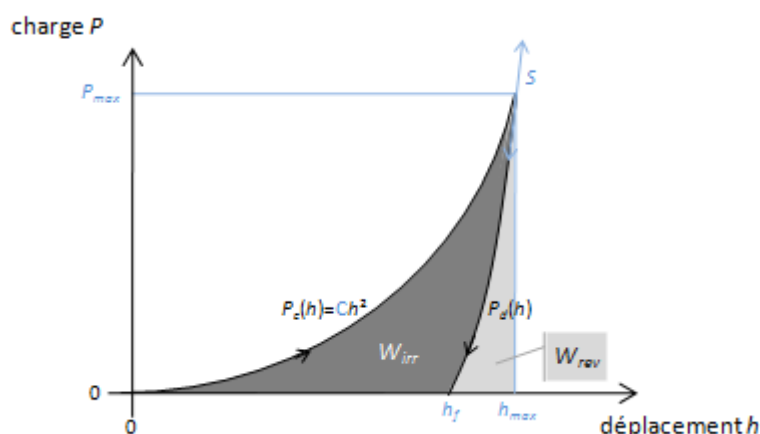


FIG. I3 - 1 – Représentation schématique d'une courbe de nanoindentation (poinçon pyramidal) avec les principales grandeurs mesurées : la charge F , l'enfoncement de la pointe h . La caractéristique $F_c(h)$ représente la courbe de charge jusqu'à F_m , $F_d(h)$ celle de décharge. Cette décharge étant élastique, la pente de la courbe est assimilée à une raideur de contact S , évaluée pour $h = h_m$. h_f est la profondeur résiduelle atteinte à charge nulle. W_{irr} et W_{rev} illustrent la décomposition en énergie irréversible et réversible du travail W_{tot} fourni lors de l'essai d'indentation.

communément admise, son établissement est délicat, de part la nature fondamentalement différente de la sollicitation mécanique exercée (sollicitation à une dimension dans le cas de l'essai de traction et triaxiale pour l'indentation).

Dans le cas d'une plasticité parfaite, des travaux préliminaires ont permis de relier théoriquement la valeur de la dureté à la limite d'écoulement [Hill 50, Lockett 63]. Suite à ces travaux, Tabor introduit l'idée d'une contrainte représentative de l'essai d'indentation. Avec le concours de Hill, il introduit le concept de similarité géométrique, valable pour les poinçons dont la géométrie n'est décrite que par un ensemble d'angles (poinçons coniques, diédriques et pyramidaux) :

« Quelle que soit la valeur de la pénétration du poinçon, les champs de contraintes et de déformations sont géométriquement similaires. »

Depuis, plusieurs axes de recherches qui sont présentés dans les paragraphes suivants exploitent la courbe d'indentation pour extraire les différentes propriétés mécaniques intrinsèques du matériau sollicité. Par la suite, nous nous intéresserons quasi-exclusivement au cas des poinçons pointus coniques ou pyramidaux.

I.3.1.2 Principe et premières analyses

Les faibles échelles sollicitées lors d'un essai de nanoindentation en font un essai *a priori* adapté à la caractérisation de couches minces sur substrat rigide. Un tel essai constitue en conséquence l'une des techniques de choix dans l'industrie de la microélectronique. Toutefois, l'application du principe de similarité géométrique nécessite d'avoir des matériaux homogènes, isotropes et semi-infinis. Dans le cas des couches minces, ces hypothèses deviennent restrictives, puisque de tels matériaux sont souvent très texturés, avec des

gradients de propriétés dans l'épaisseur de la couche, et demeurent de plus difficilement assimilables à des espaces semi-infinis quand l'épaisseur n'excède pas quelques microns. Les profondeurs d'indentation ne doivent alors pas dépasser quelques dizaines de nanomètres pour demeurer dans le cadre classique de la nanoindentation, ce qui est à l'origine d'autres difficultés expérimentales.

Contrairement à l'essai de dureté classique, la force, enregistrée en continu, est appliquée progressivement avec un taux de charge défini. Le déplacement du poinçon est également enregistré en continu lors de la mise en charge du matériau éprouvette ($F_c(h)$), mais également lors de sa décharge (caractéristique $F_d(h)$), comme illustré sur le schéma I3 - 1. Cette deuxième étape est représentative d'un comportement principalement élastique de la matière³⁰, tandis que la charge est gouvernée dès les premiers instants par un régime élasto-plastique.

Lors de la mise en charge, la force maximale programmée F_m est atteinte. L'enfoncement maximal est noté h_m . Lors de la décharge, la force diminue jusqu'à sa valeur initiale ; la profondeur résiduelle étant alors h_f . Dès lors, il n'y a plus contact entre le poinçon et l'éprouvette. Cette profondeur h_f correspond donc à la profondeur de l'empreinte résiduelle laissée par le poinçon, et est représentative du travail irréversible W_{irr} , soit dissipé, soit stocké sous forme de contraintes résiduelles dans le matériau sollicité. Ce travail correspond à l'énergie totale W_{tot} fournie par l'indentation à laquelle est soustrait le travail restitué W_{rev} lors de la recouvrance élastique à la décharge :

$$W_{tot} = W_{rev} + W_{irr} \quad (I3.2)$$

La décharge induit des déformations purement élastiques, il est donc possible d'assimiler³¹ la pente de la caractéristique $F_d(h)$ à une raideur élastique S . C'est cette grandeur physique qui est actuellement à la base des méthodes les plus utilisées pour l'obtention du module d'élasticité E (méthode de Oliver et Pharr [Oliver 92]).

—— Modèles élastiques ——

Plusieurs niveaux de modélisation successifs ont été effectués, depuis Boussinesq [Boussinesq 85] et Hertz [Hertz 82] au XIX^e siècle, pour tenter de déterminer la relation entre la loi constitutive du matériau et sa réponse à un essai d'indentation.

La théorie de Hertz modélise le contact élastique entre deux solides à surface lisse [Hertz 82]. Elle se restreint aux théories des petites déformations et suppose que les dimensions du contact sont petites devant celles des solides.

La géométrie de contact est décrite par un ensemble de solides de révolution dans le cas général, et est assimilé à un contact sphère-plan pour un essai d'indentation. Il est possible de se ramener à la pénétration d'un poinçon sphérique (de rayon R) dans un matériau plan à l'aide d'un module équivalent E_{eq} , composite des propriétés élastiques des deux solides (ici

³⁰ Les chemins d'une deuxième charge et d'une décharge préalable sont superposés.

³¹ Du moins, dans sa partie initiale.

le poinçon et l'éprouvette) :

$$E_{eq} = \left(\frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \right)^{-1} \quad (I3.3)$$

où E et ν sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'éprouvette, et E_i et ν_i ceux du poinçon sphérique.

Selon la théorie de Hertz, ce module équivalent E_{eq} est estimable à l'aide de l'expression analytique de la charge F en fonction de l'enfoncement de la pointe h qui s'exprime par :

$$F = \frac{4}{3} E_{eq} \sqrt{R} h^{3/2} \quad (I3.4)$$

Pour un enfoncement donné, la pression maximale p_{max} , sous le contact, vaut :

$$p_{max} = \frac{2}{\pi} E_{eq} \sqrt{\frac{h}{R}} \quad (I3.5)$$

D'autre part, on observe que le cisaillement maximal τ_{max} est situé sous le contact et vaut $\tau_{max} = 0,31 p_{max}$. Cette dernière relation permet de déterminer le domaine de validité de la théorie de Hertz : lorsque $p_{max} \approx \sigma_y / 0,62$ (utilisation du critère de Von Mises : $\tau_{max} = \sigma / 2$), le contact se plastifie, et des modèles plus élaborés doivent alors être utilisés.

La pression moyenne de contact lors de l'essai dans le domaine élastique peut donc être assimilée à une mesure de dureté, qui dans ce cas dépend des paramètres de l'essai (en particulier de la pénétration h) en plus des propriétés mécaniques du matériau :

$$H = \frac{2}{3} p_{max} = \frac{4}{3\pi} E_{eq} \sqrt{\frac{h}{R}} \quad (I3.6)$$

Ces équations sont développées dans le cadre d'un contact sphère-sphère ou sphère-plan, et ne sont pas adaptées à la pénétration d'un poinçon pointu ($R \rightarrow 0 \mu m$ et l'application des équations I3.5 et I3.6 ferait alors tendre la pression maximale et la dureté vers l'infini).

Il faut attendre 1939 et les travaux de Love [Love 39] pour obtenir une solution analytique d'une indentation d'un milieu semi-infini *élastique* à l'aide d'un poinçon pointu illustrée en figure I3 - 2. Le principal point qui ressort de ses équations est la similarité de l'essai³². La dureté H (c'est-à-dire la pression moyenne d'indentation) devient une constante qui ne dépend que des propriétés élastiques du matériau éprouvette (E_{eq} est défini par I3.3) et du demi-angle au sommet ψ du poinçon :

$$H = \frac{1}{2} E_{eq} \cot(\psi) \quad (I3.7)$$

L'analyse de Love demeure toutefois insuffisante. En effet, elle prévoit que la déformation réversible élastique subie par le matériau atteigne une valeur de $\varepsilon_e = 0,35$ dans le cas d'un poinçon avec un angle représentatif d'un poinçon Berkovich ($\psi = 70^\circ$). Dans la mesure où la plupart des matériaux usuels se plastifient bien avant ce niveau de déformation,

³²À savoir la topologie du contact et les dimensions associées évoluent de manière homothétique avec la profondeur d'indentation. La propagation du champ des contraintes est également homothétique, et les contraintes sont d'amplitude constante.

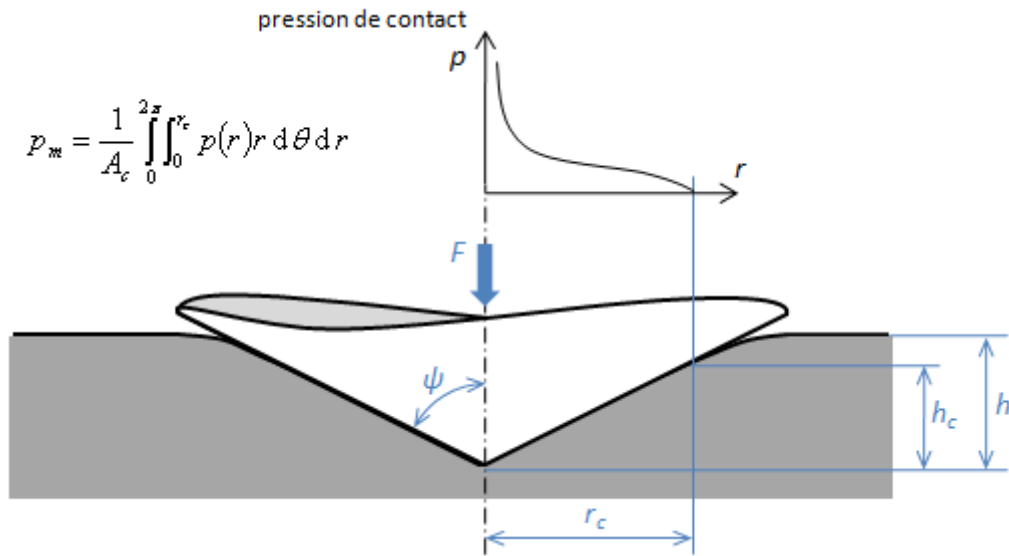


FIG. I3 - 2 – Schéma illustrant le contact entre l'éprouvette et un poinçon axisymétrique. h est la profondeur de pénétration, h_c la profondeur de contact, r_c et A_c le rayon et l'aire de contact, et ψ le demi-angle au sommet du poinçon, ou « angle d'attaque ». La dureté se définit comme étant la pression moyenne de contact p_m , calculée à partir de l'intégrale de la distribution de pression $p(r)$.

nous pouvons conclure que dans l'hypothèse où le poinçon est parfaitement pointu (présence d'une singularité), il y aura, dès les premiers instants du contact, occurrence d'une déformation plastique dans le matériau sollicité³³.

Suite à ces travaux, Ian Sneddon [Sneddon 65] a proposé une solution générale au problème du contact entre un milieu élastique semi-infini et un poinçon axisymétrique, exprimant de manière simple la raideur S de contact à la décharge (cf. figure I3 - 1 pour une représentation graphique) en fonction du module équivalent E_{eq} (défini en I3.3) et du rayon de contact r_c (défini sur la figure I3 - 2) :

$$S = 2E_{eq}r_c \quad (I3.8)$$

Cette équation met en évidence le fait que malgré la forte influence de la forme du poinçon sur les champs de pression (eq. I3.7), la raideur du contact entre ces poinçons axisymétriques et un matériau massif élastique demeure identique à celle qu'engendrerait un poinçon plat de même aire³⁴. Bulyshev *et al.* [Bulyshev 75] démontrent que l'analyse de Sneddon peut être généralisée à des poinçons pointus qui n'ont pas de symétrie de révolution³⁵ en appliquant un coefficient de correction β à l'équation I3.8, pour peu qu'elle soit reformulée pour faire

³³ Cette hypothèse n'est pas forcément adaptée à la réalité expérimentale. Une pointe Berkovich – une pyramide à trois faces – est toujours émoussée à son extrémité. Cette dernière peut alors être assimilée à une sphère de rayon R . Typiquement pour des pointes neuves en diamant, $100 \text{ nm} < R < 300 \text{ nm}$.

³⁴ Un poinçon plat est un cylindre de base circulaire de rayon A perpendiculaire à la surface pénétrée.

³⁵ Par exemple, dans le cas d'un poinçon de type Vickers ou Berkovich, qui est de forme pyramidale.

apparaître l'aire de contact A_c :

$$S = 2\beta E_{eq} \sqrt{\frac{A_c}{\pi}} \quad (\text{I3.9})$$

Le facteur β vaut, pour un indenteur Berkovich, $\beta = 1,034$. Toutefois, selon Oliver et Pharr [Oliver 04], ce coefficient est compris entre 0,99 et 1,05. Une meilleure précision nécessite ensuite de faire des hypothèses sur la plasticité du matériau sollicité.

L'équation I3.9, appelée « équation de Sneddon » met en évidence le rôle primordial de l'évaluation de l'aire de contact A_c dans les calculs des propriétés mécaniques. Elle constitue l'expression la plus utilisée en nanoindentation.

Oliver et Pharr [Oliver 92, Oliver 04] ont proposé une méthodologie optimisée pour évaluer l'aire de contact A_c à partir du déplacement de la colonne d . Leur analyse utilise le fait que les solutions élastiques peuvent se mettre sous la forme $F^c(h) = kh^n$, où n est l'exposant de la courbe de charge ($n = 2$ pour un indenteur conique). En utilisant les travaux de Doerner et Nix [Doerner 86a], ils proposent l'estimation suivante pour la profondeur de contact :

$$h_c = h - \varepsilon \frac{F}{S} \quad (\text{I3.10})$$

où $\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) \approx 0,72$ pour un poinçon conique [Oliver 92]³⁶. Bien qu'il soit actuellement le plus cité³⁷, plusieurs auteurs ont mis en évidence les limites de ce modèle. Il est effectivement développé pour caractériser l'élasticité des matériaux. En particulier, cette approche est intéressante pour l'étude des matériaux avec un rapport Y/E élevé (céramiques) mais devient caduque lors de la caractérisation de films métalliques. En effet, pour les matériaux possédant un rapport Y/E compris entre 1×10^{-4} et 1×10^{-2} , la procédure n'est correcte que pour les matériaux possédant un coefficient d'écrouissage de l'ordre de $n \approx 0,3$. Pour un coefficient d'écrouissage plus faible, un bourrelet se forme autour de l'empreinte, rendant l'équation I3.10 inutilisable [Cheng 04]. Pour un coefficient plus élevé (de l'ordre de $n = 0,5$), l'équation I3.10 sous-estime l'aire de contact [Bolshakov 98].

L'ensemble des propriétés mécaniques dans lequel ce modèle est valide est donc relativement restreint. En particulier, l'équation I3.10 implique que la profondeur de contact h_c est nécessairement plus petite que le déplacement de la pointe h . Cette assertion est fausse en présence d'un bourrelet comme l'illustre la figure I3 - 3.

Loubet *et al.* proposent une forme alternative à l'expression de la profondeur de contact I3.10 en s'appuyant sur la profondeur de contact définie par Doerner et Nix [Doerner 86a] h_d (la profondeur résiduelle projetée en $F = 0$ à partir de la raideur S et de h_{max}) :

$$h_c = \alpha_l h_d \quad (\text{I3.11})$$

³⁶Dans leur publication de 2004 [Oliver 04], les auteurs proposent de prendre $\varepsilon = 0,75$ en raison de la topologie de contact entre le poinçon et la surface qui s'apparente, compte tenu des déformations élastiques, à un paraboloïde de révolution plutôt qu'à un contact plan-plan.

³⁷4 636 publications citant explicitement les travaux de Oliver et Pharr publiés en 1992 [Oliver 92] étaient référencées sur le site <http://scholar.google.fr> le 09/01/2009.

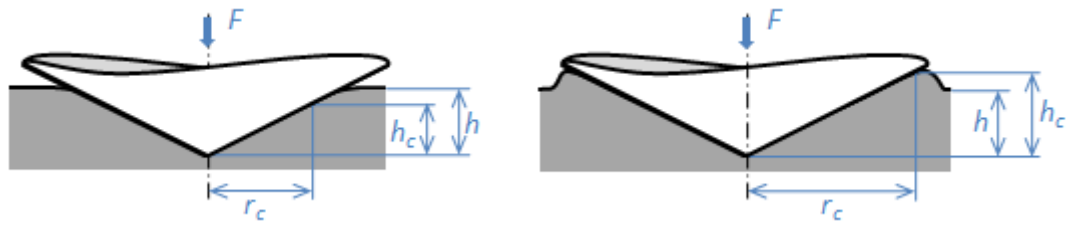


FIG. I3 - 3 – La formation d'un bourrelet plastique limite le domaine d'application de l'approche de Oliver et Pharr (équation I3.10) : dans ce cas, $h_c > h$.

où α_l est un coefficient sans dimension³⁸.

Bien que la première méthode soit nettement plus citée que la deuxième, il est difficile actuellement d'en déterminer « la meilleure ». Il est traditionnellement considéré que la méthode de Loubet est plus adaptée pour les matériaux à forte déformation plastique, mais cette méthode reste pertinente pour les matériaux élastiques comme l'a démontré Ludovic Charleux [Charleux 06].

—— Prise en compte de la plasticité ——

La plasticité doit nécessairement être prise en compte dans la modélisation de l'essai de nanoindentation, les modèles précédents étant par conséquent sujets à de nombreuses limitations.

Ainsi, pour un matériau rigide plastique, Lockett, en 1963 [Lockett 63], a pu expliquer certains phénomènes expérimentaux. La plasticité ne se faisant que dans une zone finie autour du poinçon, la présence d'un bourrelet s'avère nécessaire pour assurer une déformation à volume constant. Dans le cas d'un matériau élastoplastique écrouissable, sa solution constitue une borne supérieure aux solutions $F(h)$, quand la solution purement élastique de Love propose une borne inférieure.

Dans le cas d'un matériau parfaitement plastique (pas d'écrouissage, $n = 0$), Tabor établit une relation entre la dureté H et le seuil de plasticité σ_y [Tabor 48] :

$$n = 0 \quad \Rightarrow \quad H = 3 \sigma_y \quad (\text{I3.12})$$

Toutefois, lorsque $n \neq 0$, la pénétration du poinçon induit un écrouissage qui modifie le niveau de contrainte appliqué pour avoir un écoulement plastique. Compte tenu de la complexité de la distribution du champ des déformations sous le poinçon, le niveau d'écrouissage n'est pas constant dans le matériau sollicité. Toutefois, Tabor propose d'associer une déformation ε_r moyenne, « représentative » de l'essai d'indentation. Le niveau de contrainte associé σ_r devient donc la contrainte représentative de l'essai d'indentation, et :

$$H = 3 \sigma_r \quad (\text{I3.13})$$

Dans le cas d'un poinçon de type Berkovich, cette déformation représentative est d'environ 7 %.

³⁸ Bucaille [Bucaille 03] propose d'utiliser $\alpha_l = 1,2$.

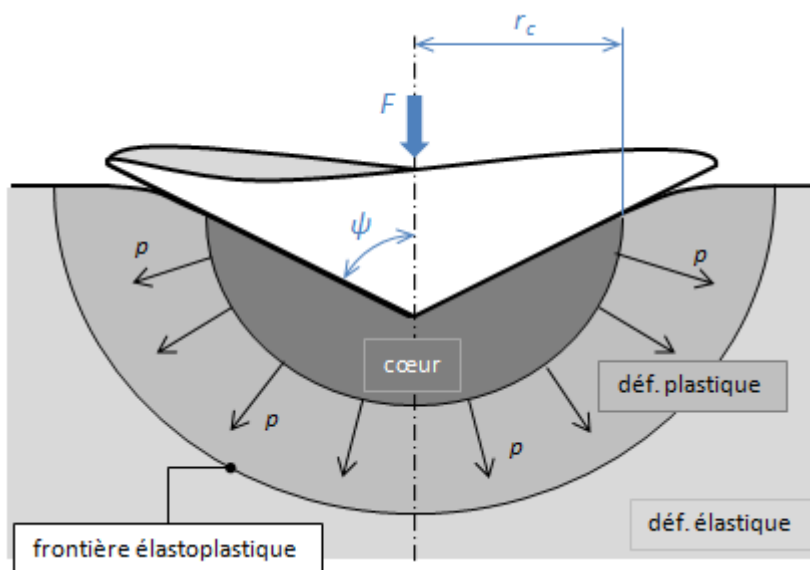


FIG. I3 - 4 – Expansion d'une cavité sphérique durant l'essai d'indentation.

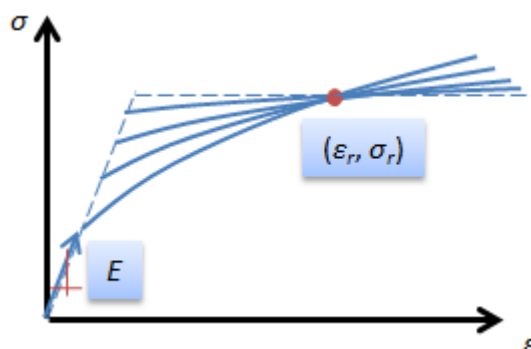


FIG. I3 - 5 – L'essai d'indentation permet théoriquement d'obtenir d'une part le module d'élasticité E , et d'autre part un point $(\varepsilon_r, \sigma_r)$ représentatif de l'écoulement plastique sous le poinçon (analyse de Tabor). Ces données ne sont pas suffisantes pour identifier de manière unique une loi de comportement à partir d'un essai d'indentation.

—— Comportement élasto-plastique ——

L'utilisation d'un modèle élasto-plastique, apte à mieux rendre compte de la réalité d'une courbe d'indentation sur les matériaux métalliques usuels, nécessite l'évaluation de la contribution relative de chacun des mécanismes, élasticité et plasticité, durant l'essai.

Johnson [Johnson 70] propose une interprétation particulièrement intéressante pour la compréhension physique de l'indentation, en reprenant notamment l'analyse faite par Bishop *et al.* [Bishop 45] et Marsh [Marsh 64] sur le modèle de cavité sphérique développé pour rendre compte de la plasticité sous le poinçon. Cette dernière, utilisée pour rendre compte de la plasticité sous le poinçon, est en expansion lors de la pénétration de ce dernier,

comme l'illustre la figure I3 - 4. Le rapport entre la pression moyenne de contact, autrement dit, la dureté H , et le seuil de plasticité σ_y peut alors s'écrire ainsi :

$$\frac{H}{\sigma_y} = \frac{2}{3} \left(1 + \ln \left(\frac{E_{eq}}{3 \sigma_y} \cot \psi \right) \right) \quad (I3.14)$$

Le rapport $\frac{E_{eq}}{\sigma_y} \cot \psi$ est désigné par le terme « indice d'indentation » [Laval 95], et il quantifie la part de déformation plastique par rapport à la déformation élastique mise en jeu dans le contact. Des travaux ultérieurs s'appuyant sur des simulations numériques ont permis de démontrer que cette équation ne s'applique que pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques ($n = 0$) [Hochstetter 03]. L'interprétation physique n'en demeure pas moins pertinente pour comprendre l'organisation des distributions des champs de contrainte et déplacement sous le poinçon. En particulier, elle illustre les difficultés qui seront rencontrées lors de la caractérisation de couches minces, où la dimension réduite de la couche va entrer en conflit avec la notion de volume de cette zone mise en pression.

Le développement des méthodes de calcul numérique a pu permettre à des chercheurs comme Giannakopoulos *et al.* [Giannakopoulos 94] de proposer des simulations par éléments finis qui déterminent plus justement la part élastique dans cette déformation représentative, en particulier dans le cas de matériaux écrouissables. Toutefois, ces simulations s'appuient sur un type de comportement rhéologique donné et ne permettent pas d'obtenir un modèle unifié pour l'ensemble des matériaux. Comme toute étude paramétrique, l'espace des grandeurs d'entrée est discrétisé et la solution se trouve extrapolée entre les solutions ponctuelles délivrées par la simulation. Le nombre de simulations étant alors directement dépendant du nombre de paramètres choisis, il est donc nécessaire de distinguer les entrées connues des paramètres dont on veut déterminer l'influence.

Ces relations montrent qu'il est possible, à partir de la mesure de dureté, d'obtenir au moins un point du domaine plastique de la caractéristique contrainte - déformation d'un matériau. En parallèle, il est possible d'établir une méthodologie qui permet d'évaluer le module d'élasticité. Ces données ne sont toutefois pas suffisantes pour décrire complètement une loi contrainte-déformation, comme l'illustre la figure I3 - 5.

De plus, bien que largement répandue, l'analyse de Tabor et la notion de déformation représentative doivent être analysées avec prudence, dans la mesure où les équations de Tabor et de Johnson ne paraissent pas compatibles.

I.3.1.3 Obtention des propriétés mécaniques intrinsèques

Si les analyses de Tabor et de Johnson établissent un premier lien théorique entre la nanoindentation et la loi constitutive des matériaux, des travaux supplémentaires ont été menés pour tenter de décorrélérer l'influence des différents paramètres sur les courbes caractéristiques issues de la nanoindentation.

—— L'analyse dimensionnelle ——

La méthode dite « méthode dimensionnelle » fait appel aux travaux de Buckingham [Buckingham 14] qui cherche à mettre en exergue le sens physique contenu dans les équations et les diverses données d'un problème. L'outil mis en place est appelé « théorème Pi » ou théorème de Vaschy-Buckingham (énoncé en annexe A.2.1). Ce théorème formalise mathématiquement le fait que les fonctions exprimant des lois physiques doivent être globalement homogènes, c'est-à-dire que tous les termes additifs doivent avoir les mêmes unités.

Ce sont Cheng et Cheng [Cheng 98] qui ont été les premiers à tirer parti de cet outil pour l'essai d'indentation instrumentée. Les hypothèses concernent le comportement mécanique du poinçon (parfaitement élastique), celui du matériau sollicité (homogène et isotrope, élastoplastique avec un écrouissage local) et les dimensions de l'éprouvette qui sont très grandes devant celles de l'essai. L'éprouvette est donc assimilée à un demi-espace. Une description détaillée de cette démarche est présentée dans l'annexe A.2. Les résultats de cette analyse, sans fournir de relations explicites, délivrent des conclusions qui doivent être vérifiées quels que soient les modèles développés par la suite :

- Il est possible de mesurer le rapport de l'énergie dissipée sur le travail d'indentation W_{irr}/W_{tot} à la place du rapport h_f/h_m , de manière à avoir un rapport plus robuste au bruit de mesure³⁹,
- La formation éventuelle d'un bourrelet autour du poinçon (qui invalide *de facto* la démarche de Oliver et Pharr) est directement dépendante du paramètre Y/E_{eq} et des paramètres décrivant la plasticité x_i ,
- Pour une géométrie de pointe donnée, les paramètres C , S/h_m et h_f/h_m sont des fonctions uniquement des propriétés mécaniques des matériaux.

La similitude par rapport à h_m permet de construire n'importe quelle courbe, à une profondeur maximale quelconque, à partir d'une seule obtenue expérimentalement.

Une courbe d'indentation se caractérise donc par l'ensemble des trois paramètres $(C, S/h_m, h_f/h_m)$. L'analyse dimensionnelle présente l'essai de pénétration instrumentée comme une application de l'ensemble des propriétés mécaniques — de dimension supérieure ou égale à 3 — dans l'ensemble des grandeurs mesurées par nanoindentation.

³⁹Il est effectivement plus précis de mesurer une grandeur intégrée sur tout une courbe plutôt qu'un point isolé sur une courbe éventuellement bruitée.

Dans le cas où l'ensemble des propriétés mécaniques est de dimension 3 (par exemple lorsque le comportement du matériau est décrit par une loi de type Hollomon), toute la question est de savoir si cette application est une relation bijective ou simplement surjective. En particulier, cette question doit se poser en considérant le bruit de mesure, qui entache toute valeur d'une incertitude. L'injectivité de la relation entre l'espace des propriétés mécaniques et celui des caractéristiques issues de la nanoindentation, pour être démontrée, devra prouver que si deux matériaux possèdent deux courbes d'indentation identiques aux incertitudes près, leurs propriétés mécaniques devront être également identiques.

—— Algorithmie inverse ——

L'objectif de ce type d'étude est d'élaborer un algorithme qui soit capable d'établir un lien explicite entre les grandeurs caractéristiques de l'essai d'indentation et les propriétés mécaniques du matériau sollicité. Plusieurs méthodes ont été publiées, la principale différence entre elles étant le nombre de paramètres mécaniques qu'elles se proposent d'obtenir.

Dao *et al.* [Dao 01] ont été les premiers, en 2001, à proposer un algorithme pour des matériaux élastoplastiques écrouissables et décrits par une loi puissance de type Hollomon. Cette méthode propose d'obtenir directement 3 paramètres mécaniques à partir d'un essai d'indentation. Elle constitue l'algorithme le plus ambitieux à ce jour. Pourtant, Dao lui-même montre que cette relation n'est pas univoque sur une partie de l'espace des propriétés mécaniques. Au final, cette méthode est peu robuste, et s'avère parfois incohérente.

Casals a montré qu'il n'y a pas unicité des solutions de l'algorithme proposé par Dao [Casals 05]. Il y a généralement deux solutions au problème inverse, c'est-à-dire que deux matériaux différents peuvent avoir la même courbe d'indentation. La différenciation des deux se fait par l'observation de l'empreinte résiduelle (caractéristiques $F(h)$ similaires, mais une topologie de contact différente). L'une des deux empreintes possède un bourrelet tandis qu'un tassement se produit autour de la deuxième.

Parallèlement à cette approche, qui consiste à obtenir le plus de paramètres possibles à partir d'une courbe d'indentation, des travaux explorent des algorithmes fondés sur l'utilisation de plusieurs géométries de poinçon. Les conditions de l'essai étant modifiées (variations des ψ_i), les fonctions Π établies par l'analyse dimensionnelle sont doublées, permettant l'unicité des solutions et améliorant la robustesse des algorithmes. Ces travaux ont débutés avec les publications de Bucaille [Bucaille 03] qui propose d'utiliser deux poinçons différents : $\psi = 60^\circ$ et $\psi = 70^\circ$. L'obtention de non pas 1 mais 2 points de la caractéristique contrainte-déformation (en s'appuyant sur l'analyse de Tabor) augmente la robustesse des algorithmes.

Enfin, Kermouche, en collaboration avec Loubet, propose une approche phénoménologique [Kermouche 05]. Il généralise l'approche de l'écrouissage de type Hollomon à l'ensemble des matériaux possédant un écrouissage isotrope. La méthode suppose que l'élasticité du matériau a été préalablement caractérisée (E_{eq} connu). Seule la phase de charge est utilisée, la décharge étant source de trop d'imprécisions. Pour chaque indentation, un couple $(\varepsilon_r, \sigma_r)$ peut être obtenu. Ce point représentatif de l'essai de pénétration instrumentée

constitue l'un des points de la courbe de traction. La distinction entre deux points est réalisée en modifiant la géométrie du poinçon.

Les différentes méthodes citées dans ce paragraphe ne constituent pas une liste exhaustive. Nous n'avons pas la prétention de rendre compte de l'ensemble des méthodes qui existent. Nous soulignons ici simplement la profusion des publications sur ce sujet. Toutefois, aucune à notre connaissance, ne délivre pour l'instant des résultats satisfaisants.

Les principales difficultés concernent la robustesse des algorithmes, en raison des difficultés de résolution sur l'ensemble des caractéristiques d'indentation (proximité des grandeurs caractéristiques de deux matériaux différents par rapport à l'incertitude de mesure) et les approximations introduites par l'utilisation d'une simulation par éléments finis simplificatrice pour l'obtention des coefficients numériques de l'analyse inverse.

I.3.1.4 Application aux couches minces

Les théories et modèles présentés jusqu'à maintenant s'appuient tous sur le fait que le matériau sollicité peut être assimilé à un espace semi-infini, dans lequel aucune longueur caractéristique n'entre en compte dans la description du chargement.

La transposition aux couches minces remet en cause cette hypothèse, avec notamment l'introduction de l'épaisseur des couches t comme élément descriptif du problème. En particulier, l'analyse dimensionnelle ne permet plus de déterminer une forme parabolique de la courbe de charge (§A.2.2.2). Toutefois, Malzbender et de With [Malzbender 00] ont montré que l'approche énergétique s'applique encore aux couches minces tant qu'il n'y a pas de fissuration ni de délamination. Notamment, le ratio des énergies W_{irr}/W_{tot} demeure une fonction affine du rapport entre la profondeur résiduelle et la profondeur maximale h_f/h_m (équ. A2.14). Si ce point précis se vérifie encore malgré l'introduction de l'épaisseur de la couche comme paramètre d'entrée, c'est principalement parce que les grandeurs adimensionnelles associées sont indépendantes de la formation d'un éventuel bourrelet autour de l'empreinte [Cheng 04].

En effet, les phénomènes de bourrelet ou de tassement se trouvent renforcés par rapport aux matériaux massifs par la présence du substrat. À titre d'exemple, si l'on considère une couche métallique déposée sur un substrat silicium, ce dernier aura tendance à empêcher la déformation de la couche mince vers le bas, augmentant ainsi la déformation transverse, c'est-à-dire la formation d'un éventuel bourrelet. Les différentes configurations possibles sont illustrées sur le schéma I3 - 6.

D'autre part, Chen et Vlassak [Chen 01] ont, à l'aide d'une simulation par éléments finis, mis en évidence l'influence du substrat sur les mesures sous la forme de coefficients d'incompatibilité. Ils démontrent que la mesure de dureté peut se faire sur une couche mince jusqu'à une profondeur h valant $h \approx 0,5 t$ dans le cas d'une couche avec un seuil de plasticité plus faible que celui du substrat⁴⁰ ($\sigma_y^f/\sigma_y^s < 1$). En revanche, pour une couche possédant

⁴⁰Cette valeur est plus importante que la loi empirique utilisée la plupart du temps stipulant que les mesures se trouvent influencées dès que $h > 0,1 t$. Une telle valeur s'explique très certainement par le fait que la zone déformée plastiquement est nettement plus réduite que le volume de déformation élastique.

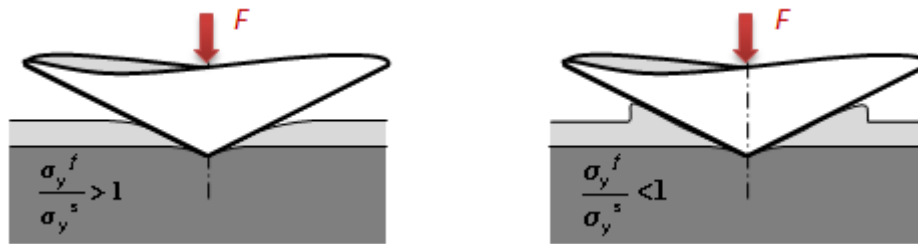


FIG. I3 - 6 – Nanoindentation sur un film mince. *a)* film « dur » sur substrat « mou » : Le substrat accomode plastiquement la déformation, l'enfoncement autour de l'empreinte est renforcé. *b)* film « mou » sur substrat « dur » : le bourrelet est renforcé car le substrat empêche la matière de s'enfoncer.

un seuil de plasticité supérieur à celui du substrat, la plasticité a majoritairement lieu dans le substrat et la mesure sur la couche mince se trouve alors perturbée dès les premiers nanomètres. Enfin, si $\sigma_y^f / \sigma_y^s > 40$, le substrat, qui se déforme plastiquement, ne peut plus supporter les contraintes appliquées sur le film. L'expérience dans ce cas s'apparente à un essai de fléchissement de membrane. Selon les résultats de leurs simulations par éléments finis, l'erreur de mesure faite sur la dureté en raison du substrat est principalement dépendante du rapport entre le seuil de plasticité du film et celui du substrat : σ_y^f / σ_y^s .

Pour les mesures du module d'élasticité, Gao *et al.* ont proposé une évaluation à l'aide de deux fonctions de pondération I_1 et I_0 , dépendantes du rapport t/r_c et faisant intervenir le module de cisaillement des deux matériaux [Gao 92]. Le principal coefficient régissant l'effet du substrat sur la mesure de la rigidité de contact est l'incompatibilité des modules d'élasticité E^f / E^s . Néanmoins, Chen et Vlassak ont montré que le modèle analytique développé par Yu *et al.* [Yu 90] permet une meilleure estimation des fonctions de pondération de Gao. Ils proposent de plus une méthodologie permettant l'estimation précise de l'aire de contact A_c à partir de la connaissance des modules du substrat et du film.

Comme dans le cas des matériaux massifs, nous ne présentons ici qu'un extrait des différentes recherches qui ont lieu sur ce domaine de recherche. De nouvelles pistes sont également exploitées. Ainsi, plus récemment, plusieurs chercheurs se sont intéressés aux réseaux neuronaux pour extraire les propriétés mécaniques d'une couche mince à partir d'un essai d'indentation [Huber 02].

L'essai de pénétration instrumenté est une technique particulièrement intéressante pour la caractérisation de matériaux en couches minces, en particulier en raison de ses facilités de mise en œuvre. Pourtant, la compréhension des liens entre les propriétés mécaniques et les caractéristiques mesurables sur une courbe d'indentation est un sujet d'actualité, et où un consensus est encore à trouver. Les difficultés sont multiples, tant expérimentales que théoriques. Les incertitudes de mesure sont contraignantes vis-à-vis de la robustesse des algorithmes établis ; la pertinence d'une concordance entre le comportement mécanique d'une couche mince homogène et la sollicitation locale d'une partie seulement du film à l'aide d'un poinçon pointu est également une autre limitation qu'il est nécessaire de



considérer dès que l'on souhaite utiliser l'essai de pénétration instrumenté pour établir le comportement mécanique d'une couche mince.

Pour ces nombreuses raisons, nous nous sommes donc concentrés sur l'utilisation de techniques de caractérisation différentes : la microflexion et la microtraction. Ces techniques sont plus difficiles à mettre en œuvre, mais 1) nécessitent une analyse plus simple pour la mesure des propriétés mécaniques des matériaux, et 2) pourront être utilisées pour enrichir la connaissance des liens entre nanoindentation et propriétés mécaniques.

I.3.2 La Microflexion

La microflexion est réalisée sur des structures autoportantes. Elle sollicite les structures en flexion principalement dans le domaine élastique. Nous proposons ici une analyse simple et qui s'appuie sur les hypothèses simplificatrices de la résistance des matériaux. Ces équations explicitent le lien entre la caractéristique mesurée et les propriétés mécaniques associées.

I.3.2.1 Principe

Le poinçon n'est plus utilisé pour pénétrer la matière, mais pour appliquer une charge ponctuelle sur une poutre autoportante dont les dimensions sont connues, comme illustré en figure I3 - 7. Contrairement à l'essai d'indentation, le déplacement de la pointe ne traduit donc plus un enfoncement du poinçon dans la matière mais une déformation globale de la structure sollicitée. L'échelle est différente : la microflexion mesure la réponse du matériau homogénéisé à l'échelle de la structure d'essai.

La dérivée de la caractéristique charge-déformation possède les dimensions d'une raideur que l'on dénommera par la suite f (raideur d'un essai de flexion). Cette raideur, qui est la principale information extraite de l'essai, est directement dépendante de la géométrie de l'éprouvette et de ses propriétés élastiques. Dans la plupart des cas de figure, il est possible de développer un cadre analytique permettant d'estimer, à partir de la mesure de cette propriété rhéologique, différentes grandeurs mécaniques caractéristiques des matériaux constituant la structure (principalement le module d'élasticité E mais également, pour des modèles plus complexes, le coefficient de Poisson ν ou les contraintes internes σ_0).

Dans le cadre de cette étude, nous considérons les structures autoportantes comme des poutres ou des plaques. Les équations présentées par la suite font ainsi appel aux hypothèses simplificatrices associées de la résistance des matériaux appliquée aux poutres et plaques.

Le déplacement de la structure au niveau du point d'application de la charge est la résultante des contributions de chaque effort et moment exercés sur la structure. Ces forces, ponctuelles ou réparties, se traduisent par des efforts internes supportés par la structure : effort normal et tranchant, moment de flexion ou de torsion (notés respectivement N , T , M_f et M_t). Ces efforts et leur convention de signe sont illustrés sur le schéma général I3 - 8. Il est important de noter que la linéarité de la réponse n'est valable que dans le cadre de petites déformations (soit une flèche d inférieure, ou du même ordre de grandeur, à l'épaisseur t de

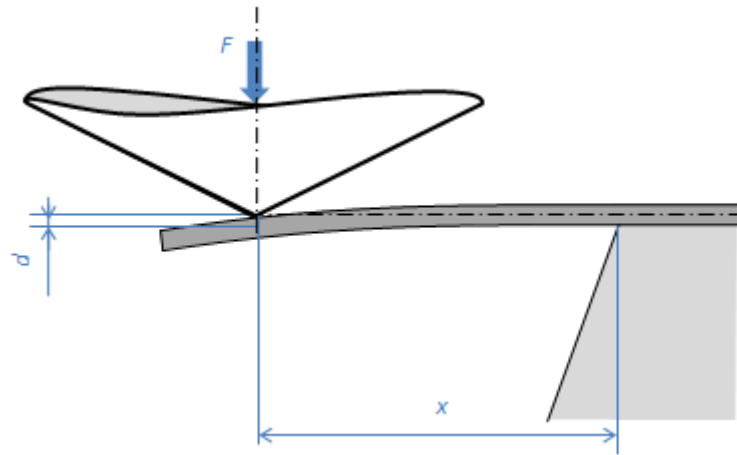
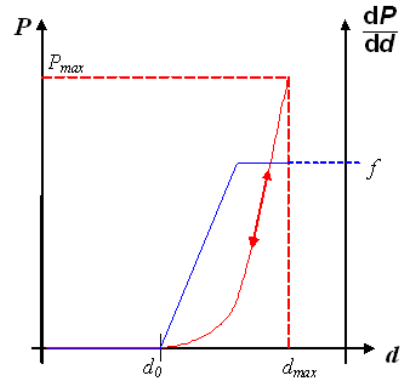


FIG. I3 - 7 – Utilisation du nanoindenteur pour la flexion d'une poutre encastree-libre. Une force F est appliquée à la distance x de l'encastrement, provoquant une flèche d . La raideur apparente f en x vaut donc $f = F/d$.



FIG. I3 - 8 – Définition des efforts internes dans les poutres étudiées, et convention de signe (tous les efforts et moments représentés ici sont orientés positivement). T et N sont respectivement l'effort tranchant et l'effort normal. M_f et M_t sont le moment de flexion et le moment de torsion subis par la poutre.

FIG. I3 - 9 – Courbe Charge-Déplacement dans le cas d'un essai de microflexion, avec des faibles déplacements. Pour un matériau linéaire, la charge et la décharge sont superposées et la raideur f est donnée par la dérivée de $F(d)$.



la poutre). D'un point de vue expérimental, il s'avère donc nécessaire de pouvoir réaliser une mesure précise de la raideur de flexion sur de très petites amplitudes de déformation, ou de développer un modèle analytique plus complexe apte à travailler en grandes déformations.

Le comportement des éprouvettes est majoritairement guidé par la flexion de la poutre (même si en larges déformations, l'allongement de la structure joue un rôle non négligeable). Toutefois, il est important de garder à l'esprit que les structures MEMS sont, de part leurs techniques de fabrication, assimilées à des profils minces. Une modélisation spécifique pourra être utilisée. La contribution en cisaillement de l'effort tranchant sera notamment à prendre en compte sur des poutres courtes⁴¹. Un choix entre des modèles de complexité différente doit être effectué en fonction de la réalité technologique de l'échantillon sollicité.

La partie suivante s'attache principalement à présenter les relations existantes entre la raideur mesurée par le nanoindenteur et les propriétés élastiques des matériaux dans le cas d'une poutre encastree-libre et d'une poutre encastree-encastree.

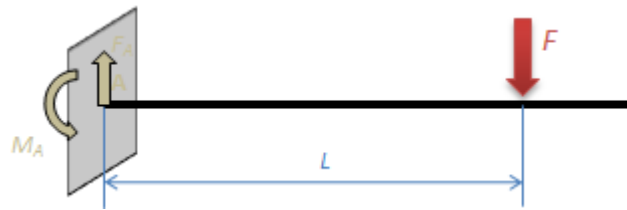
I.3.2.2 De la rhéologie aux propriétés mécaniques

Les calculs détaillés sont présentés dans l'annexe A.3. Pour l'ensemble des cas de figure abordés ici, une approche énergétique a été choisie pour déterminer l'expression de la raideur mesurée f en fonction de la géométrie de la poutre et des propriétés élastiques du matériau la constituant.

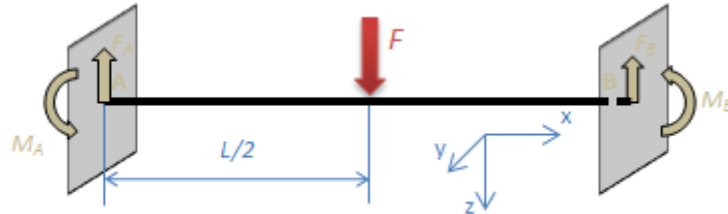
Ainsi, les efforts internes (définis sur le schéma I3 - 8) sont exprimés en fonction des éventuelles inconnues de liaisons (pour la poutre bi-encastree, le système est hyperstatique de degré 2). L'énergie interne de déformation W est ensuite exprimée en fonction de ces inconnues :

$$W = \frac{1}{2} \int_L \frac{M_f^2}{EJ} + \frac{M_t^2}{GI} + \frac{T^2}{GS_2} + \frac{N^2}{ES} dl \quad (\text{I3.15})$$

⁴¹ Ces poutres sont dénommées poutres de Timoshenko : les sections droites de la poutre déformée ne sont plus considérées perpendiculaires à la fibre moyenne.



(a) Poutre encastree-libre de dimension $L_0 \times w \times t$. La charge est appliquée à la distance L de l'ancrage. Le modèle est isostatique (3 équations de la statiques et trois inconnues).



(b) Poutre doublement encastree de dimensions $L \times w \times t$ chargée en son centre. Compte tenu des deux encastrements, ce modèle est hyperstatique d'ordre 2. Cependant, la symétrie du problème permet de réduire cet ordre d'une unité.

FIG. I3 - 10 – Représentations schématiques des deux types de chargement étudiés par microflexion.

avec	E	le module d'élasticité du matériau
	G	le module de cisaillement du matériau
	J	le moment d'inertie de la section droite
	I	le module de rigidité à la torsion
	S	la section droite
	S_2	la section réduite d'effort tranchant

Sachant que ces inconnues minimisent l'énergie W (théorème de Ménabréa⁴²), il est alors possible de lever l'indétermination introduite par l'hyperstaticité éventuelle du chargement.

— Premier modèle : Euler-Bernoulli —

Compte tenu des hypothèses évoquées, la raideur de flexion mesurée f peut être reliée aux propriétés élastiques du matériau constituant l'éprouvette. Ainsi, dans le cas d'une poutre de dimension $L \times w \times t$, sans contraintes internes, un calcul de résistance des matériaux détermine quelle sera la flèche résultante de l'application d'une charge. Les relations suivantes sont valables dans le cas des poutres dites d'Euler-Bernoulli, c'est-à-dire

⁴² « Pour un système hyperstatique, les inconnues hyperstatiques prennent la valeur qui minimise l'énergie de déformation du système. »

suffisamment fines et longues pour négliger l'effet du cisaillement [Lobontiu 05] qui sera pris en compte dans un second temps.

Dans le cas de la poutre encastrée-libre (figure I3 - 10a), l'expression de l'énergie interne de déformation permet de déterminer directement la raideur mesurée à l'aide du théorème de Castigliano :

$$f_{\text{enc-libre}} = \frac{F}{d} = \frac{3 EJ}{L^3} \quad (\text{I3.16})$$

Pour la poutre bi-encastrée (fig. I3 - 10b), deux étapes sont nécessaires. L'hyperstaticité doit en effet être levée avant de calculer la raideur à l'aide du théorème de Ménabréa et l'estimation du déplacement d en fonction de la charge appliquée F est ensuite réalisée à l'aide du théorème de Castigliano :

$$f_{\text{enc-enc}} = \frac{F}{d} = 192 \frac{EJ}{L^3} \quad (\text{I3.17})$$

Dans le cas d'une section rectangulaire, $J = wt^3/12$. Les équations I3.16 et I3.17 mènent au calcul du module d'élasticité E à partir de la mesure de la raideur f :

$$\begin{aligned} E_{\text{enc-libre}} &= 4 f \frac{L^3}{wt^3} \\ E_{\text{enc-enc}} &= \frac{f}{16} \frac{L^3}{wt^3} \end{aligned} \quad (\text{I3.18})$$

—— Effets du cisaillement, poutres de Timoshenko ——

Le cisaillement dans la poutre peut sensiblement modifier la flèche résultante pour un effort donné F . En effet, si la poutre est courte, *i.e.* si le rapport entre t et L devient suffisamment grand, la contribution en cisaillement de l'effort tranchant peut jouer un rôle (cas des poutres de Timoshenko). Ceci revient à considérer que les sections droites deviennent gauches⁴³. Le terme dépendant de l'effort tranchant dans le calcul de l'énergie de déformation W (équ. I3.15) n'est plus négligé. L'énergie alors calculée vaut :

$$\begin{aligned} W_{\text{enc-libre}} &= \frac{L^3 F^2}{6 EJ} + \frac{F^2 L (1 + \nu)}{ES_2} \\ W_{\text{enc-enc}} &= \frac{F^2 L^3}{384 EJ} + \frac{LF^2}{8 GS_2} \end{aligned} \quad (\text{I3.19})$$

⁴³Contrairement au modèle d'Euler-Bernoulli, les sections droites ne sont plus considérées comme restant parallèles et perpendiculaires à la fibre moyenne.

L'expression du module d'élasticité E en fonction de la raideur mesurée f (application du théorème de Castigliano) est dans ce cas :

$$\begin{aligned} E_{\text{enc-libre}} &= \frac{L^3}{3fJ} \left(1 + \frac{6(1+\nu)J}{S_2 L^2} \right) \\ E_{\text{enc-enc}} &= \frac{L^3}{192fJ} \left(1 + \frac{96(1+\nu)J}{S_2 L^2} \right) \end{aligned} \quad (I3.20)$$

Pour une section rectangulaire de section $w \times t$, le moment d'inertie de la section droite vaut $J = wt^3/12$ et la section réduite d'effort tranchant [Young 02] vaut : $S_2 = 5S/6 = 5wt/6$. On pose, pour simplifier les notations :

$$\eta = (1+\nu) \frac{t^2}{L^2} \quad (I3.21)$$

Dans ce cas, la raideur mesurée vaut donc, en fonction de η :

$$\begin{aligned} E_{\text{enc-libre}} &= 4f \frac{L^3}{wt^3} \left(1 + \frac{3\eta}{5} \right) \\ E_{\text{enc-enc}} &= \frac{f}{16} \frac{L^3}{wt^3} \left(1 + \frac{48\eta}{5} \right) \end{aligned} \quad (I3.22)$$

L'approximation sur la prise en compte du cisaillement dans la poutre ou non induit donc un écart sur l'estimation du module d'élasticité qui vaut, dans le cas d'une poutre encastrée-libre :

$$\delta E_{\text{enc-libre}} = \left(1 + \frac{5}{3\eta} \right)^{-1} \quad (I3.23)$$

et pour une poutre doublement encastrée :

$$\delta E_{\text{enc-enc}} = \left(1 + \frac{5}{48\eta} \right)^{-1} \quad (I3.24)$$

Si l'on considère un coefficient de Poisson de 0,3, la variation sur l'estimation du module d'élasticité δE induite par la prise en compte du cisaillement dans la poutre va atteindre $\delta E = 1\%$ pour un rapport entre la longueur et l'épaisseur qui vaut : $t/L \approx 0,028$ dans le cas d'une poutre doublement encastrée, et $t/L \approx 0,113$ pour une poutre encastrée-libre.

Les structures les plus épaisses étudiées dans le cadre de ce projet (pour des longueurs identiques) sont des poutres autoportantes en or ($\nu = 0,42$) avec $t = 4\mu\text{m}$. Dans ce cas, $t/L = 0,13\%$. Dans cette configuration, négliger l'influence en cisaillement de l'effort tranchant dans l'estimation du module d'élasticité est parfaitement légitime (erreur induite valant $\delta E \approx 2,5 \times 10^{-5}$).

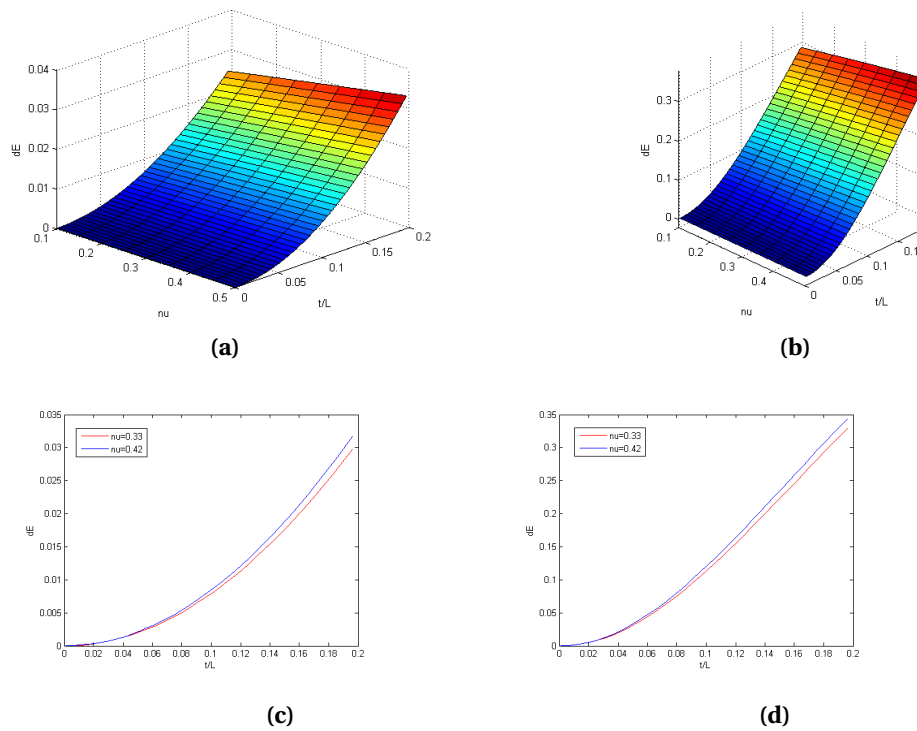


FIG. I3 - 11 – Erreurs introduites sur l'estimation du module d'élasticité E en fonction du coefficient de Poisson ν et du rapport entre l'épaisseur et la largeur t/L pour une poutre (a) encastrée-libre et (b) encastrée-encastrée ; (c) et (d) sont les projections respectives pour $\nu = 0,42$ (Au) et $\nu = 0,33$ (Al).

La figure I3 - 11 présente de manière graphique l'expression de cette erreur relative en fonction du coefficient de Poisson ν d'une part, et du rapport entre l'épaisseur et la longueur d'autre part.

En première approximation, pour les matériaux métalliques usuels (soit un coefficient de Poisson proche de 0,3), le modèle des poutres de Timoshenko devra être pris en compte, dans le cas le plus sévère (poutre doublement encastree), dès que l'épaisseur est égale à trois pourcent de la longueur.

—— Profils minces ——

En raison des techniques de fabrication des microsystemes, les poutres considérées dans le cadre de cette étude sont pour leur plus grande part assimilables à des profils minces (la largeur w est supérieure à dix fois l'épaisseur t). Le modèle est alors adapté pour prendre en compte le cisaillement dans la structure qui fait intervenir le coefficient de Poisson ν . Les contraintes internes sont également mesurables, comme l'ont démontré M.W. Pruessner *et al.* [Pruessner 03].

Il est également important de noter que le module d'élasticité E intervenant dans les différentes équations doit alors être remplacé par le module bi-axial d'une plaque E_b :

$$E_b = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (I3.25)$$

En fait, cette substitution est à effectuer dès que la structure suspendue s'apparente plus à une plaque qu'à une poutre, c'est-à-dire dès que la largeur b est supérieure à cinq fois l'épaisseur t comme l'a montré Osterberg [Osterberg 97].

Plusieurs auteurs ont montré qu'il y a une gradation dans l'expression du module, et proposent différentes fonctions correctrices ψ à appliquer à l'expression du module pour tendre vers le module bi-axial.

—— Petites et grandes déformations ——

Certains auteurs comme Senturia [Senturia 00] proposent une méthode adaptée pour l'extraction de propriétés supplémentaires, en particulier l'état des contraintes internes σ_0 . Un modèle analytique simplifié est également proposé pour prendre en compte les non linéarités apparaissant dans la réponse de la poutre lorsque l'hypothèse des petites déformations n'est plus applicable. En particulier, l'allongement de la poutre ne peut plus être négligé, et la caractéristique « force-déplacement » n'est plus linéaire. Dans ce cas, cette dernière se décompose en trois termes, liés respectivement à la flexion de l'éprouvette, à l'allongement de la poutre — tout deux régis principalement par l'élasticité de la structure — et un troisième terme gouverné par les contraintes internes.

$$F = \frac{Eb\pi^4}{6} \left(\frac{e}{l}\right)^3 u_z + \frac{Eb\pi^4}{8} \left(\frac{e}{l^3}\right) u_z^3 + \frac{b\sigma_0\pi^2}{2} \left(\frac{e}{l}\right) u_z \quad (I3.26)$$

L'hypothèse des petites déformations revient donc à négliger devant la flexion le terme lié à l'allongement de l'éprouvette (qui fait intervenir le cube de la flèche dans l'équation I3.26). Il est important de noter que l'équation I3.26 est une solution approchée du problème. Une analyse plus précise doit être validée à l'aide d'une simulation numérique [Krenk 01, Senturia 00].

Ainsi, l'essai de microflexion, moyennant quelques hypothèses, permet une évaluation des propriétés élastiques des structures suspendues. Il est important toutefois de noter la forte influence des dimensions de l'éprouvette, et donc la grande dépendance de la qualité des résultats à la connaissance de la géométrie précise des éprouvettes.

I.3.2.3 Un facteur primordial : la géométrie des éprouvettes

Cette sensibilité aux dimensions géométriques peut se calculer très simplement dans le cas des poutres d'Euler-Bernoulli (équations I3.18). Pour une poutre encastrée-libre⁴⁴, les sensibilités à la largeur w et à l'épaisseur t valent respectivement :

$$\frac{\partial}{\partial w} E_{EL} = -4f \frac{L^3}{w^2 t^3} \quad \text{et} \quad \frac{\partial}{\partial t} E_{EL} = -12f \frac{L^3}{w t^4} \quad (\text{I3.27})$$

Dans le cas d'une poutre bi-encastrée, le facteur 4 est remplacé par un facteur 1/16. De plus, ces équations expriment une sensibilité négative : une surestimation d'une des deux dimensions latérales de la poutre implique une sous-évaluation du module d'élasticité.

Dans le cadre du projet région MEMSFIAB, des poutres en or ($E = 80 \text{ GPa}$) doublement encastrées de dimensions $L \times w \times t = 310 \times 75 \times 2,5 \mu\text{m}^3$ ont pu être caractérisées : $f = 55 \text{ N/m}$ ⁴⁵. Si l'on considère des imprécisions géométriques sur la largeur w représentatives de la réalité technologique (soit une incertitude valant $U(w) = 0,5 \text{ à } 1 \mu\text{m}$ (cf. § I.2.1)), l'erreur introduite sur le calcul du module d'élasticité vaut donc :

$$U_w(E) = \frac{\partial E_{Au}}{\partial w} U(w) \approx 1,1 \text{ GPa} \quad \Rightarrow \quad u_w(E) \approx 1,4 \%$$

Pour l'influence de l'épaisseur, une mesure statistique faite par interférométrie optique sur des poutres collées a permis d'estimer la dispersion des épaisseurs sur le lot d'éprouvettes à environ $U(t) \approx 100 \text{ nm}$. L'erreur correspondante vaut alors :

$$U_t(E) = \frac{\partial E_{Au}}{\partial t} U(t) \approx 9,6 \text{ GPa} \quad \Rightarrow \quad u_t(E) \approx 12 \%$$

Comme on peut le voir avec les deux applications numériques précédentes, ce sont principalement les imprécisions sur l'épaisseur de la couche t qui seront pénalisantes dans l'estimation des propriétés élastiques.

⁴⁴Elle sera désignée par l'indice « EL ». Une poutre bi-encastrée sera désignée par « EE ».

⁴⁵Les résultats sont présentés en partie III

La flexion de micropoutres délivrera des résultats corrects si les dimensions géométriques des éprouvettes sont connues avec précision. Le procédé de fabrication devra donc être suivi avec beaucoup de précautions, en particulier la présence d'éventuelles surgravures est à surveiller. Le protocole expérimental doit inclure une mesure préalable et précise de l'épaisseur des films à caractériser.

I.3.3 La Microtraction

Les deux paragraphes précédents ont brièvement décrit les tenants et les aboutissants de l'évaluation des propriétés mécaniques à l'aide du nanoindenteur.

Dans le cas de la caractérisation de couches déposées sur un substrat, l'indentation instrumentée est à même de délivrer des informations caractéristiques du matériau (*cf.* §I.3.1). Néanmoins, l'établissement d'un modèle inverse analytique entre les caractéristiques de la courbe d'indentation et les propriétés mécaniques demeure un sujet de recherche ouvert. De plus, l'épaisseur des couches minces t est une longueur caractéristique qui complexifie encore l'analyse pour la caractérisation des matériaux utilisés dans les microsystèmes.

Quant à la microflexion, elle permet théoriquement une mesure des propriétés élastiques de structures autoportantes et l'évaluation de l'état des contraintes internes présentes dans le film pour certains modèles complexes (*cf.* §I.3.2). Toutefois, plusieurs inconvénients persistent. Tout d'abord, la caractérisation de la plasticité demeure difficile à obtenir de cette manière⁴⁶. De plus, les mesures sont extrêmement sensibles aux dimensions des éprouvettes, avec notamment une dépendance du module d'élasticité E au cube de l'épaisseur.

La transposition de l'essai de traction à la caractérisation micromécanique constitue une piste nettement moins explorée. En effet, la mise en œuvre d'un tel essai peut paraître à première vue rédhitoire, compte tenu des très faibles volumes de matière à manipuler et de la qualité du montage expérimental nécessaire⁴⁷. Toutefois, les récents progrès faits dans l'instrumentation – avec notamment la généralisation d'actionneurs piézoélectriques et la miniaturisation des capteurs de force – permettent d'envisager une amélioration notable de la faisabilité d'un tel essai. Cet essai est particulièrement attractif, car il permet la caractérisation de structures autoportantes en élasticité et plasticité. Outre la loi d'écrouissage, avec l'application linéaire de grandes déformations, l'étude des lois d'endommagement des couches minces peut également être réalisée. L'utilisation d'actionneurs permettant un cyclage mécanique permet enfin d'adresser les problématiques d'endommagement et de viscoélasticité des matériaux polymères.

⁴⁶En effet, l'amplitude des sollicitations nécessaires n'est pas compatible avec les modèles utilisés. En particulier, il devient nécessaire de considérer un point glissant et une charge non perpendiculaire à la fibre moyenne.

⁴⁷Notamment pour l'alignement des deux mors de traction et pour la préhension des éprouvettes. D'autres difficultés seront également décrites plus avant dans cette étude.

I.3.3.1 Principe et particularité

—— Principe ——

Courbe caractéristique : L'essai de traction uniaxiale a pour vocation de créer des déformations et des contraintes (traction ou compression) uniformes dans toute la longueur de jauge de l'éprouvette. Cette dernière peut donc être assimilée à un élément de volume. Ainsi, la courbe caractéristique obtenue, à savoir la force appliquée en fonction de l'allongement résultant $F(d)$ (cf. figure I3 - 12), constitue une courbe caractéristique directement transposable en terme de comportement mécanique intrinsèque.

- La contrainte σ uniaxiale et uniforme est obtenue en divisant la force F par la section $S = w \times t$:

$$\sigma = \frac{F}{w \times t} \quad (\text{I3.28})$$

- La déformation suivant l'axe de traction est également uniforme dans toute l'éprouvette, et est calculée à partir de la mesure d'une longueur initiale, L_0 , et de son allongement au cours de l'essai $d(t) = L(t) - L_0$:

$$\varepsilon = \frac{d}{L_0} \quad (\text{I3.29})$$

La sollicitation uniaxiale se définit par une contrainte unidirectionnelle et un champ de déformation équi bidirectionnelle :

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & -\nu^* \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\nu^* \varepsilon \end{pmatrix} \quad (\text{I3.30})$$

avec ν^* le coefficient de contraction transverse qui vaut, en fonction du coefficient de Poisson ν [Lemaitre 06] :

$$\nu^* = \frac{1}{2} - \frac{\sigma}{E\varepsilon} \left(\frac{1}{2} - \nu \right) \quad (\text{I3.31})$$

en élasticité, le coefficient de contraction est égal au coefficient de Poisson $\nu^* = \nu$.

Tant que l'on travaille en élastoplasticité ou en élastoviscoplasticité, deux hypothèses fondamentales sont faites pour analyser le comportement mécanique des matériaux sollicités :

1. Il y a découplage des déformations élastiques et plastiques : $\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p$.
2. Les déformations plastiques ont lieu à volume constant (hypothèse d'incompressibilité plastique) : $\text{Tr}(\varepsilon_p) = 0$.

Certaines techniques d'analyse physique ou d'observation des éprouvettes sont utilisées pour l'obtention des mesures locales de contraintes (diffraction des rayons X par exemple) et de déformations sur l'éprouvette (extensométrie optique)⁴⁸. Dans ce cas, la connaissance

⁴⁸Ces techniques seront brièvement décrites dans la partie suivante I.3.3.2.

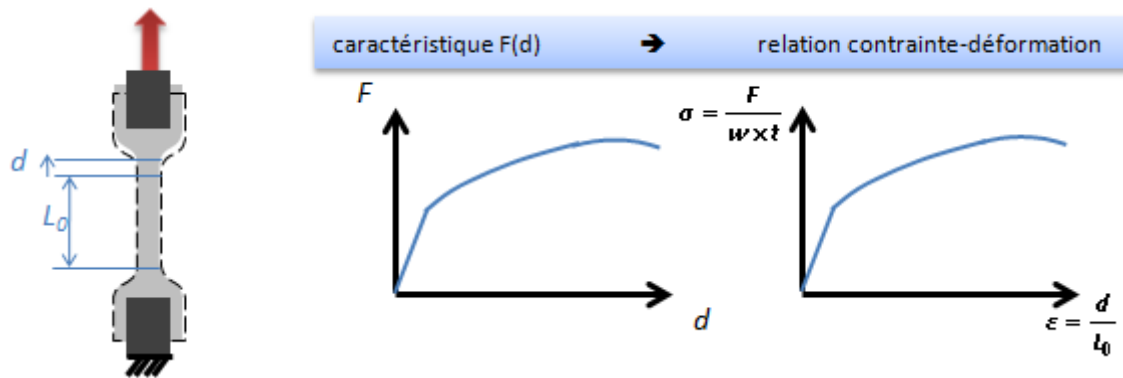


FIG. I3-12 – Principe d'un essai de traction sur une éprouvette avec une section de jauge $S = w \times t$ constante. Une force F est appliquée (taux de charge constant), l'allongement d est mesuré. Obtention directe de la loi constitutive du matériau à partir de la courbe caractéristique de l'essai $F(d)$.

de la géométrie de l'éprouvette ne constitue plus un facteur limitant pour la précision de l'évaluation des propriétés mécaniques.

Contraintes et déformations vraies : L'approche généralement suivie lors d'un essai de traction suppose de considérer les déformations comme étant le rapport de l'allongement sur la longueur initiale. Toutefois, cette définition ne prend pas en compte l'état instantané de l'éprouvette. Notamment, il est possible de considérer non plus L_0 mais $L(t)$. Dans ce cas, la courbe contrainte-déformation obtenue est appelée « courbe rationnelle de traction », et représente plus justement le comportement mécanique des matériaux. C'est notamment à l'aide de cette courbe que sont estimés les paramètres d'une loi de comportement lorsque l'hypothèse des petites déformations n'est plus vérifiée.

Le passage des contraintes et déformations nominales $\sigma_a - \varepsilon_a$ à la courbe rationnelle $\sigma - \varepsilon$ se fait par les deux formules suivantes [Lemaitre 06] :

$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_a) \quad (\text{I3.32})$$

$$\sigma = \sigma_a \times (1 + \varepsilon_a) \quad (\text{I3.33})$$

L'utilisation de la courbe rationnelle prend tout son sens dans la mesure où l'un des avantages de l'essai de traction sur les autres techniques de caractérisation est la possibilité de réaliser des sollicitations avec de grands déplacements, sans introduire des non linéarités géométriques dans l'essai.

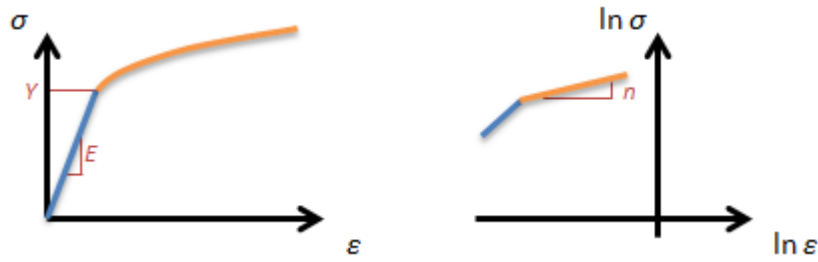


FIG. I3 - 13 – Représentation des paramètres mécaniques intrinsèques caractérisant la couche mince. E est la pente de la partie linéaire, σ_y la contrainte seuil d'écoulement plastique et n le coefficient directeur de la relation $\ln \sigma - \ln \varepsilon$ (avec ε la déformation totale dans le cas de l'identification d'une loi Hollomon, et ε la déformation plastique pour Ramberg-Osgood).

— Identification —

La courbe contrainte-déformation rationnelle issue d'un essai de traction⁴⁹ délivre plusieurs informations pour la caractérisation du comportement mécanique des couches minces. Pour la plupart de ces paramètres, il s'agit des différents paramètres présentés dans le §I.2.2.2, les lois de comportement du matériau se déduisant d'une analyse phénoménologique.

Élasticité : Dans le cas de matériaux élastiques linéaires, homogènes et isotropes, la loi de Hooke est utilisée pour relier la contrainte uniaxiale σ_x à la déformation correspondante ε_x :

$$\sigma_x = E\varepsilon_x \quad (\text{I3.34})$$

où E est le module d'élasticité du matériau sollicité.

Ce module d'élasticité correspond à la pente initiale de la partie linéaire de la caractéristique issue de l'essai de traction, comme illustré en figure I3 - 13.

De plus, la contraction transverse est directement proportionnelle à l'allongement axial de l'éprouvette. En élasticité, le rapport entre les deux est le coefficient de Poisson ν . La caractérisation de l'élasticité isotrope (§I.2.2.2) se fait donc par les deux équations ci-dessous :

$$E = \frac{\sigma_x}{\varepsilon_x} \quad (\text{I3.35})$$

$$\nu = -\frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_x} \quad (\text{I3.36})$$

⁴⁹Cette courbe peut se confondre avec la courbe conventionnelle si les déplacements mesurés restent faibles.

Plasticité: La plasticité est un phénomène fortement non linéaire. La traduction analytique de cette non linéarité se fera à l'aide de fonctions puissances du type :

$$g(X) = aX^{N(X)} \quad (I3.37)$$

Dans ce cadre, la plasticité est décrite par un ensemble d'au moins deux paramètres : a et N . Ce dernier est considéré indépendant de X dans les cas les plus simples.

D'un point de vue physique, la première occurrence d'écoulement plastique apparaît à partir d'une certaine contrainte seuil, la limite d'élasticité σ_y ⁵⁰. Pour un matériau donné, le seuil de plasticité σ_s dépend de l'état des contraintes internes et de l'historique des sollicitations subies par le matériau. Dans le cas d'un matériau non écroui (ayant subi un recuit par exemple) dans son état de référence, le seuil de plasticité est égal à la limite d'élasticité σ_y intrinsèque au matériau. Lors des essais d'écrouissage réalisés dans le cadre de cette étude, la présence éventuelle de contraintes internes résiduelles ne permet pas de savoir si le matériau est dans son état de référence. Nous ne ferons pas de distinction, sciemment, entre la limite d'élasticité apparente et la limite intrinsèque. Ces deux grandeurs, à priori distinctes, seront toutes deux désignées par σ_y .

Les matériaux métalliques, en règle générale, subissent un écrouissage qui induit une augmentation progressive de la contrainte nécessaire pour continuer à déformer plastiquement l'éprouvette. Les paramètres décrivant cet écrouissage sont adimensionnels (relatif à l'exposant N de la forme générale I3.37). Dans le cas le plus simple, un seul paramètre suffit : le coefficient d'écrouissage n .

L'extraction de ces paramètres à partir de la caractéristique mesurée lors d'un essai de traction est relativement aisée, comme illustré sur le schéma I3 - 13. Néanmoins, la transition entre le domaine élastique et le domaine plastique est, dans le cas général, trop progressive pour être évaluée avec précision. L'estimation de la limite d'élasticité σ_y se fait donc de manière conventionnelle. Plusieurs conventions existent, la plus utilisée étant de considérer la contrainte pour laquelle une déformation résiduelle ε_p de 0,2 % est enregistrée :

$$\sigma_y = \sigma \left(\varepsilon - \frac{\sigma}{E} \right) = 0,002 \quad (I3.38)$$

Les travaux présentés ici concernent cependant certaines couches minces qui ne possèdent qu'un très faible allongement à rupture, du même ordre de grandeur que cet allongement seuil à 0,2 %. C'est pourquoi nous avons choisi d'adopter une mesure relative rapportée à la déformation élastique (compatible avec le modèle de Ramberg-Osgood, défini au § I.2.2.2) :

$$\sigma_r = \sigma \left(\frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_e} = \alpha \right) \quad (I3.39)$$

où α est une constante variant entre 0,1 et 1. Ainsi, contrairement à la convention précédente I3.38 où la déformation permanente est du même ordre de grandeur que la déformation

⁵⁰Dans le cas d'un matériau élastique - parfaitement plastique, l'écoulement est instable à partir de cette valeur seuil, et le matériau s'allonge alors jusqu'à rupture sans incrément de la contrainte.

élastique simultanée, la seconde correspond à une déformation permanente qui peut être jusqu'à dix fois plus faible que cette déformation élastique.

La plasticité étant modélisée par une loi puissance, le coefficient adimensionnel d'écrouissage peut être facilement identifié en transformant la caractéristique rationnelle en relation logarithmique, comme illustré sur la figure I3 - 13. La relation entre $\ln \sigma$ et $\ln \varepsilon$ est linéaire, le coefficient directeur étant le coefficient d'écrouissage n (dans le cas d'une loi de type Hollomon, se référer à §I.2.2.2) :

$$n = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \varepsilon} \quad (\text{I3.40})$$

Dans le cas de la loi de Ramberg-Osgood, la déformation à prendre en compte est la déformation plastique ε_p . Si l'approximation de Hollomon est utilisée, il s'agit de la déformation totale ε , puisque la déformation élastique est négligée.

—— Plasticité dans les couches minces métalliques ——

L'élaboration et la géométrie des matériaux en couches minces impliquent un changement significatif de leurs propriétés mécaniques [Arzt 98]. Dans les couches métalliques, ce changement est notamment dû au phénomène de confinement dans au moins une dimension, qui modifie le déplacement et la multiplication des dislocations. Plusieurs études ont d'ailleurs mis en évidence une augmentation de la limite d'élasticité σ_y jusqu'à un facteur 10 par rapport à celui de leurs homologues massifs, et une dépendance inverse à l'épaisseur [Murakami 79, Hommel 01]. Les grains peuvent croître jusqu'à atteindre un diamètre égal à l'épaisseur des couches (cas d'une structure colonnaire) mais cette épaisseur demeure de manière générale nettement inférieure aux dimensions caractéristiques des réseaux de dislocations observés dans les matériaux massifs homologues après déformation, et aucune cellule de dislocation n'a été, à notre connaissance, détectée dans les couches minces.

De plus, il a été montré que la taille des grains joue un rôle prépondérant dans la nature des mécanismes physiques à l'origine de la plasticité. En effet, si les grains deviennent suffisamment petits, Haque et Saif ont observé [Haque 04] une plasticité sans occurrence de dislocations : les déformations irréversibles sont alors uniquement dues à un glissement intergranulaire. L'approche classique en science des matériaux consiste à tenter de réduire au maximum la taille des grains pour durcir les matériaux. Toutefois, passé un certain seuil, cette tendance s'inverse : il s'agit de l'effet de Hall-Petch inverse qui a été identifié dans plusieurs cas de figure [Carlton 07, Conrad 00].

I.3.3.2 Dispositifs expérimentaux

La microtraction, bien que théoriquement très intéressante, constitue un essai relativement peu développé. Ce déficit par rapport aux autres techniques est principalement dû aux difficultés expérimentales rencontrées pour obtenir un résultat de précision. Tout d'abord, la réalisation d'éprouvettes autoportantes a longtemps constitué un défi technologique⁵¹, mais l'avènement des techniques de fabrication microsystème permet aujourd'hui la réalisation d'éprouvettes de qualité, à l'échelle du micron. La réalisation technologique du banc de mesure lui-même est également une étape délicate : les problèmes d'alignement et de préhension dans les mors mènent bien souvent à des imprécisions importantes dans la mesure du déplacement, et à la création de sollicitations composées dans le film (torsion ou flexion, plissements). Les paragraphes qui suivent présentent les différentes solutions techniques qui sont exploitées dans différents laboratoires de recherche pour tenter de résoudre ces difficultés.

Notamment, deux approches distinctes seront évoquées : la première consiste à s'inspirer de l'essai de traction conventionnel pour réaliser une platine miniaturisée selon une approche descendante. La seconde a été adoptée par plusieurs laboratoires qui ont privilégié les observations *in-situ*.

—— Normalisation ——

À l'échelle macroscopique, l'essai de traction conventionnel fait l'objet de nombreuses normes qui permettent de s'assurer de la pertinence des mesures. En particulier, ces normes portent sur les méthodes à suivre lors de la réalisation de l'essai. Plusieurs aspects imposés par ces normes ne sont pas transposables en l'état à l'essai de microtraction. Notamment, la géométrie des éprouvettes doit respecter un certain rapport entre l'épaisseur t et la largeur w , ainsi qu'entre w et la longueur L . Un tel facteur de forme, compte tenu des procédés de fabrication propres aux couches minces, n'est pas applicable⁵² pour les essais de microtraction.

⁵¹Par exemple, Yoshii *et al.* ont développé en 1983 un banc de microtraction où la rigidité des éprouvettes était assurée par un substrat soluble (du sel) jusqu'à la fixation du film dans les mors [Yoshii 83].

⁵²Les éprouvettes les plus épaisses sur lesquelles nous avons travaillé possèdent un rapport t/w variant entre 1×10^{-2} et $2,5 \times 10^{-2}$, et un rapport w/L variant entre $1/15$ et $1/6$.

—— Évaluation du champ des contraintes ——

Il est possible de réaliser soit une mesure de la force appliquée sur l'échantillon, soit une mesure locale des contraintes dans le cadre d'essais *in-situ*.

Mesure de la force : Comme pour un essai conventionnel, il est possible de monter une cellule de force en série avec l'éprouvette. Toutefois, cette solution nécessite l'utilisation de cellules particulièrement précises, puisque les niveaux appliqués sur des éprouvettes de quelques microns carrés de section mènent à des amplitudes typiques de l'ordre de 10 mN. La précision de la cellule doit donc être de l'ordre de 0,1 mN. À une telle échelle, la manipulation de la platine de microtraction et de la cellule de force nécessite des précautions particulières.

Plusieurs cellules miniaturisées sont commercialisées et utilisent des principes physiques associés à la déformation d'une membrane, mesurée à l'aide de matériaux piézorésistifs et d'un pont de Wheatstone.

Il est également envisageable de réaliser son propre capteur de force à l'aide d'une structure de raideur parfaitement connue. Dans ce cas, la mesure de la déformation de cette structure, par des techniques d'imagerie optique par exemple, permet de connaître la force exercée sur l'éprouvette. C'est en particulier cette solution qui a été retenue par Haque et Saif [Haque 04] lors de la création d'une platine suffisamment compacte pour être installée dans la chambre d'un microscope électronique à transmission (TEM).

Mesures in-situ : Il est également possible d'envisager une mesure plus locale de l'état des contraintes en réalisant des observations *in-situ*. Dans ce cas, la contrainte locale dans des grains peut être mesurée par diffraction X [Spolenak 03]. Notamment, l'utilisation de la microdiffraction des rayons X en balayage (*micro Scanning X-Ray Diffraction* ou μ SXRD) permet de faire une cartographie de la texture et des contraintes dans des polycristaux. Pour des grains de diamètre supérieur à 0,1 μ m, un faisceau de lumière blanche permet de faire les mesures (indexation rapide des figures de diffraction sous forme de diagrammes de Laue), et un faisceau monochromatique est requis pour les grains de diamètre inférieur au diamètre du faisceau (indexation d'anneaux Debye-Scherrer) [Goudeau 04].

Les principaux avantages de cette technique résident d'une part dans la possibilité d'analyser sélectivement chacune des phases d'une structure complexe⁵³, et la mise en évidence d'éventuelle hétérogénéités dans le plan de surface de l'échantillon d'autre part. Toutefois, la nécessité d'utiliser une source synchrotron de troisième génération fait de cette technique une solution difficilement soutenable pour la réalisation d'essais de microtraction « routiniers ».

⁵³Et pour chaque phase, une analyse des différentes populations de grains selon leur taille peut être réalisée.

—— Évaluation du champ de déformation ——

La mesure de déplacement nécessite également une attention particulière. En effet, à de telles échelles, il est bien évident que l'utilisation d'extensomètres ou de jauges électriques ne peut plus être envisagée sans introduire une perturbation de premier ordre dans l'essai. Trois grandes familles de mesure de déplacement sont envisageables : la mesure globale du déplacement relatif des mors, ou bien des mesures de déplacement local, soit par interférométrie laser, soit par analyse d'images.

Mesure globale : La mesure du déplacement relatif des deux mors est l'une des mesures plus faciles à mettre en application. Cependant, à l'échelle macroscopique, il est à noter qu'une telle approche est souvent rejetée en raison de la facilité de mise en œuvre des jauges ou extensomètres d'une part, mais surtout à cause de l'imprécision engendrée par 1) le glissement potentiel des éprouvettes dans les mors et 2) la déformation des parties non utiles de l'éprouvettes.

À propos d'un éventuel glissement de l'éprouvette dans les mors, les efforts de traction exercés à l'échelle de la couche mince restent faibles comparés aux efforts de serrage que l'on peut appliquer sur les mors, ce qui limite grandement les risques. Les calculs comparatifs sont présentés en annexe A.6.1. La probabilité d'avoir occurrence d'un glissement dans les mors sont donc quasi-nulles, du moins pour les matériaux métalliques ou céramiques⁵⁴.

En revanche, la chaîne de mesure du déplacement peut inclure des déplacements supplémentaires, correspondant à la déformation de tous les éléments placés en série avec la longueur de jauge. Il s'agit :

- des parties non-utiles de l'éprouvette, c'est-à-dire principalement des parties autoportantes de l'éprouvette servant de raccord avec les ancrages et dont la section n'est pas constante. Des raccords en arc de cercle sont souvent utilisés⁵⁵,
- les parties des mors incluses dans la chaîne de mesure et qui peuvent posséder une certaine souplesse. Il est également nécessaire de considérer la déformation du capteur de force si celui-ci est inclus dans la chaîne de mesure du déplacement.

Ces développements sont autant de sources d'incertitudes qui dégradent la qualité de la chaîne de mesure en introduisant des biais dans l'estimation des propriétés mécaniques. La majorité des laboratoires ayant développé une platine de microtraction ont, pour cette raison, utilisé des solutions alternatives d'estimation du champ de déplacement (table I3 - a), comme par exemple l'analyse d'image.

D'un point de vue technologique, la mesure de déplacement global peut être réalisée de diverses manières, selon la résolution souhaitée et la longueur de déplacement nécessaire. On citera ici les capteurs inductifs et capacitifs, mais également les capteurs laser à taux de réflexion ou encore les capteurs interférométriques. Ces derniers sont les plus onéreux, mais

⁵⁴Une étape préalable de vérification a toutefois été ajoutée dans le protocole expérimental. Cette vérification d'absence de glissement permet de valider l'absence de tout défaut dans le montage.

⁵⁵À l'échelle macroscopique, il peut par exemple s'agir des sections courbées avec un point d'inflexion, qui donne la fameuse silhouette *dog-bone* à l'éprouvette.

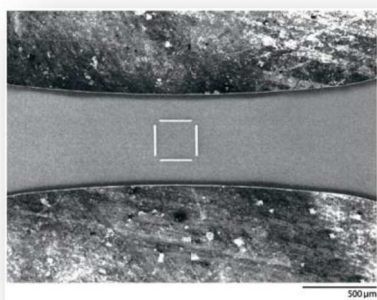


FIG. I3 - 14 – Exemple d'un motif photolithographié à la surface d'une éprouvette pour réaliser une mesure locale de l'allongement longitudinal et de la contraction transverse [Hemker 07].

constituent la solution la plus précise et sont une solution technologique pertinente pour la réalisation de mesures dynamiques à des fréquences relativement élevées.

Mesures locales du champ de déplacement : La deuxième solution consiste toujours à faire une mesure de déplacement relatif entre deux points, ces derniers appartenant à la longueur de jauge de l'éprouvette. La mesure se fait par extensométrie optique. Elle s'appuie sur les techniques d'imagerie digitale. Un système d'acquisition optique permet de réaliser une séquence d'images synchronisées soit sur une base temporelle, soit sur le signal du capteur de force. Cette mesure, faite directement sur la partie utile de l'éprouvette, est une mesure locale, l'élément de volume considéré n'étant plus l'ensemble de la partie utile de l'éprouvette mais uniquement l'élément mesuré. Plusieurs avantages peuvent être mis en avant. Ainsi, il n'y a plus de biais induit par l'élasticité du bâti ou la déformation de la partie non utile de l'éprouvette. Le deuxième avantage de cette technique par rapport à la mesure de déplacement des mors est la possibilité de mesurer des déformations transverses et ainsi la possibilité d'évaluer directement le coefficient de Poisson ν de la poutre autoportante à l'aide de dispositifs comme celui illustré en figure I3 - 14.

Enfin, l'observation de l'éprouvette peut également servir de support à une estimation globale du champ des déplacements à sa surface. Il est en effet possible de réaliser une mesure unidimensionnelle et ponctuelle — voir linéaire — entre deux marqueurs préalablement positionnés sur l'éprouvette, ou alors de s'intéresser à une mesure dense du champ de déplacement en analysant l'ensemble de la surface observée par une caméra. Un exemple de résultat est fourni en figure I3 - 15. Dans ce deuxième cas, trois méthodes de calcul existent, s'appuyant respectivement sur :

- la recherche et l'extraction de motifs récurrents d'une image à l'autre. Des attributs géométriques facilement identifiables doivent être présents sur la surface étudiée [Tie Bie 01],
- une méthode différentielle, aussi appelée « flot optique », qui fait l'hypothèse que la réflectance de tout point reste constante tout au long de la prise de vue [Galvin 98],

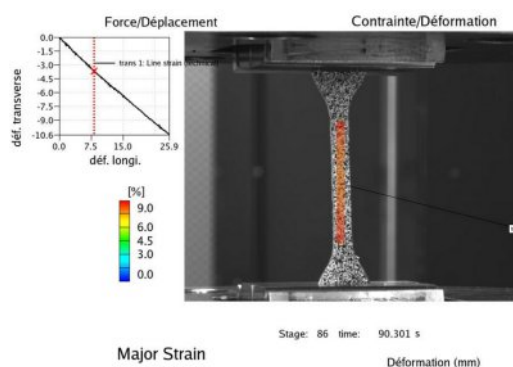


FIG. I3 - 15 – Représentation d'un champ de déplacement obtenu par corrélation d'image sur une éprouvette de traction macroscopique, et évaluation du coefficient de Poisson ν à l'aide de ce champ dense de déplacement.

- la corrélation d'image, qui mesure premièrement la ressemblance entre deux pixels en calculant un score de corrélation (ou critère de similarité) déterminé sur leur voisinage. Le pixel correspondant avec l'image suivante est alors choisi comme étant celui qui maximise cette mesure de ressemblance [Garcia 01].

À l'échelle macroscopique, ces techniques d'extensométrie optique forment une mesure de déplacement sans contact, et donc sans risque de perturbation sur l'essai de traction. Il a été montré dans différents travaux que la technique la plus précise et la plus robuste est la corrélation d'image [Schreier 00, Sutton 00]. Comme cette technique s'appuie sur la distinction des pixels entre eux, il est important de disposer d'une surface cible fortement texturée (d'un point de vue optique), pour que chaque point soit identifié sans ambiguïté possible. À l'échelle macroscopique, une pulvérisation de gouttelettes de peinture sur sa surface est utilisée pour créer un mouchetis faisant office de texture [Chu 86] comme on peut le voir sur la figure I3 - 15⁵⁶. L'adjonction d'une couche de peinture — dont l'épaisseur peut être du même ordre de grandeur que celle de l'éprouvette — ne peut pas être envisageable à l'échelle des couches minces sans modifier au premier ordre la réponse de l'éprouvette. De plus, la taille théorique des tâches de peinture doit avoisiner dans ce cas le micron pour avoir des motifs adaptés aux champs de mesures.

Des méthodes alternatives peuvent être envisagées :

- une texture aléatoire peut être créée sans modifier le comportement mécanique de l'éprouvette : une source laser est utilisée pour illuminer la surface de manière granulaire (effet *speckle*).
- une céramique en poudre (avec une granulométrie submicronique) peut être saupoudrée à la surface de l'éprouvette. Les grains restant collés par capillarité ne forment pas une couche continue, et ne modifient ainsi pas le comportement mécanique de l'éprouvette.

⁵⁶Il est nécessaire de s'assurer que la couche de peinture ainsi déposée ne perturbe pas le comportement de l'éprouvette, ce qui s'avère évident dans la plupart des cas à l'échelle macroscopique même si certaines précautions sont nécessaires lorsque l'éprouvette est constituée de films polymères relativement minces, comme les peaux de ballons stratosphériques qui ont pu être testées au sein du laboratoire AQ/LE du CNES durant le déroulement de ce projet [Violettes 05, chapitre III].

- une dépôt métallique non continu peut être réalisé en utilisant un plasma couplé à un refroidissement de l'éprouvette.

À l'échelle macroscopique, la stéréovision est de plus en plus employée pour prévenir les biais de mesure qui peuvent être liés à une erreur de parallaxe entre l'axe optique et la normale au plan de l'éprouvette. L'utilisation de deux caméras, à l'aide d'une calibration par triangulation, permet de reconstruire une image en trois dimensions de l'éprouvette observée. Mettre en place un tel système à l'échelle de la microtraction demeure techniquement difficile (précision nécessaire sur la mire pour la triangulation, encombrement, stabilité du montage...). Les mesures se font donc généralement à l'aide d'une seule caméra. Il est alors nécessaire de considérer l'introduction d'une éventuelle erreur sur la mesure du déplacement liée au défaut de parallaxe.

—— Préhension et conception d'éprouvettes spécifiques ——

Compte tenu des très faibles dimensions des éprouvettes, il est nécessaire d'apporter un soin particulier à leur fabrication et à leur manipulation. Comme pour tout essai mécanique, la maîtrise des dimensions géométriques joue un rôle crucial dans la détermination des propriétés mécaniques à partir de la caractéristique mesurée lors de l'essai.

Dans le cas d'une poutre de section $S = w \times t$, la sensibilité du module à une variation d'épaisseur de la poutre vaut, en utilisant la loi de Hooke (équ. I3.34) :

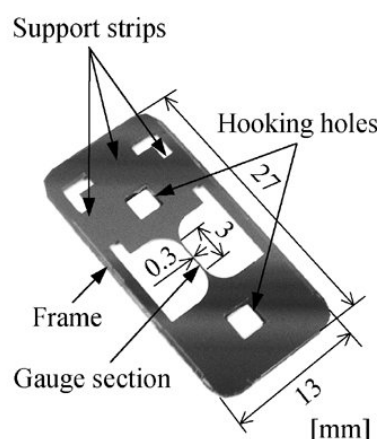
$$\frac{\Delta E}{E} = -\frac{\Delta t}{t} = -\frac{\Delta w}{w} \quad (\text{I3.41})$$

À ces échelles, les techniques standards de fabrication ne peuvent plus être utilisées en raison de leur trop forte imprécision géométrique.

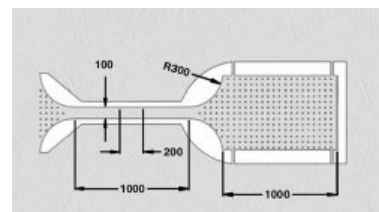
Ainsi, l'accent a été mis sur le développement d'éprouvettes utilisant les techniques de fabrication MEMS (micro-usinage du silicium en surface et/ou en volume — §I.1.1.1). Sachant que les techniques actuelles de déposition des couches minces permettent d'assurer une précision absolue sur l'épaisseur de l'ordre de 100 nm, une telle imprécision peut induire une erreur allant jusqu'à 10 % sur le calcul du module E pour une éprouvette de 1 μm d'épaisseur.

Géométries des éprouvettes autoportantes : Les travaux réalisés depuis une dizaine d'années maintenant [Sharpe 08, Tsuchiya 98] mettent en évidence deux grandes familles d'éprouvettes, auxquelles on se référera dans la suite de cette étude par « éprouvettes encadrées », ou « éprouvettes semi-détachées »⁵⁷. Un exemple de réalisation est présenté en figure I3-16. Dans les deux cas, l'éprouvette est liée au substrat de silicium par au moins l'une de ses extrémités (les deux dans le cas de l'éprouvette encadrée). La rigidité de l'ensemble, nécessaire à la manipulation de l'éprouvette, est assurée à l'aide d'un cadre usiné dans le substrat, (dans notre cas du silicium monocristallin) et qui devra être sectionné

⁵⁷ou *framed* et *semi-detached specimens*.



(a) éprouvette encadrée [Isono 06]



(b) éprouvette semi-détachée [Sharpe 08]

FIG. I3 - 16 – Exemples d'éprouvettes de microtraction réalisées sur un substrat silicium.**TAB. I3 - a** – Comparaison des principales caractéristiques de bancs de microtraction utilisés dans le cadre d'une campagne croisée initiée par Toyota sur du polysilicium [Tsuchiya 98].

Institut	Nature Actionnement	Mes. force	Mes. déplacement	Méthode préhension	de	Réf.
Univ. de Nagoya	micromètre motorisé	double cantilever	analyse d'image	NA (tests on-chip)		[Sato 98]
Univ. de Gunma	reptation pas-à-pas commandée par piézo	double cantilever	analyse d'image	mécanique		[Saotome 00]
Toyota CRDL	piézo-actionneurs	cellule de force	analyse d'image	électrostatique		[Tsuchiya 98]
Tokyo Tech.	actionneurs magnétostrictifs	cellule de force	analyse d'image	micro-collage		[Higo 00]

préalablement à l'essai. Dans le cas des éprouvettes semi-détachées, l'extrémité reliée au substrat est d'abord positionnée dans un mors, puis la partie libre se trouve arrimée (différentes techniques existent pour assurer la préhension) sur le deuxième mors en vue de la réalisation de l'essai de traction.

Chaque laboratoire développe sa propre solution pour réaliser la préhension des éprouvettes⁵⁸. À titre d'exemple, le tableau I3 - a présente les caractéristiques des bancs de microtraction des quatre laboratoires qui ont participé à une campagne croisée — ou « *Round Robin Test* » — sur des éprouvettes de polysilicium [Tsuchiya 98], dont les résultats ont été présentés en figure I2 - 4.

La mise en place de campagnes croisées entre différents laboratoires peut s'avérer difficile, dans la mesure où chaque installation nécessite des éprouvettes aux géométries distinctes les unes des autres. Malgré cette diversité de forme, il est important, pour la pertinence de l'essai, de réaliser des « parties utiles » similaires. Dans le cas du RRT présenté en table I3 - a, la section de la partie utile a pu être conservée sur l'ensemble des éprouvettes, mais la longueur de jauge a dû être adaptée pour les différents instituts (le *test on-chip* de l'université de Nagoya ne peut pas recevoir des éprouvettes avec des longueurs utiles supérieures à 100 μm , tandis que la longueur minimale pour une accroche mécanique à l'université de Gunma est de 500 μm). Cet exemple illustre encore une fois, s'il le faut,

⁵⁸ Il s'agit d'une des deux distinctions principales entre les différents laboratoires. Le deuxième est le choix des technologies permettant l'évaluation du champ des contraintes et des déplacements.

la grande nécessité d'harmonisation des techniques de caractérisation mécanique pour pouvoir valider et étalonner correctement les bancs de caractérisation.

Géométrie d'éprouvettes bicouches : Une solution alternative à la création d'une structure autoportante consiste à déposer le matériau en film mince sur un substrat de type polymère. Les propriétés mécaniques de ce dernier peuvent être déterminées à l'aide d'un essai de traction sur un polymère seul, et celles de la couche mince sont extraites de la réponse composite du système à l'aide du formalisme d'une loi des mélanges.

De plus, l'utilisation de cette technique de caractérisation possède aujourd'hui des applications industrielles directes avec le développement de la microélectronique sur substrat souple. En effet, outre les problématiques d'adhérence des couches qui font partie des points à étudier précisément, les substrats souples peuvent imposer de grandes déformations aux couches métalliques présentes. L'étude du comportement mécanique pour de tels systèmes s'avère donc crucial pour l'estimation de la fiabilité de ces composants.

Dans ce cas, la nanoindentation devient totalement inopérante pour caractériser la couche mince, en raison du trop grand contraste de « souplesse » apparente entre les deux matériaux, même si certains travaux sont actuellement menés en ce sens.



D'un point de vue théorique, la microtraction est une solution attractive pour l'obtention des propriétés mécaniques d'une couche mince autoportante. Pourtant, la réalisation technologique d'un tel essai constitue un point délicat, comme l'illustre la grande diversité des solutions techniques rencontrées, ou l'absence de consensus sur un essai qui pourrait être à l'origine d'une démarche globale de normalisation. Pour cette raison, l'évaluation des performances d'un nouveau banc de mesure doit être réalisée par des solutions alternatives à la simple réalisation d'une campagne croisée et l'exploitation de résultats originaux sur des essais de traction doit être pondérée par la qualité du dispositif expérimental mis en œuvre par l'opérateur.

Par la suite, nous présenterons en détail les solutions techniques retenues dans le cadre de cette thèse et qui constituent, par plusieurs aspects qui seront explicités, un ensemble unique et original.

Méthodes et développements techniques

Cette partie est dédiée à la présentation des différents développements techniques qui ont été réalisés. La partie précédente, outre la présentation des principes physiques de chaque technique de caractérisation abordée, a mis en évidence la nécessité de maîtriser les incertitudes de mesure, en particulier à une telle échelle. Cette maîtrise est d'autant plus cruciale si l'objectif à atteindre vise à étudier des phénomènes liés à la variation d'un paramètre d'entrée, tel l'effet de taille. Sans cette approche, la dispersion des mesures aurait trop rapidement tendance à dissimuler toute variation imputable à l'étude de l'influence de l'épaisseur ou de tout autre paramètre d'entrée.

La caractérisation mécanique, à l'échelle de la couche mince, nécessite des précautions particulières et une rigueur expérimentale, notamment pour combler le déficit actuel de normalisation. En effet, chaque laboratoire développe ses propres compétences et outils, sans concertation globale. En conséquence, l'application de campagnes croisées pour l'évaluation de l'exactitude d'un banc de mesure (norme ISO 5725) ne peut être scrupuleusement respectée en raison des disparités dans les processus de mesure d'une part, et dans l'influence importante des paramètres géométriques d'autre part¹.

Si l'*exactitude* (*justesse* et *reproductibilité*) ne peut être évaluée selon une approche statistique au travers de ces campagnes croisées interlaboratoires, il est donc nécessaire d'adopter une approche qui se veut exhaustive et rationnelle, pour évaluer une incertitude (dite « de type B » selon la dénomination normalisée [ENV 99]) sur les propriétés mécaniques résultantes d'un ensemble d'imprécisions élémentaires sur les paramètres d'entrée ou environnementaux qui modifient le résultat du processus de mesure. L'enjeu des développements présentés dans cette partie est donc d'évaluer la sensibilité des bancs de caractérisation à ces imprécisions élémentaires.

Le diagramme 5M présenté en figure II - 1 illustre les différents aspects qui ont été pris en compte dans l'évaluation de cette incertitude (le cas illustré est celui de la microtraction). Le protocole proposé, la calibration ou l'amélioration de la géométrie de l'éprouvette répondent dès lors à une même démarche : réduire l'incertitude $u(X)$ sur une mesure d'une grandeur X pour obtenir une caractérisation sensible à certaines variations de paramètres d'entrée, comme l'épaisseur des couches.

¹ Les écarts obtenus sur les évaluation des propriétés mécaniques du polysilicium lors du RRT mis en place au Japon illustrent cette difficulté [Tsuchiya 98].

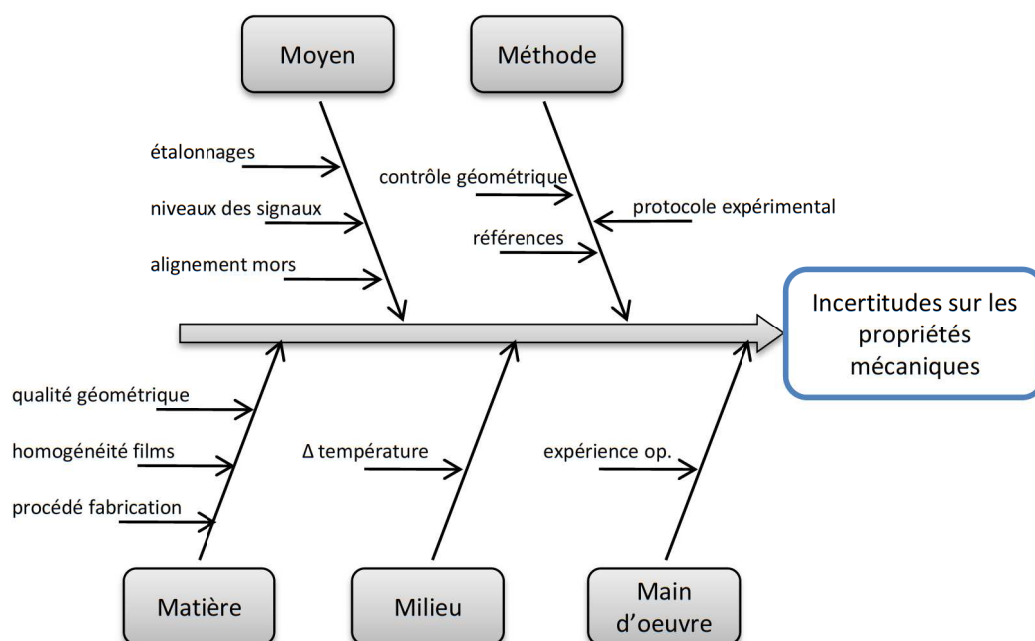


FIG. II - 1 – Diagramme « 5M » représentant les diverses sources d'incertitudes pouvant perturber la mesure lors d'un essai de microtraction. Le développement des techniques de caractérisation utilisées dans cette thèse s'appuie sur cette segmentation.

Trois chapitres composent donc cette partie. Le premier décrit les développements effectués qui ont mené à la réalisation d'essais de microflexion à l'aide d'un nanoindenteur. Outre les développements techniques, une approche s'appuyant sur des considérations simples de résistance des matériaux est adoptée pour mettre en avant une utilisation originale d'un tel essai².

Le deuxième chapitre s'attache, pour sa part, à décrire les améliorations apportées à un prototype de platine de microtraction³. En particulier, les considérations sur la maîtrise de l'essai sont mises en évidence, et le protocole expérimental qui en découle est détaillé de manière à disposer d'un outil opérationnel pour la caractérisation de matériaux en couche mince (épaisseur submicronique).

Enfin, un troisième chapitre se trouve exclusivement dédié à la réalisation des éprouvettes et à leur analyse technologique. Si l'élaboration des structures a été externalisée, un travail d'optimisation a toutefois été réalisé sur le procédé de fabrication et sur la géométrie des éprouvettes.

²Le banc de nanoindentation sur lequel les essais de microflexion ont été développés a également servi à réaliser des essais de pénétration instrumentée dans des matériaux en couches minces. Notre étude s'est concentrée sur l'exploitation des démarches exposées dans la partie précédente I.3.1.

³Ce prototype a été développé par Michel Ignat, et appartient au laboratoire SIMaP.

MICROFLEXION DE STRUCTURES SUSPENDUES

L'indentation instrumentée est une technique aisée à mettre en œuvre pour la caractérisation mécanique de matériaux déposés en couches minces sur des substrats. L'analyse s'avère toutefois délicate dans certains cas, notamment lorsque les couches minces deviennent trop fines (*cf.* § I.3.1.4). L'essai de microflexion constitue une alternative pour caractériser l'élasticité de structures autoportantes. Cette analyse peut également être étendue aux membranes (techniques de fléchissement de membrane par application d'une charge ponctuelle, ou *point-deflection bending test* [Hong 90]). La pointe est utilisée comme un micro-actionneur appliquant une charge sur une structure suspendue. Le déplacement résultant est enregistré en continu. La relation entre la charge et le déplacement constitue une mesure de la raideur des structures, ce qui mène, pour peu que l'on connaisse avec précision la géométrie des éprouvettes, à l'obtention des propriétés élastiques des matériaux la constituant (le principe est présenté en détail en partie I.3.2.1).

Cependant, des difficultés expérimentales spécifiques à cette méthode ont jusqu'à présent limité la qualité des résultats [Rigo 03, Rigo 02]. Les développements présentés dans cette section permettent de prendre en compte certains effets directement dans la modélisation, et un protocole d'essai détaillé est proposé.

Deux grandes catégories d'erreurs peuvent être faites. La première concerne les erreurs intrinsèques à l'essai. Elle inclue les approximations dans la localisation de la charge, les différentes hypothèses faites sur le comportement mécanique de la structure pour extraire les paramètres mécaniques pertinents (exemple : l'hypothèse des petites déformations). La deuxième catégorie est, par opposition, extrinsèque. Ces erreurs introduites ne dépendent pas directement de l'essai de microflexion ; elles incluent notamment les tolérances géométriques des éprouvettes. Une partie complète (II.3) décrit plus en détail cette deuxième source d'approximations et la manière dont elles peuvent être prises en compte.

Par la suite, nous désignerons par « poutre encastrée-libre » une poutre autoportante avec un ancrage à une extrémité et libre de l'autre ; tandis que « poutre encastrée-encastrée » ou « poutre bi-encastrée » sont deux termes qui désigneront une poutre disposant d'un ancrage à chacune de ses extrémités.

II.1.1 Profil mince et module biaxial

Comme évoqué au paragraphe I.3.2.2, les géométries des éprouvettes sollicitées s'apparentent à des profils minces [Timoshenko 59]. En effet, la largeur étant plus de cinq fois supérieure à l'épaisseur, un cisaillement intervient.

Pour prendre en compte une telle configuration, il est nécessaire de réaliser une substitution dans l'ensemble des équations développées : ce n'est non pas le module d'Young E qui intervient, mais le module biaxial E_b , en raison de la courbure anticlastique induite par

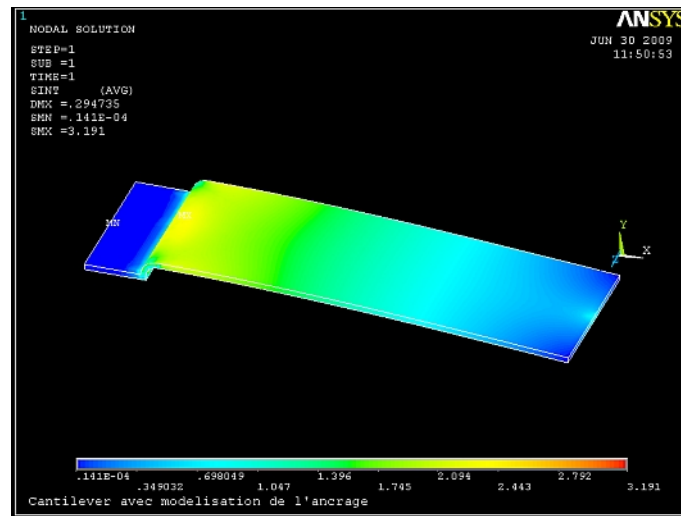


FIG. III - 1 – Simulation par éléments finis illustrant « l’effet plaque » sur la détermination du module : une courbure anticlastique apparaît. Le champ de contrainte est équi-biaxial, le module intervenant dans les calculs développés s’apparente dès lors au module biaxial E_b .

le chargement ponctuel :

$$E_b = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (\text{III.1.1})$$

Cette approche a été étudiée à l’aide d’une simulation par éléments finis sur une géométrie d’éprouvette représentative avec un facteur de forme le moins favorable parmi celle qui ont été sollicitées : les poutres du projet MEMSFIAB, en or, dans une configuration bi-encastree et encastree-libre. Les propriétés suivantes ont été utilisées pour la simulation :

- les encastrements sont idéaux ; les cas de figure encastree-libre et encastree-encastree ont été considérés,
- les dimensions de la poutre sont : $L \times w_u \times t = 310 \times 75 \times 2,7 \mu\text{m}^3$,
- le module d’élasticité E a été fixé à : $E = 80 \text{ GPa}$,
- trois valeurs pour le coefficient de Poisson ν ont été rentrées successivement : $\nu = [0,2; 0,34; 0,42]$.

Un exemple de représentation du champ de contrainte tridimensionnel ainsi généré est présenté en figure II1 - 1. D’un point de vue qualitatif, il se trouve en accord avec les schémas proposés par Mencík et Quandt [Mencík 99]. Localement, nous observons une symétrie radiale du champ de contraintes autour du point d’application de la charge : les contraintes sont planes, et considérées comme équi-biaxiales.

Les résultats sont présentés dans la table III - a : δE_1 représente l’erreur commise par l’application de l’équation I3.18 en considérant que le module est un module bi-axial⁴ et δE_2 l’erreur si l’on considère qu’il s’agit du module de Young. En particulier, on constate que l’écart augmente avec le coefficient de Poisson (pour atteindre plus de 10 % pour le

⁴Par « erreur », nous entendons l’écart relatif entre l’estimation du module d’élasticité à l’aide des équations développées en partie I.3.2 et le module d’élasticité saisi comme paramètre d’entrée dans la simulation par éléments finis.

TAB. III - a – Simulation par élément finis de la déformée d'une poutre idéale de dimension $310 \times 75 \times 2,7 \mu\text{m}^3$ encastrée-libre puis bi-encastrée. Le module E_m est déterminé à partir de la raideur mesurée f (force maximale sur déplacement maximal) et des équations issues de l'analyse RDM (chapitre I.3.2). Il est comparé avec le module E saisi comme paramètre d'entrée dans la simulation : $\delta E_1 = 1 - E_m(1 - \nu^2)/E$ et $\delta E_2 = E_m/E - 1$.

	ν	f (N/m)	E_m (GPa)	δE_1 (% E)	δE_2 (% E)
encastrée-libre	0,2	3,74	81,0	-2,77	1,28
	0,34	3,85	83,5	-7,70	4,37
	0,42	3,96	85,8	-11,65	7,27
bi-encastrée	0,2	64,85	81,8	-1,85	2,24
	0,34	67,09	84,6	-6,45	5,78
	0,42	69,24	87,3	-10,09	9,16

coefficient de Poisson de l'or pur, à savoir $\nu = 0,42$). Cette dépendance de l'erreur en fonction du coefficient de Poisson ν indique que l'utilisation du module biaxial n'est pas entièrement satisfaisante pour rendre compte de la réalité technologique de nos profils minces, les valeurs obtenues par simulation se situant approximativement à la moitié de l'intervalle $[E ; E_b]$.

Il est nécessaire de considérer non pas les deux extrêmes E et E_b mais une fonction correctrice ψ variant entre 1 et $1/(1 - \nu^2)$ à appliquer au module uniaxial E [Hopcroft 02].

La simulation par éléments finis et les dimensions des éprouvettes semblent indiquer qu'il est nécessaire de travailler sur des flexions de plaque, c'est-à-dire de considérer non pas le module d'élasticité uni-axial mais le module bi-axial, E_b , dans les différents calculs présentés dans le chapitre I.3.2 (analyse s'appuyant sur des considérations de résistance des matériaux). Toutefois, quelques réserves sont émises sur le domaine de validité de cette approche : une simulation par éléments finis de ces structures délivre des résultats intermédiaires, entre le module bi-axial et le module uni-axial. En l'état actuel, nous considérons que parmi les deux estimations possibles du module, le module bi-axial — compte tenu du champ de contraintes observé sur les simulations — est une estimation du comportement élastique qui possède la plus grande signification physique.

Une étude supplémentaire en faisant varier les facteurs de forme des éprouvettes est nécessaire pour déterminer avec une meilleure précision le domaine de validité entre des structures assimilables à des poutres et celles assimilables à des plaques. De plus, l'utilisation d'une fonction correctrice ψ à appliquer sur le module semble être une solution envisageable. Nous citerons à ce propos les travaux de Weihs *et al.* [Weihs 88] qui propose d'utiliser une fonction correctrice spécifique aux poutres encastrées-libres.

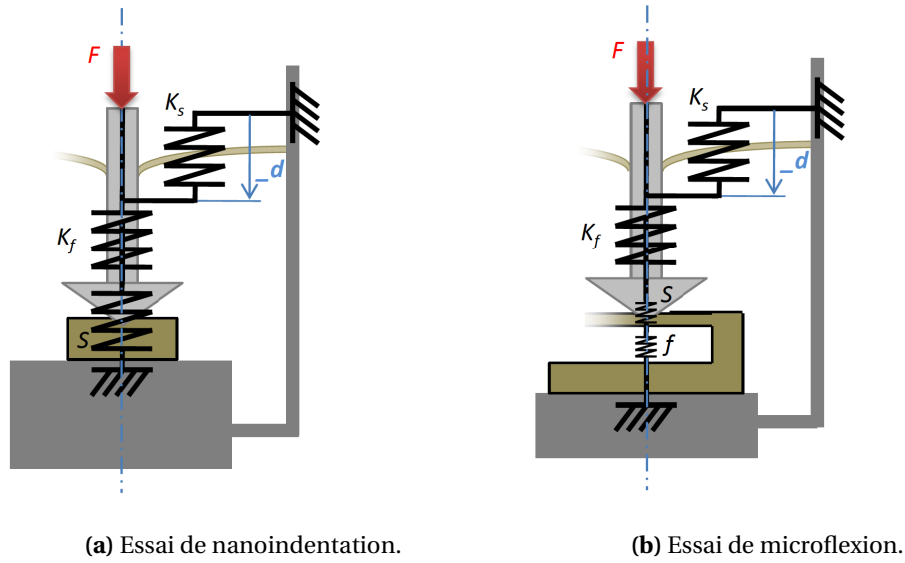


FIG. III - 2 – Représentation d'un essai d'indentation et d'un essai de microflexion (essai quasi-statique). Le déplacement d mesuré est (a) dans un cas égal à l'enfoncement du poinçon dans la matière, et (b) dans le second cas égal à la somme de cet enfoncement et de la flexion de la micropoutre. Il est calculé à partir de la mesure $_d$ et se trouve donc corrigé de la déformation de la colonne (équation III.3).

II.1.2 Flèche : déplacements supplémentaires

Dans le cadre du modèle présenté en partie I.3.2.1, des déformations supplémentaires peuvent apparaître lors de la réalisation d'un essai de microflexion à l'aide du nanoindenteur qui ne sont pas, à priori, prises en compte. Un effort de modélisation est nécessaire pour considérer ces déformations de second ordre, ou du moins évaluer les imprécisions qui peuvent être commises sur l'estimation des paramètres décrivant l'élasticité sous forme d'une incertitude de mesure. En terme de déplacement, ils sont principalement dus à l'enfoncement local de l'échantillon sous le poinçon u_i , à la flèche liée à la torsion u_t , et aux déformations du support qui provoque un déplacement u_s . L'ensemble de ces termes s'additionnent donc au déplacement de la poutre u lors de la mesure de déplacement d :

$$d = u + u_i + u_t + u_s \quad (\text{III.2})$$

Le schéma III - 2 illustre comment un banc d'indentation instrumentée peut être utilisé pour réaliser un essai de microflexion. Il présente également les différents éléments se déformant et donc à prendre en compte dans la chaîne de mesure du déplacement (avec l'illustration d'un premier déplacement supplémentaire induisant un biais dans l'évaluation de la raideur de la poutre, à savoir l'enfoncement du poinçon dans le matériau u_i). Le déplacement $_d$ est le déplacement brut de la colonne. Le déplacement mesuré d utilisé dans les différents calculs correspond à cette valeur, $_d$, corrigée du déplacement induit par la déformation de la colonne :

$$d = _d - \frac{F}{K_f} \quad (\text{III.3})$$

Selon les cas, ces déplacements parasites peuvent induire des imprécisions plus ou moins grandes. Il est donc nécessaire de les prendre en compte pour obtenir u , de manière à calculer la raideur et donc le module d'élasticité à l'aide des équations I3.18. De sources d'erreur sur la mesure, ces déplacements supplémentaires deviennent des paramètres ajustables.

Pour ce faire, nous supposons que chaque terme est indépendant des autres : la réponse globale est la superposition des réponses à des sollicitations « élémentaires ». Cette analyse devra être remise en question dans le cadre des grandes déformations.

Dans la suite de ce chapitre, E_a désignera le module apparent, calculé à l'aide de la mesure du déplacement d , et E sera le module « corrigé » calculé à partir de la flèche de la poutre $u = d - u_x$.

II.1.2.1 Déformation locale sous le poinçon

La déformation locale u_i de l'échantillon constitue l'un des déplacements initialement non pris en compte lors de la réalisation d'un essai de microflexion. En considérant le modèle d'Euler-Bernoulli développé dans le paragraphe I3.2.2, le calcul corrigé du module E sera estimé en prenant en compte ce déplacement u_i , pour une poutre rectangulaire de largeur w et d'épaisseur t ($S = w \times t$), est donc (équation I3.18) :

$$E = \alpha \frac{F}{d - u_i} \frac{L^3}{wt^3} \quad (\text{II1.4})$$

avec $\begin{cases} \alpha = 4 & \text{pour une poutre encastrée-libre,} \\ \alpha = 1/16 & \text{pour une poutre bi-encastrée,} \end{cases}$
et où F et d sont la force et le déplacement mesurés par le nanoindenteur.

Si l'on considère une pointe sphérique⁵, les équations développées dans le cadre du contact de Hertz (équation I3.4) permettent d'exprimer le déplacement u_i en fonction de la force appliquée F et du rayon du poinçon R :

$$u_i = \left(\frac{3F}{4E_{eq}\sqrt{R}} \right)^{2/3} \quad (\text{II1.5})$$

avec E_{eq} le module équivalent tel que défini par l'équation I3.3 et prenant également en compte l'élasticité du poinçon.

L'écart introduit par la déformation du contact sur l'estimation du module d'élasticité vaut donc, en utilisant les équations II1.4 et II1.5 :

$$\delta_i(E) = \frac{E - E_a}{E} = \frac{u_i}{d} = \frac{1}{d} \left(\frac{3F}{4E_{eq}\sqrt{R}} \right)^{2/3} \quad (\text{II1.6})$$

⁵Compte tenu des imperfections de taille d'une pointe Berkovich, son extrémité peut être assimilée en première approximation à une portion de sphère dont le rayon fait quelques dizaines de nanomètres.

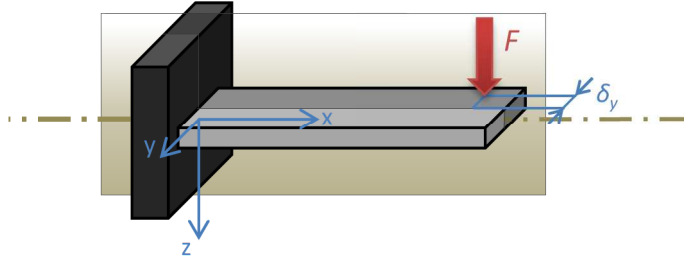


FIG. III - 3 – Torsion des microsystèmes : application d'une charge ponctuelle F à la distance δ_y de l'axe de symétrie de la structure.

Cette équation peut s'exprimer en fonction de la consigne en force F et de la raideur caractéristique mesurée f :

$$\delta_i(E) = \frac{f}{2} \left(\frac{2}{9} R F E_{eq}^2 \right)^{-1/3} \quad (\text{III.7})$$

La grandeur $\delta_i(E)$ met en évidence l'influence du rayon du poinçon qui intervient à une puissance $1/3$ au dénominateur. L'utilisation d'une pointe sphérique, dont le rayon R est plus grand que celui de la partie émoussée d'un poinçon pointu, permet donc de diminuer l'erreur introduite lors d'un essai réalisé à l'aide d'un poinçon pointu.

II.1.2.2 Torsion

Outre le déplacement supplémentaire que peut induire une déformation locale de la matière sous le poinçon, un phénomène de torsion de la poutre peut également provoquer un déplacement u_t lorsque la charge est appliquée en dehors de l'axe de symétrie de l'éprouvette. En effet, si l'on considère une charge F appliquée à la distance δ_y de l'axe (comme illustré sur la figure III - 3), le chargement de la poutre équivalente s'exprime par le torseur suivant :

$$[\vec{F}] = \begin{bmatrix} 0 & \delta_y F \\ 0 & 0 \\ F & 0 \end{bmatrix}_C \quad (\text{III.8})$$

où C est le point d'application de la charge. Dans le cas d'une poutre encastree-libre, $x_C = L$ et dans le cas d'une poutre bi-encastree, $x_C = L/2$.

La démarche présentée au chapitre I.3.2.1 et les calculs détaillés de l'annexe A.3 demeurent valables à condition de considérer cette nouvelle composante de torsion, en particulier dans le calcul des efforts intérieurs. La contribution de la torsion à l'énergie interne de déformation⁶, W_t , vaut :

$$W_t = \frac{1}{2} \int_L \frac{M_t^2}{GI} dx \quad (\text{III.9})$$

où M_t est le moment de torsion, G le module de Coulomb et I le module de rigidité à la torsion. Ce dernier terme demeure difficile à évaluer dans le cas général. Toutefois, pour des sections

⁶L'expression générale de l'énergie de déformation est donnée en équation I3.15.

rectangulaires $w \times t$, nous pouvons écrire :

$$I = \frac{wt^3}{3} \quad (\text{II1.10})$$

$$I = \frac{wt^3}{16} \left(\frac{16}{3} - 3,36 \frac{t}{w} \right) \quad (\text{II1.11})$$

L'équation II1.10 s'applique aux profils minces (c'est-à-dire pour une épaisseur au moins dix fois inférieure à la largeur) [Boresi 93], tandis que l'équation II1.11 est une forme plus générale qui demeure vraie tant que l'épaisseur est plus petite que la largeur ($t \leq w$) [Young 02].

Par la suite, nous nous intéresserons uniquement au cas des profils minces, qui traduisent au mieux la réalité technologique de la fabrication des microsystèmes.

Dans le cas de « structures épaisses », les équations suivantes sont valables en considérant le module I défini par l'équation II1.11.

Dans le cas des poutres encastrées-libres et bi-encastrées, le calcul du déplacement résultant de la flexion-torsion s'effectue à l'aide du théorème de Castigliano (on néglige ici la contribution de l'effort tranchant en cisaillement⁷). Il est dès lors possible d'en déduire l'expression du module d'élasticité E en fonction de la mesure de la raideur f et de l'écart δ_y entre l'application de la charge et l'axe de symétrie de la poutre. En reprenant la notation utilisée en II1.4, la forme générale de cette expression est :

$$\begin{aligned} E &= \frac{\alpha L^3}{wt^3} \frac{F}{d - u_t} \\ &= \frac{\alpha L^3}{wt^3} f \left(1 + \beta(1 + \nu) \frac{\delta_y^2}{L^2} \right) \end{aligned} \quad (\text{II1.12})$$

avec $\begin{cases} \alpha = 4 & \beta = 3/2 & \text{pour une poutre encastrée-libre,} \\ \alpha = 1/16 & \beta = 24 & \text{pour une poutre bi-encastrée.} \end{cases}$

L'analyse faite ici a été corroborée par une simulation par éléments finis d'une poutre bi-encastrée en or. Les résultats sont présentés en figure II1 - 4.

Comme au paragraphe précédent, il est possible d'estimer l'écart introduit dans le calcul du module entre cette évaluation de E et le module apparent E_a :

$$\delta_t(E) = \frac{E - E_a}{E} = \frac{u_t}{d} = \frac{\beta(1 + \nu)}{\beta(1 + \nu) + \frac{L^2}{\delta_y^2}} \quad (\text{II1.13})$$

En première approximation, si l'on considère que l'écart à l'axe de symétrie δ_y est très petit devant la longueur de la poutre L , on peut approximer l'équation II1.13 par l'équation

⁷Pour plus de précisions sur ce point précis, se référer au paragraphe I.3.2.2.

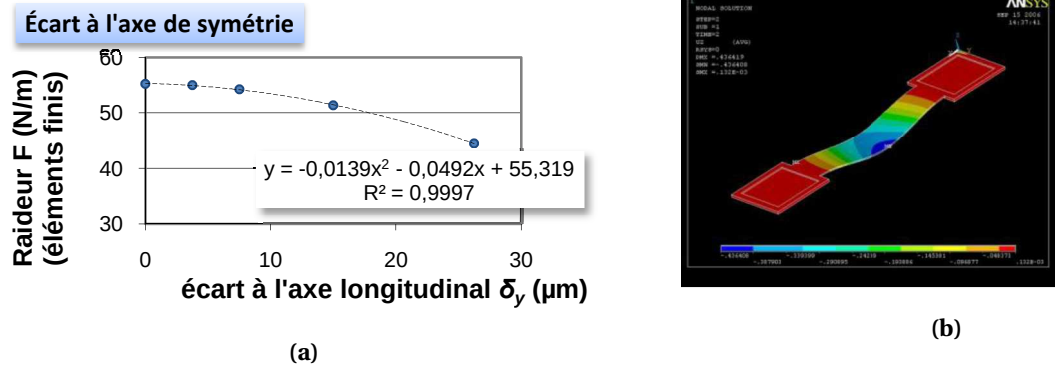


FIG. III - 4 – (a) Dépendance quadratique de la raideur mesurée f en fonction de l'écart δ_y à la fibre moyenne, et (b) exemple de déformée obtenue par FEM, mise en évidence de la torsion de la structure de test.

suivante⁸ :

$$\delta_t(E) \approx \left(\frac{\delta_y}{L}\right)^2 \beta(1 + \nu) \quad (\text{III.14})$$

Considérons une poutre en or ($\nu = 0,42$) de dimension $L \times w \times t = 500 \times 100 \times 4 \mu\text{m}^3$, bi-encastée. L'erreur commise sur l'estimation du module par un écart $\delta_y = 5 \mu\text{m}$ vaudra $\delta_t(E) \approx 0,35 \%$. Dans de telles conditions, l'erreur commise dépasserait 1 % pour une poutre de longueur inférieure à $L < 290 \mu\text{m}$.

L'erreur introduite par la torsion liée à un mauvais positionnement de la pointe sera à prendre en compte pour des poutres relativement courtes. Dans la plupart des cas rencontrés, cette erreur demeure inférieure à 0,5 %.

Toutefois, l'équation III.12 semble à priori adaptée à l'obtention d'une mesure indirecte du coefficient de Poisson ν . En effet, si un dispositif expérimental permet de réaliser plusieurs mesures de raideur transversalement à la poutre, l'évolution de cette raideur en fonction de l'écart à la fibre moyenne constitue une mesure indirecte du coefficient de Poisson ν . Le déplacement sur l'axe de symétrie est assimilé au déplacement provoqué uniquement par la flexion de la poutre, il est possible d'écrire :

$$\frac{d}{d_{min}} = 1 + \frac{\beta(1 + \nu)}{L^2} \delta_y^2 \quad (\text{III.15})$$

La confrontation de cette équation avec la réalité expérimentale sera discutée ultérieurement, dans le cadre d'une analyse des résultats expérimentaux en partie III.

⁸Cette approximation aura tendance à surestimer l'erreur faite sur l'évaluation du module d'élasticité par rapport à l'équation III.13.

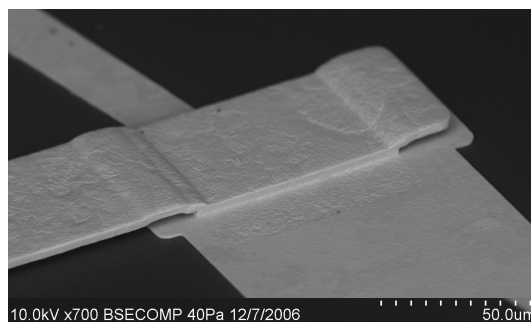


FIG. III - 5 – Ancrage d'une poutre en or issue d'un microinterrupteur capacitif radiofréquence commercial.

II.1.2.3 Déformation des encastresments

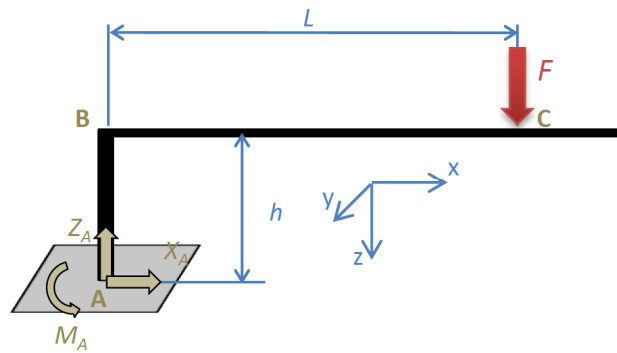
D'un point de vue technologique, les ancrages d'un pont ou d'un cantilever sont en général difficilement assimilables à des encastresments idéaux, comme l'illustre la micrographie III - 5. Cette figure présente l'ancrage d'une poutre faisant partie d'un micro-interrupteur capacitif⁹ : la réalisation technologique présente un léger renflement juste après l'ancrage, qui ne peut pas être analytiquement pris en compte par la théorie des poutres développée autour de l'hypothèse de Saint-Venant¹⁰. D'autre part, compte-tenu de leurs géométries, un cisaillement important peut survenir au niveau des ancrages. Analytiquement, il est possible de tenter de modéliser la déformation des ancrages de la structure MEMS en considérant non plus des poutres droites, mais des portiques chargés dans leur plan, comme illustré en figure III - 6. Cette piste a notamment été explorée par des auteurs comme Meng *et al.* [Meng 93]. Néanmoins, la modélisation d'une poutre bi-encastree (figure III - 6b) de cette manière mène à un système hyperstatique d'ordre 2. Les inconnues hyperstatiques sont alors dépendantes des ratios de longueur et d'épaisseur entre les ancrages et le cantilever, menant à des expressions analytiques complexes — d'autant plus que les ancrages étant considérés comme des poutres courtes, le cisaillement ne doit pas être négligé (démarche exposée dans le paragraphe I.3.2.2.).

Dans le cas d'une poutre encastree-libre, les détails du calcul analytique sont présentés en annexe A.3.1.1.

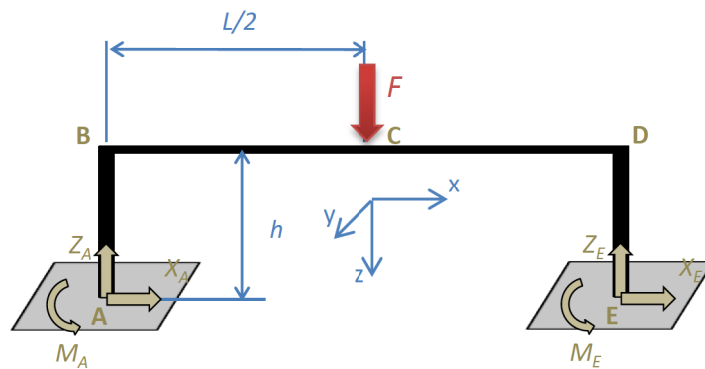
La géométrie du problème est présentée en figure III - 6a. Lorsque la déformation de l'ancrage n'est pas considérée, l'erreur faite sur le module E est déterminée à l'aide des calculs détaillés en annexe A.3.1.1. Cette erreur s'exprime en fonction de l'épaisseur de la poutre t ,

⁹Interrupteur commercial TERAVIDTA™.

¹⁰*Solution de Saint-Venant* : « Les résultats ne s'appliquent valablement qu'à une distance suffisamment éloignée de la région d'application des efforts intenses ». Cette distance est empiriquement fixée à trois fois la largeur de la section normale.



(a) portique console représentant une micropoutre encastrée-libre, système isostatique.



(b) portique console représentant une micropoutre encastrée-encastrée, système hyperstatique d'ordre 2.

FIG. III - 6 – Prise en compte de la déformation des ancrages d'une micropoutre à l'aide d'une modélisation sous forme de portique. La poutre est de dimension $L \times w \times t$, et les ancrages de dimension $h \times w \times t_s$. Ces derniers sont considérés comme des poutres courtes.

l'épaisseur des ancrages t_s , la longueur de la poutre L et la hauteur des ancrages h :

$$\delta_s(E) = \frac{E - E_a}{E} = \frac{u_s}{d} = \frac{3\left(\frac{t}{t_s}\right)^2 + \frac{t^2}{4L^2}}{\frac{Lt_s}{ht} + 3\left(\frac{t}{t_s}\right)^2 + \frac{t^2}{4L^2}} \quad (\text{II1.16})$$

La prise en compte de la déformation de l'ancrage demeure toutefois difficile à estimer avec suffisamment de précision. En effet, le paramètre t_s , épaisseur de la poutre représentative de l'ancrage, constitue un paramètre qui n'est pas forcément corrélé avec la taille réelle de l'ancrage. Cette difficulté provient principalement de la limitation même de la théorie des poutres, qui ne peut rendre compte d'effets proches des discontinuités géométriques.

Dans le cas d'une poutre bi-encastree, nous nous sommes limités à considérer l'influence de la déformation des ancrages dans un cas particulier. Les poutres ayant servies de modèle à cette simulation sont les poutres issues du projet MEMSFIAB (poutre présentée en figure II1 - 7). Les paramètres utilisés pour la simulation sont les suivants :

- solide isotrope, élastique et homogène : $E = 80 \text{ GPa}$ et $\nu = 0,34$,
- éléments de maillage ANSYSTM : « Solid92 ».

La méthodologie des éléments finis est utilisée pour établir l'influence de la déformation des ancrages dans le cas d'une géométrie proche de la réalité technologique. Ainsi, si l'on fait la comparaison entre une configuration possédant un encastrement idéal d'une part et une configuration prenant en compte l'encastrement présenté en figure II1 - 7, nous constatons que la déformation des ancrages induit une erreur sur l'estimation du module¹¹ qui vaut :

$$\delta(E)|_{\text{EE-ancrage}} = \frac{\Delta E}{E} \approx 13,2 \% \quad (\text{II1.17})$$

La même géométrie a été considérée avec un seul ancrage cette fois-ci pour illustrer une configuration encastree-libre. L'écart, dans ce cas, est estimé à :

$$\delta(E)|_{\text{EL-ancrage}} \approx 14,3 \% \quad (\text{II1.18})$$

Pour résumer, nous constatons que la déformation des ancrages demeure un problème mal maîtrisé. L'évaluation de son impact est donc délicat. L'ordre de grandeur de cette source d'imprécisions peut devenir extrêmement important pour certaines géométries. A titre d'exemple, une erreur supérieure à 10 % sur l'estimation du module a été constatée pour certaines réalisations technologiques que nous avons pu caractériser.

¹¹EE est une notation abrégée pour « encastree-encastree ». De même, nous utilisons la notation EL pour désigner une poutre « encastree-libre ».

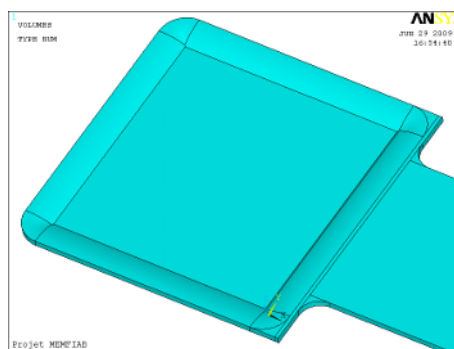


FIG. III - 7 – Poutres fabriquées par Fabienne Pennec dans le cadre du projet région MEMSFIAB. L'encastrement n'est pas un encastrement idéal. La poutre a été modélisée pour réaliser une simulation par éléments finis (la figure est un détail de la structure représentant un encastrement).

II.1.3 Localisation longitudinale du point d'application de la charge

Outre la modélisation qui vient d'être présentée pour prendre en compte plusieurs déformations parasites apparaissant lors de l'essai de microflexion, il est également nécessaire d'être capable d'évaluer quelle sera l'influence d'un positionnement incorrect du poinçon. Les deux phénomènes sont intimement liés : on conçoit par exemple qu'un écart à l'axe de symétrie longitudinal induira une torsion de la poutre. Les équations permettant d'établir un lien entre les mesures de raideur et le module d'élasticité nécessitent soit de connaître avec précision l'emplacement du point d'application de la charge (cas d'une poutre encastrée-libre, équation I3.16), soit de se positionner avec précision au centre des structures (cas d'une poutre bi-encastrée, équation I3.17). L'écart de positionnement de la charge peut se décomposer en deux composantes qui provoquent deux déformées distinctes. L'écart dit « transverse », δ_y , introduit principalement un phénomène de torsion, dont l'influence a été explicitée dans le paragraphe II.1.2.2. Il est ici important de noter que la plupart des poutres étudiées dans le cadre de la caractérisation mécanique de microsystèmes sont associées à des profils minces¹², ce qui simplifie l'expression du module de rigidité à la torsion I (équations III.10 et III.11).

La deuxième composante du positionnement de la charge se fait le long de l'axe de l'éprouvette, c'est un écart « longitudinal », δ_x . Il s'agit d'un écart par rapport à la position nominale dans le plan de l'axe de symétrie de l'éprouvette, dont l'impact sur la mesure de raideur dépend du type des encastrements.

¹²Dans ce cas, un phénomène de cisaillement associé à la torsion est potentiellement à considérer, en particulier lorsque la section est déformée par la présence de contraintes résiduelles. Dans ce cas, le centre de gravité et le centre de torsion ne sont plus confondus, et l'introduction d'une torsion s'accompagne d'un gauchissement de la structure, c'est-à-dire d'une modification de la forme du profilé en fonction de l'abscisse.

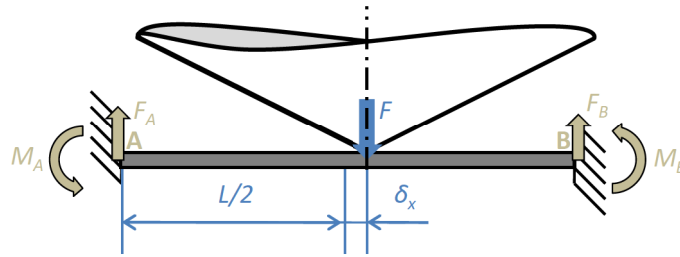


FIG. III - 8 – Schéma représentant une poutre doublement encastree en A et B. Une force F est appliquée de manière excentree à une distance δ_x du centre de la poutre de longueur L .

II.1.3.1 Poutre encastree-libre

L'effet d'un mauvais positionnement transversal se traduit principalement par de la torsion. L'impact sur la mesure du module d'élasticité se fait donc en considérant la composante de torsion, présentée dans le paragraphe II.1.2.2.

Dans le cas d'une erreur de positionnement le long de l'axe longitudinal δ_x , les formules développées dans le cadre d'une poutre encastree-libre dépendent directement de cette longueur. L'imprécision de positionnement est donc équivalente à une incertitude $U(L)$ commise sur l'estimation de L . L'incertitude commise sur le module d'élasticité vaudra donc (en utilisant l'équation I3.18) :

$$u(E)_x = \frac{U(E)}{E} = 3 \frac{U(L)}{L} \quad (\text{II.1.19})$$

Pour une poutre de $500 \mu\text{m}$ de long, l'erreur introduite sur le module par une approximation de positionnement de $5 \mu\text{m}$ vaudra :

$$\begin{cases} L &= 500 \mu\text{m} \\ U(L) &= 5 \mu\text{m} \end{cases} \Rightarrow u(E)_x \approx 3 \%$$

Dans le cas d'une poutre encastree-libre, l'erreur faite sur le module provient principalement du fait d'une mauvaise connaissance de la localisation de la pointe au dessus de la poutre. Elle sera donc évaluée à partir de la connaissance de l'incertitude de positionnement liée au moyen expérimental. Pour cette raison, l'incertitude sur le module sera d'autant plus importante que la poutre sera courte.

II.1.3.2 Poutre bi-encastree

Pour une poutre doublement encastree, il est également possible d'estimer la raideur mesurée f lorsqu'un écart δ_x est introduit dans le positionnement du point d'application de la charge F (configuration représentée sur le schéma II1 - 8). Contrairement au cas précédent, l'équation exprimant le module en fonction de la raideur (eq. I3.18) est invalidée par la perte de symétrie. Cette dernière modifie en effet les efforts de liaison et la répartition des efforts

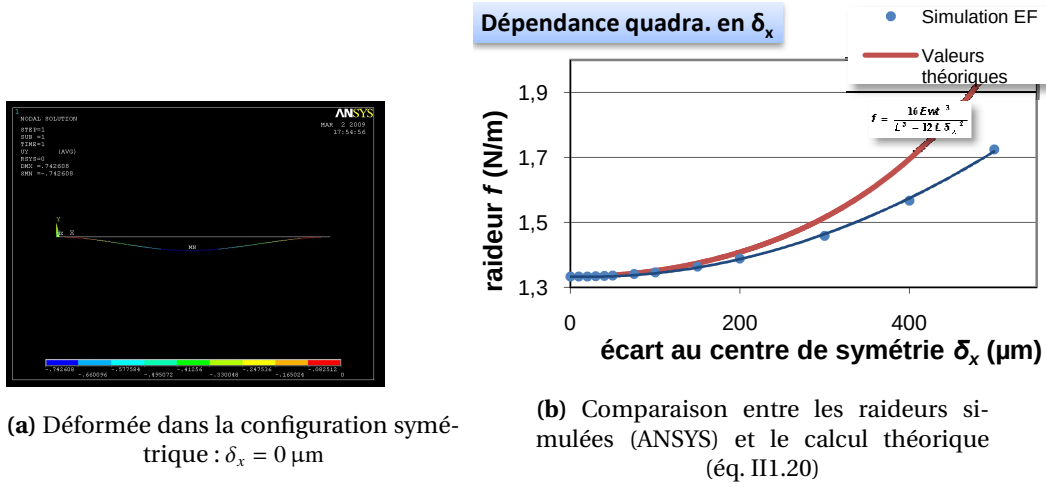


FIG. III - 9 – Simulation par éléments finis de la déformation d'une poutre $3\,000 \times 300 \times 5 \mu\text{m}^3$ lors de l'application d'une charge ponctuelle avec une erreur de positionnement longitudinale.

intérieurs, la démarche énergétique suivie dans la partie I.3.2.1 doit être adaptée. Les calculs détaillés correspondant à ce cas de figure sont présentés dans l'annexe A.3.

Comme dans le cas symétrique ($\delta_x = 0 \mu\text{m}$), les inconnues de liaison sont déterminées à l'aide du théorème de Ménabréa et de l'expression de l'énergie interne de déformation. L'application du théorème de Castigliano permet d'obtenir l'expression de la raideur f mesurée (cas d'une poutre de section rectangulaire de section $S = w \times t$) :

$$f = \frac{16Ewt^3}{L^3 - 12L\delta_x^2} \quad (\text{III.20})$$

Les termes d'ordre supérieur à 2 ont été négligés, limitant le domaine de validation de cette équation à une certaine valeur $\delta_{x\text{max}}/L$. Une simulation par éléments finis (ANSYSTM) a été réalisée pour déterminer ce domaine dans le cadre des essais réalisés sur ce projet :

- matériau linéaire isotrope et élastique ($E = 60 \text{ GPa}$), de section $w \times t = 300 \times 5 \mu\text{m}^2$, de longueur $L = 3 \text{ mm}$,
- éléments poutre (« Beam 3 », environ 3000 éléments).

Les résultats sont présentés en figure III-9. En particulier, l'écart entre la raideur simulée par éléments finis et la raideur approximée de manière analytique devient supérieur à 1 % pour $\delta_x/L \approx 0,06$. Dans le cas des poutres étudiées dans le cadre de cette étude, cet écart correspond à une erreur de positionnement valant environ $\delta_{x\text{max}} \approx 170 \mu\text{m}$.

L'équation de la raideur f dans le cas d'un chargement non symétrique (équation III.20) permet donc d'évaluer le module d'élasticité correspondant au cas d'une section rectangulaire de section $w \times t$:

$$E = \frac{F}{d} \frac{L^3}{16wt^3} \left(1 - \frac{12\delta_x^2}{L^2} \right) \quad (\text{III.21})$$

Comme précédemment, il est ainsi possible d'estimer l'erreur $\delta_x(E)$ introduite sur le module par la non prise en compte de δ_x :

$$\delta_x(E) = \frac{E - E_a}{E} = \left(1 - \frac{L^2}{12\delta_x^2}\right)^{-1} \quad (\text{II.1.22})$$

Avec la même géométrie de poutre que celle décrite dans l'application numérique précédente, une erreur de $5\text{ }\mu\text{m}$ sur la localisation du centre de symétrie — correspondant à une incertitude de positionnement liée à l'utilisation d'une table X-Y mécanique d'assez mauvaise qualité — entraîne une erreur sur l'estimation du module d'élasticité valant $u(E)_x \approx -0,35\%$.

Comme dans le cadre d'une erreur transverse, l'impact sur la mesure du module dépend uniquement du rapport entre l'erreur de positionnement et la longueur de la poutre. De manière générale, l'erreur introduite sur l'estimation du module deviendra supérieure à 1 % dès que le rapport δ_x/L sera supérieur à :

$$u(E)_x \geq 1\% \Rightarrow \frac{\delta_x}{L} \geq 2,9 \times 10^{-2} \quad (\text{II.1.23})$$

Nous avons vu au paragraphe précédent qu'un écart de positionnement δ_y à l'axe de symétrie longitudinal d'une éprouvette induit une souplesse supplémentaire principalement sous la forme d'une torsion. En revanche, avec un écart δ_x par rapport au centre visé, la perte de la symétrie, dans le cas des poutres bi-encastées, induit une modification des équations issues de la résistance des matériaux. Enfin, pour une poutre encastée-libre comme pour une poutre bi-encastée, cet écart δ_x peut provenir d'une erreur de positionnement et implique dans ce cas une erreur dans l'estimation du module dont nous avons estimé l'impact, ou peut être volontairement utilisé pour l'aide à la localisation du centre des structures.

Dans ce dernier cas de figure, la précision de positionnement est primordiale. C'est pourquoi nous proposons dans le paragraphe suivant des évolutions techniques qui répondent à ce besoin.

II.1.4 Solutions technologiques

II.1.4.1 Table de positionnement piézoélectrique

La réalisation d'une sollicitation en microflexion peut se faire à l'aide d'un AFM [Serre 99] ou d'un nanoindenteur [Weihs 88]. C'est cette deuxième solution qui est adoptée dans le cadre des essais réalisés au sein du laboratoire AQ/LE du CNES.

Lors d'un essai d'indentation instrumentée, la localisation des essais est assurée à l'aide d'un système d'observation optique, monté parallèlement à la colonne d'indentation, et une table motorisée X-Y assure le transit de l'échantillon entre l'axe optique et l'axe d'indentation,

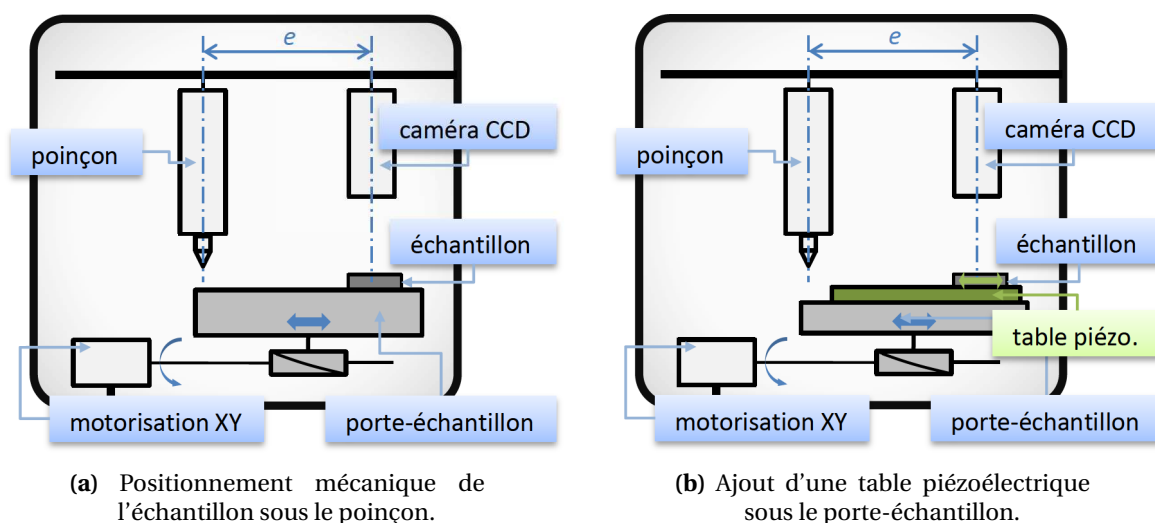


FIG. III - 10 – Nanoindenteur : positionnement d'une éprouvette sous la colonne d'indentation. (a) la localisation se fait via une caméra CCD parallèle à la colonne d'indentation (entraxe e). La table XY translate l'échantillon entre les deux colonnes. (b) insertion d'une table porte-échantillon piézo-électrique (module Nanovision™) pour la réalisation d'une translation XY de 100 μm de côté superposée au déplacement mécanique.

comme illustré en figure III - 10a. En conséquence, l'incertitude de positionnement de la pointe dépend principalement de la qualité de la calibration de l'entraxe e entre les deux colonnes (indentation et optique), et de la précision du système de motorisation.

Le laboratoire AQ/LE du CNES dispose de deux bancs d'indentation instrumentée¹³ équipés tout deux d'une table dite « haute-performance ». Cette table est initialement prévue pour assurer un positionnement précis à 0,5 μm . Toutefois, compte-tenu de l'usure des moteurs et des mécanismes associés, cette précision est inférieure. L'évaluation de l'entraxe e (schéma III - 10) doit également être réalisée de manière régulière à l'aide d'une procédure spécifique. Des études menées au cours de plusieurs campagnes d'essais [Seguineau 06] ont permis d'évaluer l'imprécision globale du positionnement à environ 3 μm sur l'ancien système et à 1,5 μm sur le nouveau bâti.

L'utilisation d'une table piézo-électrique permet ici d'assurer un gain de performance appréciable. Il s'agit d'un module commercial distribué par Agilent Technology sous le nom de module « Nanovision™ ». Cette table s'insère comme porte-échantillon, sur la table mécanique, et permet d'assurer un déplacement de l'échantillon dans une fenêtre de 100 μm de côté. La précision d'une telle table est cette fois-ci nanométrique. Ce module a été initialement développé pour réaliser des topographies des empreintes résiduelles laissées par le poinçon. Pour ce faire, la pointe est posée sur la surface, avec une force suffisamment faible pour ne pas endommager l'éprouvette (rayage), et est maintenue en contact avec une raideur constante (régulation en boucle fermée) pendant que la table piézo-électrique est actionnée. Un résultat typique est présenté en figure III - 11a. Il s'effectue

¹³Modèles XP fournis par Agilent Technology.

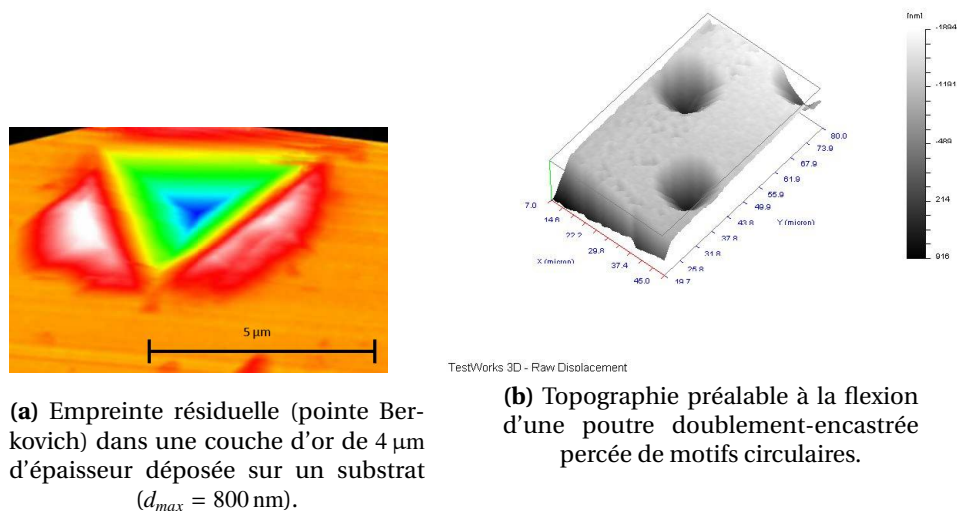


FIG. III - 11 – Différents cas d'utilisation du module NanovisionTM réalisés sur des structures en or fabriquées dans le cadre du projet MEMSFIAB.

séquentiellement après une indentation pour mesurer l'aire de l'empreinte résiduelle laissée par le poinçon tout en limitant l'influence d'une éventuelle recouvrance viscoélastique. Cette estimation est particulièrement importante pour certaines méthodologies de calcul faisant appel au rapport entre empreinte maximale et empreinte résiduelle pour la détermination des propriétés mécaniques du matériau sollicité¹⁴. L'obtention de cette topographie est également nécessaire pour évaluer la propension d'un matériau à former un bourrelet autour de l'empreinte [Cheng 04].

Dans le cas de la microflexion réalisée à l'aide du nanoindenteur, cette table devient particulièrement utile pour assurer le positionnement précis de l'éprouvette. La topographie de la surface est réalisée préalablement à l'essai, sur des motifs facilement identifiables (comme l'ancrage de l'éprouvette autoportante par exemple, ou d'éventuels motifs présents sur la structure, comme illustré en figure III-11b), de manière à localiser précisément le centre de la structure. L'application de la charge ponctuelle en vue de l'essai de flexion peut alors être faite.

Une deuxième utilisation de cette table peut être envisagée pour réaliser justement différentes mesures de raideur le long des axes de symétrie de l'éprouvette. Cette approche vise à exploiter les résultats présentés dans la section précédente; avec notamment l'apparition de la torsion (II.1.2.2), directement dépendante du coefficient de Poisson.

L'utilisation d'une table de positionnement piézoélectrique modifie l'approche expérimentale d'un essai de microflexion. Les déplacements de second ordre interprétés comme source d'incertitude sur la mesure du module d'élasticité E , car liés à l'imprécision d'une localisation à l'aide de la simple table mécanique,

¹⁴ Pour plus de précisions à ce sujet, se référer au chapitre I.3.1

sont désormais considérés comme des paramètres d'entrée de l'essai, dont l'étude peut mener à l'estimation de nouveaux paramètres, à l'instar du coefficient de Poisson ν .

II.1.4.2 Pointe Berkovich et pointe sphérique

Il est important de noter qu'en vue de limiter la déformation locale de l'éprouvette autoportante sous l'effet d'une application très localisée de la charge (indentation parasite de la face supérieure), il est envisageable d'utiliser un poinçon sphérique plutôt que pointu (de type Berkovich). L'impact de l'utilisation d'une telle pointe peut être estimé à l'aide des résultats obtenus dans le paragraphe II.1.2.1.

En effet, compte tenu des équations développées, la diminution de l'erreur commise sur l'estimation du module d'élasticité vaut, en fonction du rapport des rayons :

$$\frac{\delta_i(E)|_S}{\delta_i(E)|_B} = \left(\frac{R_B}{R_S} \right)^{1/3} \quad (\text{II.1.24})$$

où « S » et « B » désignent respectivement des grandeurs associées au poinçon sphérique et au poinçon Berkovich.

Or le rayon en bout de pointe pour les poinçons Berkovich utilisés dans le cadre de cette étude est estimé à environ 200 nm. La pointe sphérique possède un rayon qui vaut $R = 5,9 \mu\text{m}$. Dans ces conditions, l'utilisation de la pointe sphérique à la place d'une pointe Berkovich réduit l'erreur d'approximativement 68 %.

Considérons le cas d'une poutre en or dimensionnée pour avoir une raideur mesurée f de l'ordre de $f = 150 \text{ N m}^{-1}$. Le coefficient de Poisson de l'or pur vaut $\nu = 0,42$ (valeur bibliographique), et le module d'élasticité E mesuré par microtraction vaut approximativement $E = 80 \text{ GPa}$ (cf. partie III), le module du poinçon et son coefficient de Poisson sont respectivement $E_i = 1\,141 \text{ GPa}$ et $\nu_i = 0,07$. Le module équivalent, sous ces conditions vaut $E_{eq} \approx 89,5 \text{ GPa}$. Si l'on considère un déplacement d du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la poutre pour demeurer dans le cadre des petites déformations, à savoir $d = 4 \mu\text{m}$, l'erreur commise sur le module dans le cas de la pointe Berkovich vaut :

$$\delta_i(E)|_B \approx 1,25 \%$$

L'utilisation d'une pointe sphérique permet de réduire cette erreur à :

$$\delta_i(E)|_S \approx 0,41 \%$$

L'ordre de grandeur des biais introduits dans l'estimation du module d'élasticité par la non prise en compte de la pénétration du poinçon dans la matière est de l'ordre de 1 à 2 % dans le cas d'un indenteur Berkovich. Si une telle valeur apparaît trop importante au vue des autres sources d'incertitudes, il est alors possible d'utiliser une pointe sphérique qui réduit ce biais d'environ deux tiers.

Toutefois, la réalisation d'essais de microflexion à l'aide d'une pointe Berkovich se justifie pour plusieurs raisons :

- le changement de pointe sur le module DCM constitue une opération extrêmement délicate, qui remet systématiquement en cause l'intégrité même du banc de nanoindentation. En conséquence, la fréquence du changement entre une pointe sphérique et une pointe Berkovich (nécessaire pour réaliser des essais de nanoindentation « classiques ») doit être réduite au maximum.
- le positionnement de la pointe au centre de la structure s'effectue en réalisant une topographie de surface à l'aide de la pointe¹⁵. Cette topographie sera d'autant plus précise que le rayon de la pointe R est faible. L'utilisation d'une pointe sphérique introduit des imprécisions dans le positionnement du point d'application de la charge, ce qui se traduit par de nouvelles erreurs dans l'estimation du module.

Il est donc nécessaire, au cas par cas, d'évaluer l'imprécision introduite par la pointe Berkovich. Par exemple, dans le cas des poutres en or caractérisées par microtraction, la raideur f attendue est de l'ordre de 3 N m^{-1} pour les poutres les plus larges. L'erreur introduite sur l'estimation du module par la pointe Berkovich n'est alors pas supérieure à 0,2 %. L'utilisation de la pointe Berkovich se justifie donc largement dans ce cas.

II.1.4.3 Protocole d'essai

De manière générale, les principales étapes de la réalisation d'un test de microflexion à l'aide d'un nanoindenteur équipé d'une table de positionnement piézoélectrique se trouvent résumées par le diagramme III - 12.

Une variante à ces 5 étapes peut être utilisée, en particulier lorsque la poutre possède une largeur $w_u > 95 \text{ }\mu\text{m}$. Les deux bords libres de l'éprouvette ne sont alors plus accessibles par la topographie faite à l'aide du module de Nanovision¹⁶. Cette variante consiste à utiliser les résultats du paragraphe II.1.3, c'est-à-dire à utiliser la dépendance quadratique de la rigidité apparente en fonction du positionnement de la charge. La caractérisation de la poutre sera plus longue (plusieurs sollicitations requises) mais la précision de la localisation du centre est assurée. Le processus prenant en compte ces différents essais est présenté en figure III - 13.

Pour la localisation du centre, les étapes itératives sont répétées jusqu'à pouvoir localiser avec précision un extrémum sur les caractéristiques $f(x, y)$. Même dans le cas d'ancrages non parfaits, influençant les mesures de raideur, le centre de la structure sera repéré comme étant le point de la structure où :

$$\frac{\partial f}{\partial \delta_x} = \frac{\partial f}{\partial \delta_y} = 0 \quad (\text{III.25})$$

Cette démarche s'avère principalement utile pour le positionnement sur l'axe longitudinal de l'éprouvette ($\delta_y = 0 \text{ }\mu\text{m}$).

¹⁵Mode « pseudo-AFM » réalisé à l'aide de la Nanovision™, dont le principe est présenté au paragraphe II.1.3.

¹⁶Si la largeur de l'éprouvette a été préalablement mesurée, il est possible de se contenter d'un seul bord libre situé dans le champ. Toutefois, la précision de positionnement sera moindre, et la largeur maximale autorisée par une telle méthode ne dépasse pas $180 \text{ }\mu\text{m}$.

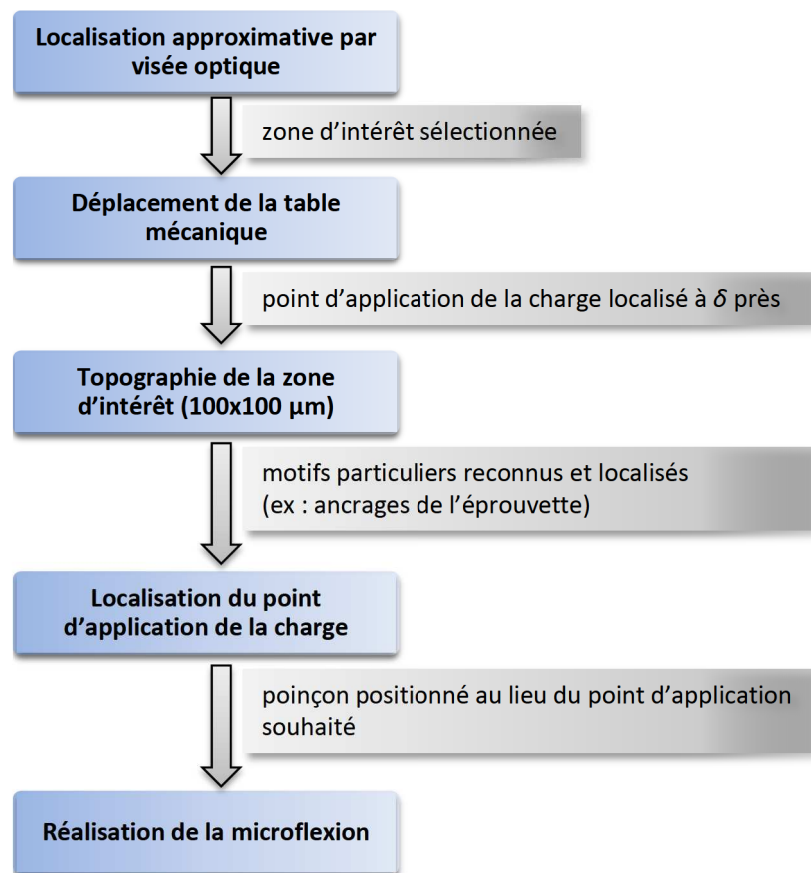


FIG. III - 12 – Déroulement d'un essai de microflexion réalisé sur une poutre de faible largeur ($w < 200 \mu\text{m}$).

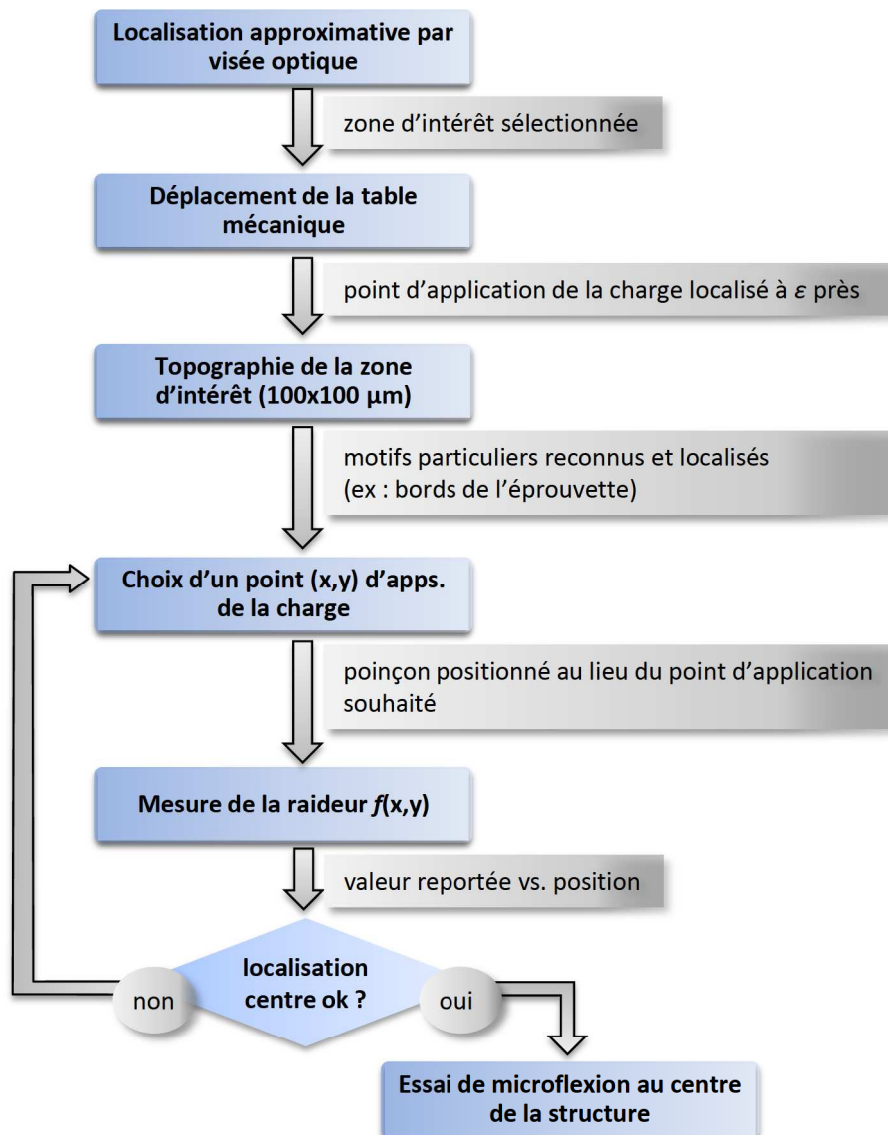


FIG. III - 13 – Multiplication des essais en faisant varier x et y de manière à localiser indirectement le centre de la structure.

Elle peut également être mise en œuvre pour déterminer le centre d'une structure ($\delta_x = 0 \mu\text{m}$) bi-encastrée, bien que souvent superflue (en effet, le positionnement mécanique permet une localisation de la charge avec une erreur inférieure à $3 \mu\text{m}$). Pour une telle précision de positionnement, l'équation II.1.23 indique que l'erreur relative sur le module sera supérieure à 1 % si la poutre fait moins de $100 \mu\text{m}$ de long. Et dans ce cas de figure, la table piézo-électrique permet d'obtenir un repérage direct du centre de la structure en réalisant une topographie avec les ancrages de chaque extrémité inclus dans le champ observable.

La mesure de la courbure induite par la torsion, de manière à évaluer le coefficient de Poisson ν , est également réalisée à l'aide de ce protocole expérimental.

II.1.5 Essais de microflexion : synthèse et ouvertures

La microflexion est une technique de caractérisation qui peut aujourd'hui être envisagée pour caractériser des structures et disposer d'une estimation fiable de certaines propriétés mécaniques. En particulier, de nombreuses difficultés expérimentales empêchaient jusqu'à présent une évaluation des propriétés élastiques des couches minces autoportantes avec une incertitude maîtrisée. La démarche adoptée s'est donc décomposée en plusieurs étapes distinctes.

Les différentes sources d'incertitudes ont été identifiées et se trouvent associées pour la plupart à des approximations dans le positionnement de la charge ponctuelle sur la poutre. L'utilisation du formalisme et des hypothèses de la résistance des matériaux, bien qu'insuffisante pour rendre compte de la complexité des géométries rencontrées dans les micro-technologies, permet toutefois d'émettre une première évaluation des relations entre positionnement et biais sur les mesures.

En particulier, la forme des équations de résistance des matériaux montre la possibilité d'utiliser certains de ces déplacements de second ordre pour estimer de nouvelles propriétés mécaniques, à savoir ici le coefficient de Poisson ν (équation II.1.15). Pour ceci, nous avons inséré une table piézoélectrique qui assure un positionnement nanométrique de l'échantillon sous le poinçon. Dès lors, ce qui était considéré comme une incertitude de positionnement est désormais un paramètre d'entrée.

La confrontation de ces équations avec une approche expérimentale (partie III) pondère néanmoins ces résultats, dans la mesure où la conception et la qualité des éprouvettes n'a pas permis une validation de cette approche. La simulation par éléments finis constitue également un outil qui sera très certainement nécessaire pour améliorer la modélisation de la déformation de poutres soumises à des sollicitations composées du type flexion-torsion.

Enfin, plusieurs pistes peuvent être évoquées quant à des améliorations en cours de développement ou envisagées :

- le banc d'indentation instrumentée est équipé d'un module harmonique qui analyse la réponse dynamique de l'échantillon à une sollicitation harmonique superposée

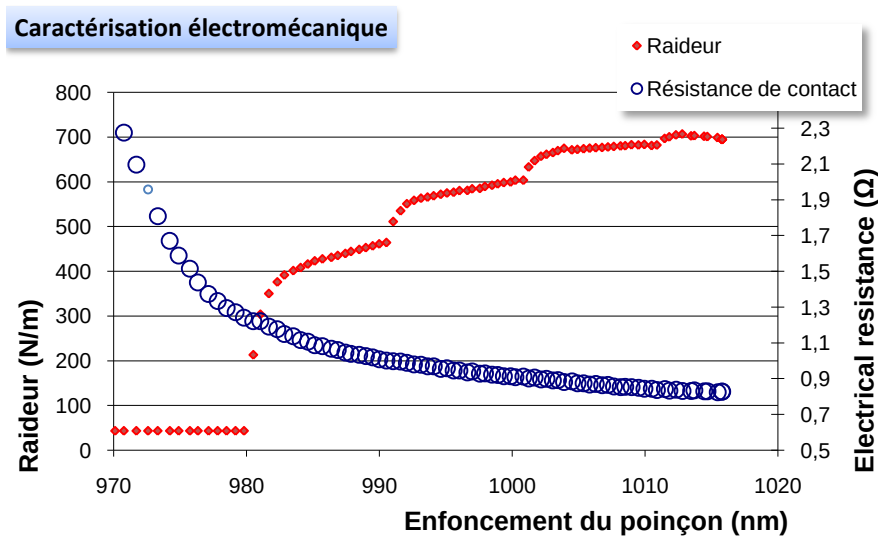


FIG. III - 14 – Caractérisation électromécanique d'un micro-interrupteur. Une charge ponctuelle est appliquée à l'aide du poinçon, et la résistance de contact est évaluée à l'aide d'une mesure quatre pointes et d'un multimètre synchronisé.

à la commande principale. L'utilisation d'un tel module ouvre des possibilités en terme d'études dynamiques de matériaux en couches minces, avec notamment des considérations à avoir sur la fiabilité de telles structures,

- un couplage avec une mesure électrique est extrêmement prometteuse pour la caractérisation électro-mécanique de structures particulières, à savoir les micro-interrupteurs. La pointe du nanoindenteur constitue un actionneur qui applique une charge mécanique connue au lieu d'un contact électrique entre une ligne de base située sur le substrat et la poutre qui constitue l'électrode mobile.

Une telle application a été mise en œuvre avec succès et a fait l'objet de plusieurs publications scientifiques¹⁷. Un exemple de courbe caractéristique est présenté en figure III - 14. Plus de détails sur le principe d'une telle caractérisation se trouvent en annexe A.4.

¹⁷Une thèse a été lancée sur cette thématique spécifique. Elle est réalisée par Adrien Broué, thèse CIFRE 515/2007.

BANC DE MICROTRACTION

Comme évoqué dans le chapitre I.3.3, l'essai de microtraction est une technique de caractérisation qui assimile toute la longueur utile de l'éprouvette (section S constante) à un élément de volume. Elle mène ainsi à une analyse directe du comportement mécanique du matériau. Outre les difficultés, déjà évoquées, inhérentes à la caractérisation d'éléments microscopiques, la mise en œuvre d'un tel essai reste difficile à maîtriser et nécessite des précautions spécifiques. Dans le cadre de cette étude, un banc de microtraction a été au cœur du développement d'un protocole expérimental original. Initialement développé par le laboratoire SIMaP, en collaboration avec des partenaires universitaires et industriels dans le cadre de plusieurs contrats de recherche¹⁸ et d'un projet ANR¹⁹, ce banc a fait l'objet de plusieurs modifications.

Compte tenu du manque de références sur cet essai mécanique, les évaluations de ses performances et de l'incertitude associée demeurent délicates. En particulier, la comparaison des résultats obtenus avec ceux issus de publications scientifiques demeure à un stade qualitatif. Ceci s'explique par le fait des disparités des solutions techniques retenues entre les différents laboratoires d'une part, et des variations importantes dans les matériaux utilisés d'autre part. Deux approches ont donc été retenues pour évaluer les performances de la platine :

- identifier de manière exhaustive les sources d'incertitudes en se référant au diagramme II - 1, puis apporter une solution technique et/ou quantifier l'influence de chacune de ces perturbations (évaluation des incertitudes de type B),
- créer, sur le même substrat, un ensemble d'éprouvettes permettant :
 1. de caractériser les incertitudes d'origine statistique (type A) en multipliant les essais sur le même matériau,
 2. de réaliser un comparatif de plusieurs techniques (nanoindentation, microtraction, microflexion, gonflement de membrane).

Les paragraphes suivants s'attachent à présenter le concept et l'originalité du banc de microtraction, puis à mettre en évidence l'ensemble des points qui ont été contrôlés pour la qualité de la mesure. La comparaison des résultats obtenus par les différentes techniques de caractérisation est exploitée dans la partie III.

Ces différents développements et contrôles ont également mené à la mise en place d'un protocole expérimental précis permettant de minimiser certaines erreurs et à réaliser des essais reproductibles, la première des causes identifiées sur l'arbre des incertitudes étant liée à la démarche suivie par l'opérateur.

¹⁸Avec notamment l'attribution d'un prix donation spécifique de la part de la société Intel pour les travaux de Michel Ignat sur le développement des essais de microtraction, et la participation au programme StressNet.

¹⁹Projet ANR blanc « microtraction » (2005-2008) et faisant intervenir l'INL, le SIMaP et la société Esterline-Auxitrol pour la réalisation des éprouvettes.

II.2.1 Description du banc de mesure

II.2.1.1 Concept et originalités

Plusieurs « stratégies » peuvent être adoptées pour la réalisation d'un essai de microtraction. Elles ont été brièvement décrites dans le chapitre I.2. L'un des objectifs de cette étude est de se doter d'un outil d'investigation élaboré aidant à la conception et au développement d'un microsystème. Il a également pour vocation de fournir des clefs de compréhension sur les liens fondamentaux entre les propriétés mécaniques et les conditions d'élaboration des films²⁰.

En conséquence, l'utilisation d'essais intégrés directement sur wafer, qui constituent une analyse au niveau composant, ne peut convenir à une recherche fondamentale. Nous nous sommes donc concentrés sur le développement puis l'utilisation d'un mécanisme actif permettant la réalisation d'une sollicitation uniaxiale, contrôlée, et d'une mesure de la réponse d'une éprouvette autoportante élémentaire. Cette platine a été réalisée selon une approche descendante à partir d'un essai de traction adaptable à un MEB [Ignat 96b].

De plus, la volonté de créer une platine de caractérisation évolutive et nomade, permettant notamment des mesures *in-situ* dans différents types d'environnement (microscope électronique à balayage, microscope à force atomique, chambre environnementale...) a constitué la principale ligne directrice de ce projet et a donc guidé en grande partie les solutions technologiques retenues. En effet, pour pouvoir utiliser cette platine dans la chambre d'un microscope électronique à balayage, la réalisation optimale de mesures *in-situ* du champ de déplacement nécessite que le faisceau demeure focalisé sur une partie précise de l'éprouvette.

Ce point du cahier des charges a donc naturellement mené à la réalisation d'une platine symétrique, en particulier pour l'application de la charge. Contrairement à un banc de traction macroscopique où l'un des deux mors est fixe, les deux mors de la platine de microtraction évoluent de manière symétrique, à l'aide d'un système reposant sur l'utilisation d'une longue tige filetée qui rapproche ou éloigne les deux paires de bras de la triangulation dont l'une est munie d'une bague taraudée, comme illustré sur le schéma II2 - 1. Il s'agit d'un principe similaire à celui de la plupart des systèmes de levage pour véhicule léger.

La recherche de cette symétrie guide également le choix d'une technologie d'éprouvette. Les éprouvettes semi-détachées, de par leur dissymétrie intrinsèque (figure I3 - 16b), ne permettent pas aisément de conserver un point fixe au centre de l'éprouvette. C'est pourquoi le système tel qu'il a été conçu fait appel à des éprouvettes symétriques dites « encadrées ». le point central demeure ainsi fixe, et facilite l'utilisation de techniques d'extensométrie optique, y compris pour de forts allongements (polymère, métaux avec ductilité élevée).

Dès à présent, il est nécessaire de souligner que la solution technologique mise en place pour le respect de cette condition de symétrie implique subséquentement des difficultés

²⁰En particulier, les conditions d'élaboration conditionnent la microstructure, et cette dernière — au vue de « l'effet de taille » tel que décrit dans la partie I.2 — impacte directement le comportement mécanique de la couche.

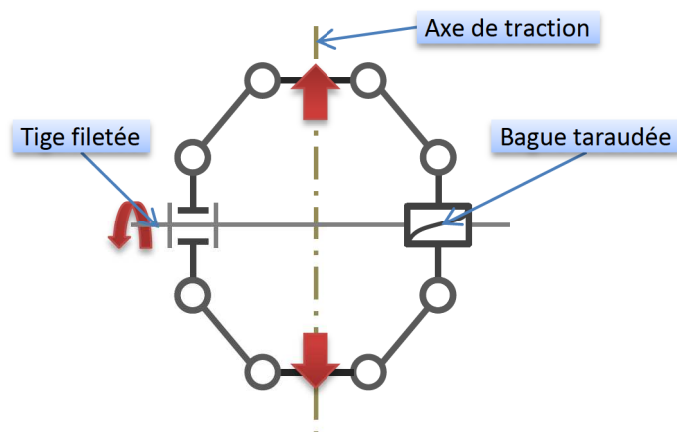


FIG. II2 - 1 – Schéma illustrant la cinématique du mécanisme qui réalise un essai de traction symétrique à partir de la rotation d'une tige filetée.

d'ordre technique qu'il sera important de prendre en compte : la grande souplesse dans la chaîne de mesure, la présence probable de jeux mécaniques, où encore la forte dépendance du mécanisme à des effets vibratoires parasites sont autant de difficultés qui ont été anticipées. Chacun de ces points a donc fait l'objet d'une étude précise, qui a mené à la mise en place d'un protocole expérimental permettant de minimiser certaines de ces erreurs. L'attention sera portée sur les risques encourus, et leurs éventuelles influences sur la qualité de la mesure.

La platine de microtraction qui a été utilisée dans le cadre de ces travaux est issue de plusieurs études dirigées par Michel Ignat. Le concept retenu pour la cinématique de la platine a notamment été validé avec succès [Ignat 96b, Ignat 96a] à l'aide d'un premier prototype présenté en figure II2 - 2 ; ces travaux [Ignat 01] ont ensuite ouvert la voie au lancement d'un projet ANR¹⁹ et à la présente étude.

Cette platine, équipée d'un capteur de force de 2 500 N permet de solliciter des éprouvettes métalliques en température. Plusieurs études ont également été menées sur des films minces déposés sur des substrats souples, avec une analyse de l'adhérence et de la décohésion des couches minces [Latella 04].

II.2.1.2 Outils de mesures

— Force —

L'essai de traction mesure une force et un déplacement de manière à fournir une estimation de la relation contrainte-déformation d'un élément de volume dV .

La mesure de force se fait à l'aide d'une cellule miniature²¹ montée en série avec l'éprouvette de microtraction. Dans le cadre de cette étude, deux capteurs ont été utilisés : 1,5 N et 40 N. À l'aide de ces deux capteurs, et compte tenu de la souplesse de la platine, il est possible de réaliser des mesures de la force précises entre zéro et un newton avec le capteur 1,5 N, et entre quatre et douze newton avec le deuxième.

²¹Modèle 11 de RDP Electronics Ltd.

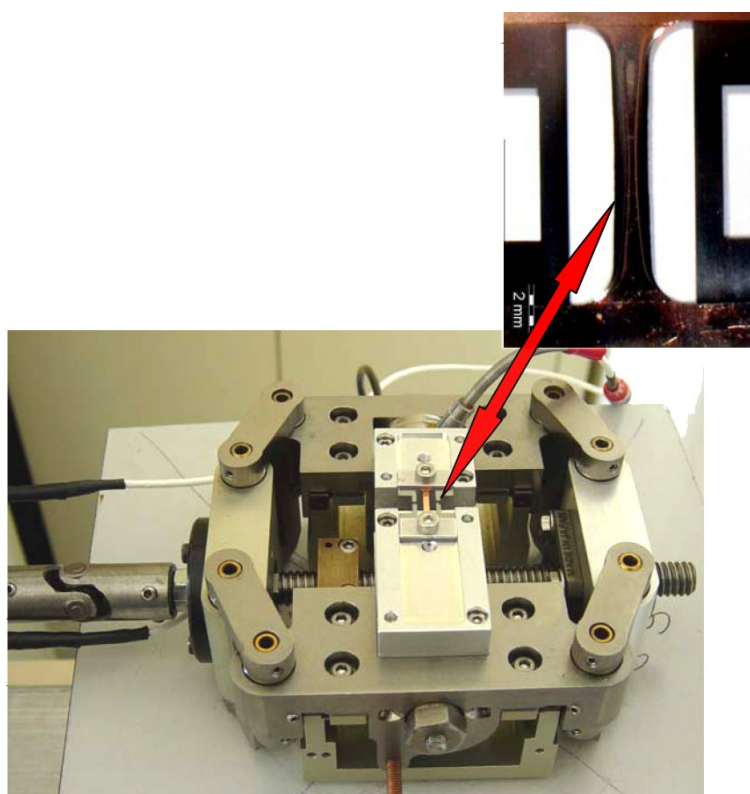


FIG. II2 - 2 – Premier prototype d'une platine de traction symétrique développé par Michel Ignat, Charles Josserond et Laurent Debove. La cinématique de l'essai est similaire à celle d'un système de levage pour véhicule léger.

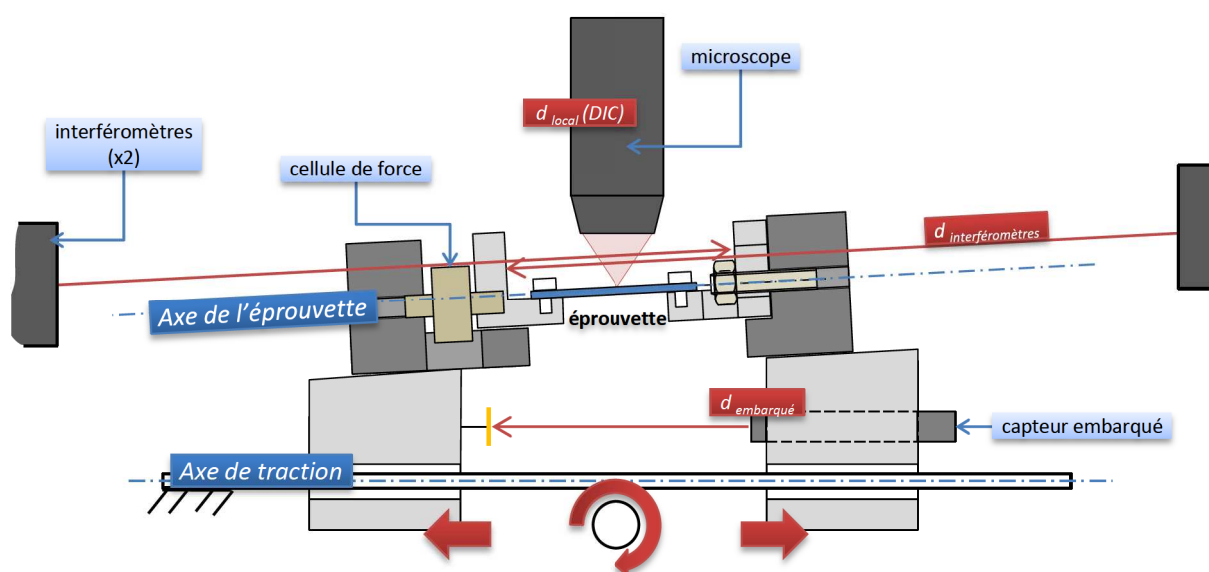


FIG. II2 - 3 – Illustration des différents moyens techniques mis en œuvre pour mesurer un déplacement, et ainsi remonter à un calcul de déformation. Le capteur embarqué se trouve aligné sur la glissière assurant le déplacement des mors, désignée par « axe de traction » et les interféromètres visent des cibles perpendiculaires à « l'axe de l'éprouvette ». L'angle entre les deux axes est désigné par angle « α ». Enfin, le microscope réalise une observation locale de l'éprouvette, et réalise une estimation dense du champ de déformation.

D'un point de vue géométrique, le capteur est composé d'un cylindre comprenant la membrane sensible, et de deux axes filetés. La tolérance géométrique sur l'alignement des mors est relativement large (du moins sur les capteurs qui ont été utilisés dans le cadre de cette étude), impliquant une forte probabilité d'une occurrence de déplacements hors axe liés à un mauvais alignement des deux mors. Des actions correctives ont donc été envisagées ; elles sont présentées dans le paragraphe II.2.2.1.

— Déplacement —

Comme évoqué dans la partie I.3.3, plusieurs approches peuvent être suivies pour réaliser ces mesures. En particulier, le champ de déformation se déduit de mesures de déplacement faites soit par extensométrie optique (DIC par exemple), soit partiellement à partir d'une mesure de déplacement globale — entre mors.

Dans la suite de cette étude, nous désignerons par « axe de traction » l'axe de translation de deux mors. En raison des incertitudes géométriques élevées, introduites notamment par le capteur de force, cet axe est de manière générale non confondu avec « l'axe de l'éprouvette », ou encore l'axe des mors. Cette distinction est schématiquement représentée en figure II2 - 3.

Capteur embarqué, une première solution : Dans sa version initiale, la platine de microtraction, utilisait un capteur de déplacement mesurant un taux de réflectance laser²². Cette technologie a été retenue pour plusieurs raisons : elle est adaptée aux larges plages de mesure souhaitées (de quelques microns à plusieurs millimètres), et la mesure de déplacement est peu sensible aux erreurs angulaires.

Plusieurs inconvénients ont toutefois été rencontrés lors de la phase de validation des mesures :

- ce capteur est excentré en raison de l'encombrement nécessaire pour les mors. Il se trouve aligné sur la glissière assurant la translation des deux parties du mécanisme désignée par « axe de traction ». La mesure de déplacement inclut donc l'allongement de l'éprouvette, la déformation du système d'attache des éprouvettes, la déformation du capteur de force, et, pour finir, la déformation subie par le bâti. Une telle chaîne de mesure rend délicate l'extraction de la déformation de la partie utile de l'éprouvette. De plus, la reproductibilité d'un essai à l'autre est perturbée par les désalignements nécessairement introduits par les interventions sur le capteur de force, qui induisent une erreur angulaire entre l'axe de traction et l'axe de l'éprouvette,
- d'autres inconvénients apparaissent, comme la sensibilité du capteur à un endommagement de la cible : une simple rayure ou une poussière peuvent perturber le taux de réflectance de la cible, et induiront nécessairement des dérives dans la mesure du capteur si ce dernier n'est pas très régulièrement ré-étalonné,
- de plus, le capteur laser se trouve à l'extrémité d'un renvoi coudé sur un câble blindé de diamètre $\Phi = 0,8$ cm. La rigidité de flexion de ce câble est suffisante pour venir perturber, même à grande distance, la dynamique de l'essai. En particulier, le déplacement du câble peut introduire sur l'enregistrement de la force des variations supérieures à 150 mN. Cette valeur est à comparer avec les 40 mN appliqués sur certaines éprouvettes d'aluminium autoportantes (résultats présentés en partie III),
- enfin, un autre inconvénient majeur de cette technologie est le rapatriement des données vers l'ordinateur, qui se fait via un port série (vitesse de transfert limitée, et information « noyée » dans une chaîne de caractères relativement longue). Ce point n'est pas critique pour des essais quasi-statiques, mais devient vite problématique dès que l'on souhaite dépasser 4Hz de fréquence d'acquisition (en particulier pour l'utilisation de l'étage piézoélectrique), ou pour des essais de relaxation et/ou fluage qui nécessitent l'utilisation d'une régulation en boucle fermée.

L'utilisation des interféromètres laser et l'utilisation d'une méthode d'extensométrie optique — la corrélation d'image — répondent en partie aux critiques soulevées pour le capteur embarqué.

²²Capteur laser à taux de réflectance Philtec D47.

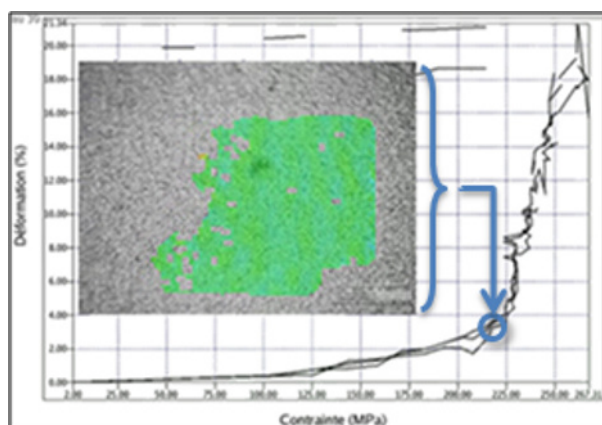


FIG. II2 - 4 – Exemple d'exploitation d'une analyse par corrélation d'image obtenu sur une éprouvette bicouche {Polymère+Cuivre}. Le médaillon représente le champ de déformation évalué au point de fonctionnement repéré sur la courbe caractéristique de l'essai.

Extensométrie optique : Dans le cas présent, deux méthodes sont utilisées en parallèle. La première consiste à réaliser une observation directe de l'éprouvette, par une acquisition cadencée de clichés, qui est ensuite analysée par corrélation d'image (DIC) pour obtenir une mesure dense des champs de déplacement et de déformation (un exemple de mesure obtenue par DIC est présenté en figure II2 - 4).

Le système d'acquisition²³ réalise des observations optiques avec un grossissement variant entre trente-cinq et sept mille fois (pour un écran 15 pouces). L'acquisition se fait en noir et blanc²⁴, avec une fréquence maximale de 1 Hz. Les éprouvettes les plus larges sont observées à l'aide d'un grossissement $\times 350$, et les plus étroites avec un grossissement $\times 700$.

Cette technique présente principalement deux avantages :

- l'observation d'une partie sélectionnée de l'éprouvette permet de réaliser une mesure de déformation qui n'est pas perturbée par les zones de transition où la section n'est pas constante. Ainsi, l'ensemble observé par corrélation d'image peut être classiquement assimilé à un élément de volume.
- l'obtention d'un champ dense de déplacement mène à la mesure non seulement de l'allongement axial ε_x mais également à une mesure de la contraction transverse ε_y . Il est ainsi possible d'avoir une estimation du coefficient de Poisson ν tel que défini par l'équation I3.36.

L'annexe A.6.1 présente, dans la configuration retenue dans le cadre de cet essai, une estimation de l'erreur de parallaxe qui peut être introduite par un système d'observation dont l'axe optique n'est pas rigoureusement parallèle à la normale du plan de traction. Le calcul de cette imprécision s'appuie notamment sur l'utilisation de la faible profondeur de champ inhérente aux systèmes optiques de type microscope. Avoir une image nette de l'éprouvette dans tout le champ garantit une certaine perpendicularité du plan de l'éprouvette à l'axe optique. Ainsi, l'erreur commise sur la mesure de déplacement ne dépasse pas 0,25 %. L'erreur

²³Il s'agit d'un microscope KH-7700 fourni par Hirox.

²⁴Format d'image : compression « tif », 8 bit, 1600x1200 pixels.

sur le module d'élasticité vaut également environ 0,25 %. Une telle amplitude justifie le choix d'utiliser une seule caméra pour les mesures d'extensométrie optique, et non pas un système complexe de triangulation à l'aide de deux caméras pour réaliser une stéréovision (comme dans le cas des essais macroscopiques).

Néanmoins, plusieurs inconvénients ont été rencontrés. Tout d'abord, la mesure du champ de déplacement ne se fait pas en temps réel ; et l'étape de post-traitement nécessaire pour l'obtention du champ de déformation s'avère pour l'instant relativement longue. De plus, sa mise en œuvre n'est pas systématiquement réalisable. En effet, elle nécessite, dans la configuration actuelle, une surface suffisamment contrastée pour pouvoir distinguer de manière unique deux ensembles de pixels différents. Dans le cas des éprouvettes métalliques, cette condition n'a pas été vérifiée.

Interférométrie laser : En tenant compte des remarques précédentes, il a donc été nécessaire de faire appel à une technique complémentaire, plus souple d'utilisation : l'allongement entre mors, à savoir une mesure globale de déplacement. Bien que plusieurs auteurs ne considèrent pas cette mesure comme suffisamment précise [Sharpe 08], des précautions ont été prises pour garantir la qualité des résultats (ces différents points sont détaillés dans la section suivante). Cette technique est d'autant plus avantageuse qu'elle permet de réaliser des mesures en temps réel, et qu'elle demeure simple d'utilisation. La mesure du déplacement se fait à l'aide d'un système d'interférométrie laser²⁵, composé de deux faisceaux opposés — ciblant chacun un mors — et d'une électronique réalisant le traitement du signal. Ce système fonctionne jusqu'à plusieurs kilohertz et est compensé en pression et en température.

La chaîne de mesure est considérablement réduite (notamment par rapport au capteur à taux de réflectance laser) : les cibles des faisceaux ont été ajoutées directement sur les mors, au plus près de l'ancrage des éprouvettes. Ainsi, l'allongement mesuré ne prend en compte que l'allongement de la partie autoportante et le glissement éventuel de la tête de l'éprouvette dans les mors — ce déplacement parasite ne se produit généralement pas²⁶ et son éventuelle présence liée à un défaut de montage est détectée lors d'une étape préliminaire de vérification de la rigidité du montage.

Un système d'alignement des faisceaux laser fait appel à la superposition d'un signal oscillant, et à l'analyse harmonique de la réponse captée. La figure de Lissajou correspondante et les pourcentages de taux de réflectance permettent, avant chaque essai, d'aligner les interféromètres sur l'axe de l'éprouvette — et non sur l'axe de traction comme pour le capteur embarqué. Ces capteurs de déplacement sont conçus pour fonctionner aussi bien sur des surfaces réfléchissantes que sur des surfaces mates.

Ces mesures étant sans contact, avec des sondes fixes extérieures au mécanisme, aucune perturbation n'est induite par les masses de l'instrumentation.

²⁵Vibromètres S-PS de SIOS, compatibles avec une mesure de déplacement oscillant jusqu'à plusieurs kilohertz.

²⁶L'application numérique faite au paragraphe I.3.3.2 illustre cette affirmation.

Enfin, deux logiciels sont fournis avec le système électronique. L'un permet la réalisation d'essais « quasi-statiques », jusqu'à une fréquence de 100 Hz tandis que l'autre permet de monter à plusieurs kilohertz en travaillant sur une analyse fréquentielle du signal reçu.

Dans le cas de mesures *in-situ*, les interféromètres ne peuvent plus être utilisés car ils nécessitent l'alignement de la platine de microtraction avec deux têtes de mesure externes. Dans ce cas de figure, le capteur de déplacement embarqué permet de réaliser une mesure moins précise, mais nécessaire au pilotage de la platine. En raison des inconvénients de ce type de capteur, il est principalement utilisé pour le pilotage et ne constituera pas la mesure principale de déplacement (mobilisation de techniques d'extensométrie lors des mesures *in-situ*, soit par AFM ou par imagerie électronique par exemple).

II.2.2 Qualification de la platine

La solution technologique retenue pour réaliser un essai de microtraction diffère de la plupart des platines qui sont décrites dans la littérature scientifique. De plus, dans la mesure où les éprouvettes ne proviennent pas des mêmes fournisseurs, la comparaison directe et quantitative des résultats obtenus s'avère délicate en raison de la disparité des propriétés mécaniques des couches minces. Il est donc délicat de se fier à la comparaison avec des valeurs publiées pour valider ou non les mesures fournies par le mécanisme utilisé dans le cadre de cette étude.

Pour répondre à cette problématique, une liste détaillée de l'ensemble des sources potentielles d'incertitudes sur l'évaluation des propriétés mécaniques a été réalisée, de manière à évaluer un possible biais sur les résultats (justesse de la mesure), et à corriger les erreurs introduites le cas échéant.

Les différents organes de mesure doivent être étalonnés et faire l'objet d'un suivi détaillé. En particulier, la configuration actuelle de la mesure de force fait appel à un capteur miniaturisé équipé d'une membrane piézoélectrique. Cette technologie est sensible à une déformation irréversible de la membrane qui peut introduire des décalages importants sur la mesure de force. De plus, il est important de quantifier les dérives du capteur en fonction des variations de température²⁷, et de manière plus générale, d'étudier l'impact des paramètres environnementaux sur la réponse du système complet.

Quant à la mesure de déplacement, plusieurs solutions technologiques sont utilisées pour répondre aux différents cas d'utilisation prévus pour la platine. Une étape du développement de la platine a donc consisté à s'assurer de la cohérence des mesures de déplacement entre chacune de ces solutions, et à évaluer les différentes démarches à adopter en fonction des mesures utilisées.

²⁷ Cette étape est particulièrement importante pour les cellules de force miniaturisées utilisées dans le cadre de cette étude.

II.2.2.1 Réponse à une perturbation

La maîtrise du déplacement des mors s'avère nécessaire pour assurer un état de contrainte uniaxial dans l'éprouvette : en effet, un éventuel déplacement gauche lors de la mise en charge peut induire des sollicitations parasites dans l'éprouvette (flexion, torsion, et un plissement lié à une rotation dans le repère défini en figure II2 - 5).

De ce fait, un alignement précis des deux mors constitue une étape primordiale et préalable à la réalisation d'un essai de microtraction.

Compte tenu de la conception de la platine, réaliser un alignement qui demeure stable est délicat. En conséquence nous avons adapté la procédure expérimentale pour optimiser l'alignement des mors lors d'une étape initiale à la campagne d'essais, et pour ensuite vérifier systématiquement la qualité de cet alignement lors de chaque essai.

En conséquence, plusieurs tâches ont été réalisées :

- des mors adaptés ont été usinés pour pouvoir régler l'alignement du mors non sensible sur l'axe du capteur de force²⁸. Cet alignement est réalisé au début de chaque campagne d'essais à l'aide d'un profilomètre optique,
- le protocole expérimental dans la mise en place de chaque essai a été adapté pour vérifier l'alignement des deux mors avant toute sollicitation,
- la robustesse du procédé²⁹ pour tout écart d'alignement a été évaluée de manière à fournir un ordre de grandeur des erreurs résultantes commises dans l'évaluation des propriétés mécaniques.

—— Alignement des deux mors ——

Deux mors ont été conçus pour permettre d'assurer mécaniquement — et de manière simple — un réglage en position du mors non sensible selon le principe exposé sur le schéma II2 - 5. D'un point de vue technologique, cette solution est réalisée à l'aide de deux vis de pression pour la translation verticale u_z et la rotation autour de l'axe de traction ω_x . L'appui plan et l'arrêt en translation selon l'axe transverse (axe y sur la figure) sont assurés par un serrage, à l'aide d'un boulon, du mors sur un plan perpendiculaire à l'axe de traction (appui plan de normale $\vec{u}_x$ et contact linéique sur l'axe de traction induisant $\dot{u}_y = 0$). La translation verticale est rendue possible par un trou oblong percé dans le mors. La solution technologique est décrite en annexe A.5.

Ces deux degrés de liberté s'avèrent nécessaires pour corriger les défauts de positionnement induits par le capteur de force. Ce dernier ne garantit en effet pas la coaxialité de ses deux axes filetés, et introduit par conséquent une erreur angulaire α entre l'axe de traction (assuré par une glissière à la base du mécanisme, constituée d'un rail et de plusieurs rouleaux) et l'axe de l'éprouvette assimilé à l'axe du mors (se référer au schéma II2 - 3). Cette erreur et la correction qui est apportée sur le mors non sensible sont illustrées en figure II2 - 6.

²⁸Par mors « sensible », on désigne le mors monté en série avec le capteur de force. Par opposition, le mors opposé est désigné par « non sensible » (cf. figures II2 - 5, II2 - 6.)

²⁹La robustesse est ici considérée comme étant la capacité d'un système à maintenir ses performances, malgré des changements dans les conditions d'utilisation ou la présence d'incertitudes liées à ses paramètres ou à ses composants.

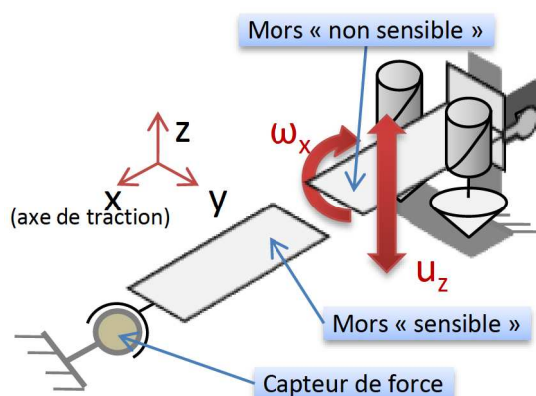


FIG. II2 - 5 – Présentation de la solution technologique retenue pour minimiser les écarts d'alignement entre les deux mors. Deux vis de pression assurent la possibilité de réaliser une rotation ω_x et une translation u_z . Il est donc possible d'assurer une coaxialité entre l'axe des mors sensible et non sensible et une coplanarité entre les deux plans des mors sur lesquels est arrimée l'éprouvette.

La courbure de l'éprouvette (contrainte en flexion) se trouve donc minimisée à l'aide des réglages possibles sur le positionnement du mors non sensible.

De plus, le degré de réglage ω_x assure le parallélisme des plans des deux mors. En effet, la position angulaire du mors sensible se fait manuellement, avec un arrêt en rotation par serrage d'un écrou dans le mors qui vient pincer l'axe fileté du capteur de force. La torsion dans l'éprouvette se trouve ainsi également minimisée.

— Robustesse des mesures —

Outre la minimisation des sollicitations parasites à l'aide d'une modification technique, la perturbation introduite sur l'évaluation des propriétés mécaniques par un écart d'alignement a été évaluée à l'aide d'une simulation par éléments finis. Pour ce faire, les paramètres d'entrée de la simulation ont été relevés sur la configuration optimisée de la platine par profilométrie confocale. Les écarts mesurés (topographie II2 - 7) sont représentatifs des conditions d'un essai. La différence de hauteur entre les deux mors est d'approximativement $30\ \mu\text{m}$, celui sur l'axe transverse y est négligeable.

La modélisation par éléments finis de l'éprouvette (code ANSYS) a été réalisée de manière à estimer les erreurs induites sur les mesures des propriétés mécaniques³⁰. L'éprouvette simulée est constituée d'un matériau supposé homogène, isotrope, et parfaitement élastique avec un module et un coefficient de Poisson représentatifs ($E = 70\ \text{GPa}$ et $\nu = 0,34$). Une section de $200 \times 1\ \mu\text{m}^2$ a été modélisée pour correspondre aux essais faits sur les éprouvettes en aluminium. Une comparaison a été réalisée entre un essai de traction sans défaut d'alignement, puis avec un défaut $\delta z = 30\ \mu\text{m}$ (résultats présentés en figure II2 - 8).

³⁰Cette simulation a également été utilisée pour évaluer l'influence d'une perte d'adhérence au niveau des ancrages. Les résultats sont exploités dans le paragraphe II.3.2.3.

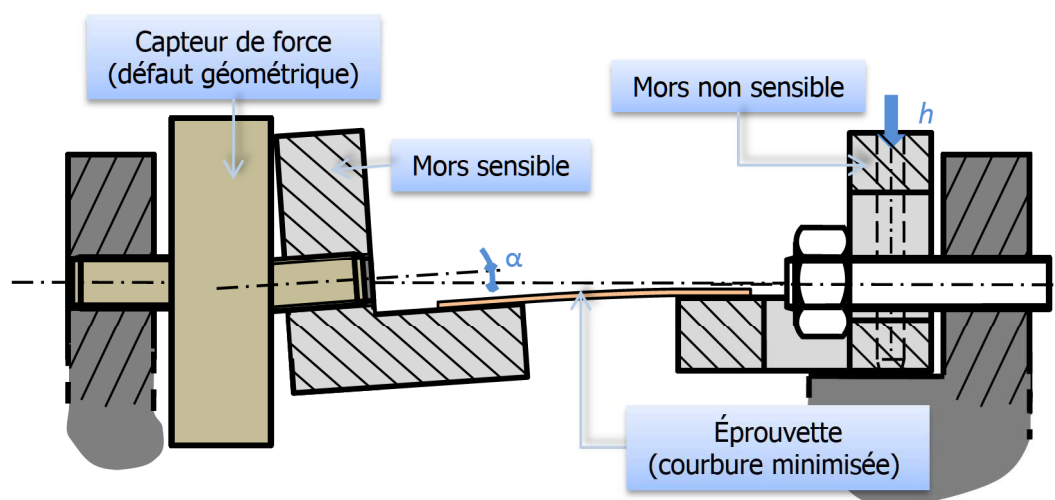


FIG. II2 - 6 – Défaut de coaxialité α entre les deux axes du capteur de force introduisant une flexion indésirable dans l'éprouvette. Le montage proposé permet un réglage en hauteur (u_z) du deuxième mors de manière à minimiser une telle flexion.

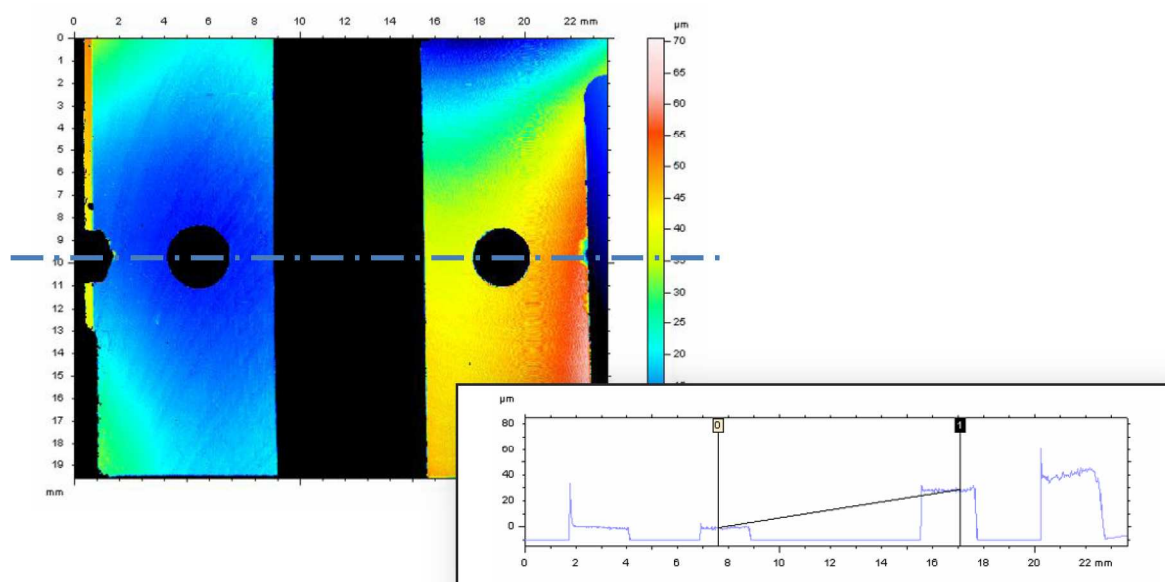


FIG. II2 - 7 – Topographie des mors effectuées à l'aide d'un profilomètre confocal (STIL) et profil extrait (axe des capteurs). La topographie a été redressée pour avoir le mors sensible plan. Le parallélisme entre les deux mors est suffisant (du moins pour la zone de fixation des éprouvettes) avec une différence de hauteur d'environ 30 μm .

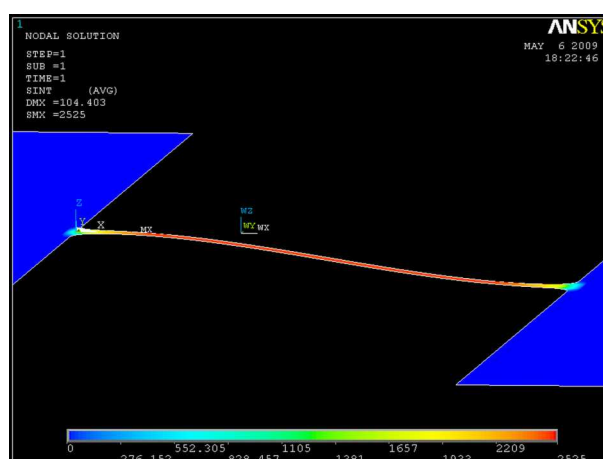


FIG. II2 - 8 – Simulation par éléments finis (ANSYS) d'un essai de traction sur une éprouvette de section $200 \times 1 \mu\text{m}^2$, de module $E = 70 \text{ GPa}$ considéré comme élastique et isotrope. Deux cas de figure ont été simulés : avec ou sans écart de hauteur entre les deux mors ($\delta z = 30 \mu\text{m}$). La figure représente l'état de contrainte dans le cas avec défaut d'alignement.

Un déplacement de $100 \mu\text{m}$ a été imposé sur une extrémité de l'éprouvette, et la contrainte maximale résultante est utilisée pour évaluer le module d'élasticité. Les résultats sont présentés dans la table II2 - a.

TAB. II2 - a – Résultats de la simulation par éléments finis : influence sur l'évaluation du module d'élasticité d'une erreur d'alignement. Les valeurs sont en GPa.

	E	E_{eq}
$u_z = 0 \mu\text{m}$	75,66	70,91
$u_z = 30 \mu\text{m}$	75,75	71,00

Cette table comporte deux colonnes, E et E_{eq} . En effet, la poutre simulée possède la même géométrie que les éprouvettes réelles sollicitées dans le cadre de ce projet ; le module E_{eq} correspond au module calculé en utilisant une longueur équivalente prenant en compte les zones de transition à double raccord³¹. La valeur corrigée vaut 70,91 GPa, soit un écart de 1,3 % par rapport à la valeur rentrée dans le modèle.

D'autre part, l'introduction d'une différence de hauteur de $30 \mu\text{m}$ entre les deux mors induit une composante supplémentaire dans le déplacement. L'allongement subi par l'éprouvette est donc plus important que dans le cas sans défaut. Toutefois, la mesure de déplacement, si elle est correctement calibrée, ne relève que la composante du déplacement parallèle à l'axe de l'éprouvette tel que défini sur le schéma II2 - 3, à savoir dans notre cas $100 \mu\text{m}$. L'écart d'alignement des deux mors se traduit par une variation de 0,12 % du module de Young, et la valeur obtenue ne s'écarte pas de plus de 1,4 % de l'entrée du modèle par éléments finis.

³¹Pour plus de précisions sur le calcul de cette longueur équivalente, se référer à la section II.3.

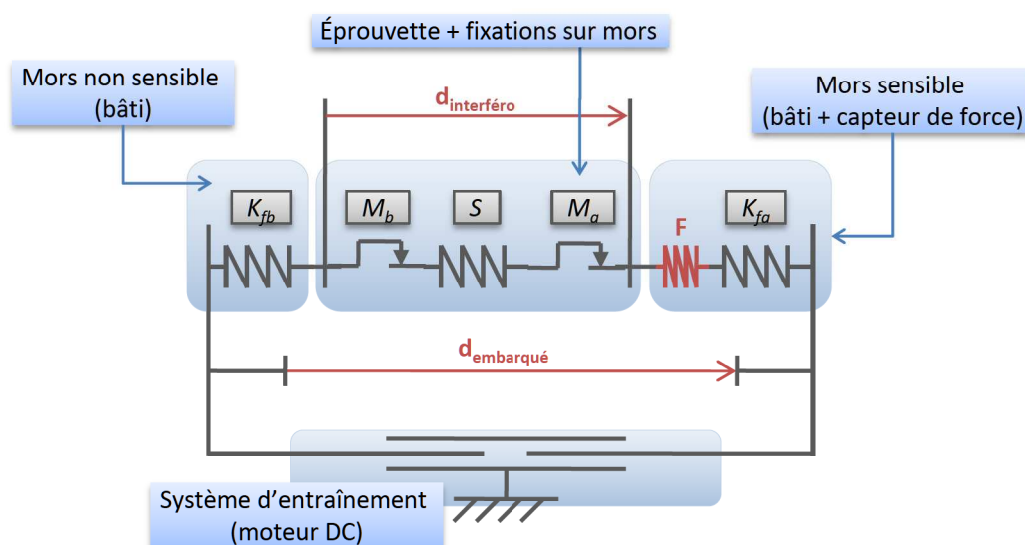


FIG. II2 - 9 – Schématisation d'un essai de traction : l'éprouvette et les différents organes de la platine sont représentés par des ressorts en série (S est la raideur de l'éprouvette, K_{fb} , K_{fa} et F sont respectivement celles du bâti côté « non sensible », du bâti côté « sensible »²⁸ et celle du capteur de force). Les deux patins M_a et M_b représentent le serrage de l'éprouvette sur les mors : en cas de mauvais serrage, il peut y avoir glissement à partir d'une certaine charge. Enfin, les deux capteurs de déplacement sont représentés : $d_{interfero}$ et $d_{embarque}$ sont respectivement la mesure fournie par les interféromètres et la mesure délivrée par le capteur à taux de réflectance.

Le système retenu pour l'alignement des mors fournit des résultats satisfaisants. En effet, une analyse de la platine dans des conditions normales d'utilisation met en évidence des variations d'approximativement $30\text{ }\mu\text{m}$ entre l'altitude des deux mors. Une telle variation de hauteur semble avoir un impact limité sur l'estimation du module, puisque la variation enregistrée entre les configurations idéale et réelle ne dépasse pas 0,12 %.

II.2.2.2 Rigidité de la platine

Dans le cadre des mesures globales de déplacement (interféromètres et capteur embarqué), il est nécessaire de prendre en compte la rigidité de la platine pour évaluer l'allongement réel de la partie autoportante de l'éprouvette. Cette rigidité est différente pour les deux capteurs. En effet, dans le cas des interféromètres laser, dont la cible est au plus proche de l'ancrage des éprouvettes, la chaîne de mesure est extrêmement réduite. En revanche, dans le cas du capteur embarqué, la chaîne est beaucoup plus grande.

Outre l'allongement de l'éprouvette, ce dernier capteur mesure l'allongement du capteur de force et la déformation des parties mobiles guidées sur la glissière. La raideur du bâti à prendre en compte dans l'estimation de l'allongement de l'éprouvette dépend donc du capteur de force qui est utilisé. Les chaînes de mesure de déplacement sont classiquement représentées par des ressorts en série, comme illustré sur la figure II2 - 9.

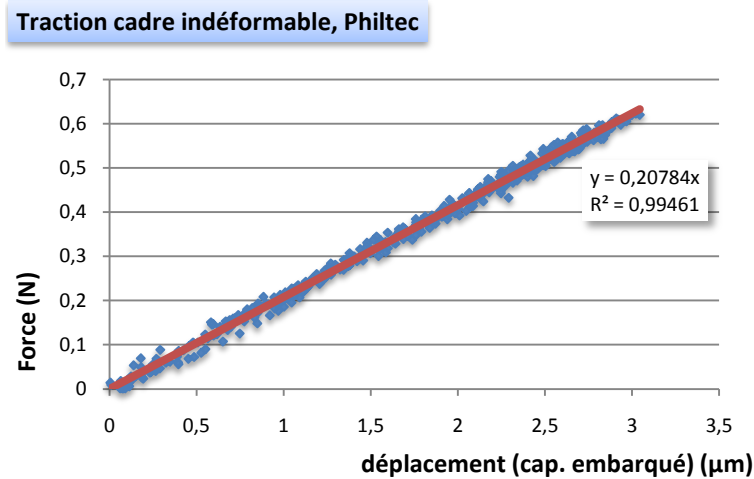


FIG. II2 - 10 – Essai de traction réalisé sur un cadre de silicium (indéformable) avec le capteur de force de 1,5 N. Le déplacement mesuré par le capteur embarqué correspond à la déformation de la chaîne de mesure, à savoir principalement le bâti et le capteur de force. La courbe présentée est un ensemble de trois cycles de charge-décharge complets. Aucune hystérésis n'est constatée, et la reproductibilité indique que les jeux dans le mécanisme ont été préalablement optimisés.

La dénomination choisie pour faire la distinction entre les différents cas de figure sera la suivante : ${}^A K_f^x$ avec x valant soit 1,5 soit 40 pour désigner le capteur de force utilisé, et $A = E$ ou I pour désigner respectivement le capteur à taux de réflectance laser (E pour « embarqué ») et les interféromètres laser. Ainsi, en se référant à la représentation rhéologique de l'essai II2 - 9, l'allongement de l'éprouvette dL (partie utile et zones de transition), sera fonction de la mesure d_A choisie :

$$dL = d_A - \frac{F}{{}^A K_f} \quad (\text{II2.1})$$

—— Rigidité apparente pour le capteur embarqué ${}^E K_f$ ——

Un cadre de silicium a été utilisé pour disposer d'une éprouvette infiniment rigide. Ainsi, le seul déplacement mesuré par le capteur embarqué est lié à la déformation du capteur de force et des parties mobiles du bâti. Les mesures effectuées sont reproductibles, et sont réalisées systématiquement pour chaque essai de traction. En effet, elles permettent de détecter la présence d'un éventuel défaut de montage de l'éprouvette qui se traduit par un glissement dans les mors (patins M_a et M_b). Un exemple de résultat est présenté en figure II2 - 10.

Une étude statistique sur des mesures de rigidité faites en parallèle des essais de traction sur l'aluminium montre que :

$${}^E K_f^{1.5} = 270 \pm 14 \text{ kN/m} \quad (\text{II2.2})$$

L'incertitude sur la mesure de cette raideur se propage sur l'estimation de l'allongement de

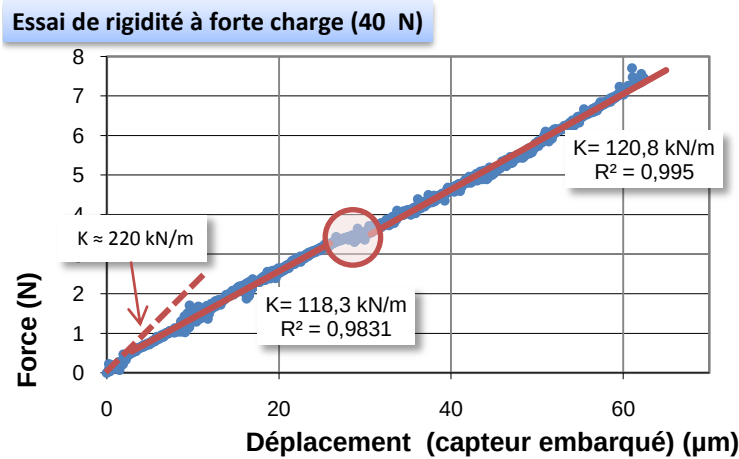


FIG. II2 - 11 – Mesure de rigidité effectuée avec le capteur de force 40 N (capteur de déplacement embarqué). On observe deux domaines distincts : le premier, pour des forces inférieures à 1 N, se superpose au domaine de fonctionnement du capteur de force 1,5 N. Le second domaine, que nous qualifierons de domaine à forte charge, présente également un comportement linéaire, mais avec une raideur apparente du mécanisme plus faible. Enfin, le cercle rouge souligne la présence d'un défaut dans la raideur du mécanisme, qui apparaît systématiquement sur l'ensemble des essais réalisés pour un niveau de charge appliquée aux alentours de 4 N.

l'éprouvette, et donc de la déformation, au travers de l'équation II2.1 :

$$\begin{aligned}
 U(d) &= \frac{\partial d}{\partial K_f} U(K_f) = \frac{F}{K_f^2} U(K_f) \\
 \Rightarrow u(\varepsilon) &= u(d) = \frac{K}{K_f} u(K_f) = \frac{SE}{L_0} u(K_f)
 \end{aligned}
 \tag{II2.3}$$

L'incertitude est donc maximale sur le domaine élastique. Elle vaut, dans le cas des éprouvettes d'or avec la section la plus large : $u(\varepsilon) \approx 1 \%$.

Dans le cas du capteur de force de 40 N, les mesures permettent d'évaluer cette rigidité à :

$${}^E K_f^{40} \approx 120 \text{ kN/m} \tag{II2.4}$$

En raison du faible nombre de mesures effectuées dans cette configuration, cette valeur demeure indicative. Un comportement reproductible a toutefois été constaté sur l'ensemble des essais réalisés dans cette configuration. La figure II2 - 11 est une courbe représentative, qui met en évidence deux domaines de raideur distincts. Le premier, qui correspond au domaine $[0; 1]$ N, qualifié par la suite de domaine « faible charge », présente une raideur élevée en accord avec les raideurs évaluées avec le capteur de 1,5 N. Le second, qualifié par opposition de domaine « forte charge », présente une raideur nettement plus faible (équation précédente), bien que la caractéristique soit linéaire. La décharge n'est plus superposée à la charge sur ce domaine, un déplacement résiduel est constaté.

Nous supposons qu'à partir d'un niveau de charge de l'ordre de quelques newtons (approximativement 2 N), un nouveau mode de déformation est activé dans la platine. La

présence d'un comportement irréversible orienterait l'explication vers un phénomène de glissement, ou éventuellement de rotation : nous composons un ensemble {vis-écrou} entre l'éprouvette et le mors « sensible » d'une part, et l'axe fileté du capteur de force d'autre part. Cette interprétation est en accord avec la variation des niveaux de charge seuil constatée pour ce phénomène entre deux campagnes d'essais (corrélation évidente avec la qualité du montage du mors par l'opérateur). De plus, un défaut systématique semble apparaître aux alentours de quatre newtons. L'origine de ce défaut est pour l'instant inconnue.

Des investigations plus approfondies sont ici nécessaires pour déterminer les causes de ce comportement dégradé, et apporter des éventuelles actions correctives.

La qualification de la platine, en terme de comportement mécanique, est validée sans réserve pour la réalisation d'essais de traction sur des couches minces autoportantes, c'est-à-dire avec des niveaux de charge inférieurs à 1 N. En revanche, pour les essais à plus fort niveau de charge, des précautions doivent être prises avec le mécanisme (alignement des mors et mise en place du capteur de force), et la qualification nécessite des campagnes supplémentaires. En particulier, nous recommandons de conserver à l'esprit la présence d'une non-linéarité dans le comportement de la platine aux alentours de 4 N lors de l'analyse d'un essai de microtraction.

—— Mesures de déplacement par interférométrie, rigidité ——

Compte tenu du fait que la chaîne de mesure des interféromètres laser est extrêmement faible, nous considérons en première approximation dans les différents calculs que la raideur de la partie du bâti incluse dans cette chaîne de mesure est infinie ; ce qui revient à affirmer que les mors ne se déforment pas : $1/K_f^{1.5} = 0 \text{ m/N}$ (cas illustré sur la figure II2 - 9).

Néanmoins, les essais ont mis en évidence un comportement anormal qui nécessite des investigations supplémentaires pour être clairement compris : **le déplacement diminue légèrement lorsque les niveaux de force augmentent** (illustration en figure II2 - 12), ce qui pourrait se traduire à priori par une raideur négative, avec une valeur absolue élevée.

Il est probable que ces déplacements négatifs, qui ne sont pas visibles sur les mesures issues du capteur embarqué, parallèle à l'axe de traction, soient liés à des mouvements angulaires parasites des mors (modification de l'angle α présenté sur le schéma II2 - 6). Ce déplacement angulaire pourrait être provoqué par un alignement passable de l'axe de la tige fileté entre le mors et le capteur, l'axe de l'éprouvette, et le point de focalisation du laser interférométrique. Toutefois, aucune variation de netteté significative (perte de focus liée à un déplacement suivant l'axe u_z) n'a été observée à l'aide du système d'observation optique, ce qui semble indiquer que ce phénomène est limité.

Dans la mesure où les déplacements constatés demeurent faibles — la valeur absolue de la rigidité est de l'ordre de $1 \times 10^6 \text{ N/m}$ — une rigidité infinie a donc été considérée pour l'ensemble des essais réalisés dans le cadre de cette étude.

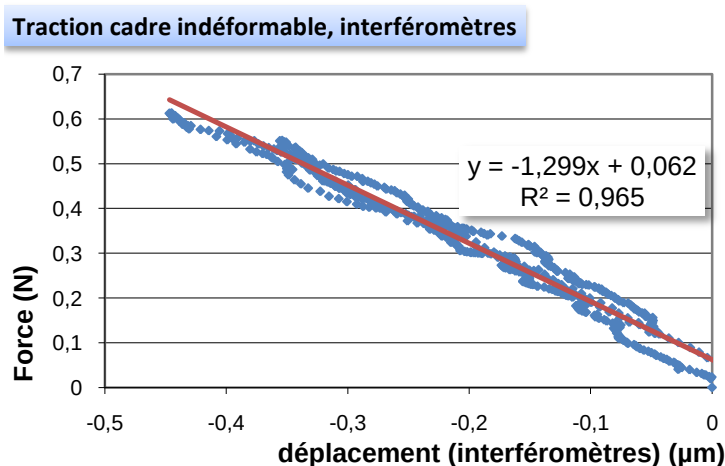


FIG. II2 - 12 – Essai de rigidité pour l'utilisation des interféromètres. Le déplacement apparent mesuré est négatif, avec une raideur supérieure à $1,3 \times 10^6$ N/m.

En l'état actuel, bien que cette rigidité négative ait été constatée de manière systématique, nous n'avons pas réalisé une étude détaillée de cette valeur, qui dépend à priori fortement de la configuration géométrique du montage (en particulier de l'alignement des mors et de l'orientation du défaut du capteur). Une étude statistique des différents essais de rigidité réalisés indique que cette mesure possède une forte dispersion (incertitude sur la valeur moyenne de l'ordre de 25 %).

Dans la mesure où cette correction est à apporter sur la souplesse du bâti monté en série avec l'éprouvette, le biais introduit sur les mesures du déplacement³² est directement proportionnel aux niveaux de force atteints. Nous pouvons en particulier écrire l'incertitude relative $u(d)_{K_f}$ liée à la non prise en compte de cette rigidité en utilisant l'équation générale II2.1 :

$$u(d)_{K_f} = \frac{F}{d} \times \frac{1}{K_f} = \frac{K}{K_f} \quad (\text{II2.5})$$

où K est la raideur de l'éprouvette. Cette valeur est directement proportionnelle à ses propriétés élastiques, sa section et à l'inverse de la longueur utile.

L'erreur commise sur le module d'élasticité par une non prise en compte de cette rigidité est donc :

$$\begin{aligned} u(E)_{K_f} &= u(\varepsilon)_{K_f} = \frac{K}{K_f} \\ &= \frac{SE}{L_0} \times \frac{1}{K_f} \end{aligned} \quad (\text{II2.6})$$

Dans le cas des éprouvettes en or dont la section est la plus élevée, la force maximale vaut approximativement $F_{max} = 0,6$ N, l'erreur commise résultante sur le calcul du module

³²Ce calcul est valable si l'on considère que la valeur numérique déterminée dans la configuration sur laquelle l'estimation a été faite est représentative d'une configuration typique.

d'élasticité vaut :

$$u(E)_{K_f} \approx 2,3 \%$$

Le même calcul effectué sur les éprouvettes d'aluminium les plus larges mène à une erreur relative maximale au niveau du seuil de plasticité et qui vaut :

$$u(E)_{K_f} \approx 0,9 \%$$

Si l'on tient compte de l'imprécision avec laquelle nous évaluons cette raideur du bâti K_f (nous considérons une valeur $K_{f\min} = 0,75K_f$, en accord avec la dispersion de mesure sur K_f), nous obtenons une maximisation de l'erreur commise sur les mesures de déformation (et de module d'élasticité) qui vaut :

$$\begin{array}{ll} \text{pour l'or :} & u(E)_{K_f} \approx 3 \% \\ \text{pour l'aluminium :} & u(E)_{K_f} \approx 1,2 \% \end{array}$$

En raison du manque de précision sur la connaissance de la rigidité du bâti et la valeur moyenne relativement élevée déterminée sur les différents essais réalisés, nous avons décidé de faire l'hypothèse d'un bâti indéformable pour les mesures de déplacement par interférométrie. Une telle approximation peut introduire des erreurs sur la mesure des déformations qui atteignent 3 % dans les cas les plus extrêmes.

Cette valeur, qui semble à priori plus élevée que celle commise sur le capteur embarqué, révèle un fait important : le capteur embarqué, en étant aligné sur l'axe de traction, n'enregistre qu'une « projection » de l'allongement de l'éprouvette sur cet axe. En particulier, cette mesure semble peu sensible aux déplacements hors axe.

La campagne d'essais associée au capteur de force de calibre supérieur (40 N) s'est terminée avant l'implantation des interféromètres laser. En conséquence, la rigidité du bâti au delà d'une charge de 1 N n'a pas été évaluée. Cette caractérisation sera utile pour :

- analyser plus en détail les phénomènes de rotations qui semblent à l'origine de la raideur négative ; il sera en effet possible, si cette hypothèse se confirme, d'augmenter les phénomènes de déplacement hors axe pour notamment mettre en évidence des non-linéarités dans l'estimation de la rigidité,
- comprendre l'origine des discontinuités dans la raideur du mécanisme mesurée à l'aide du capteur de déplacement embarqué.

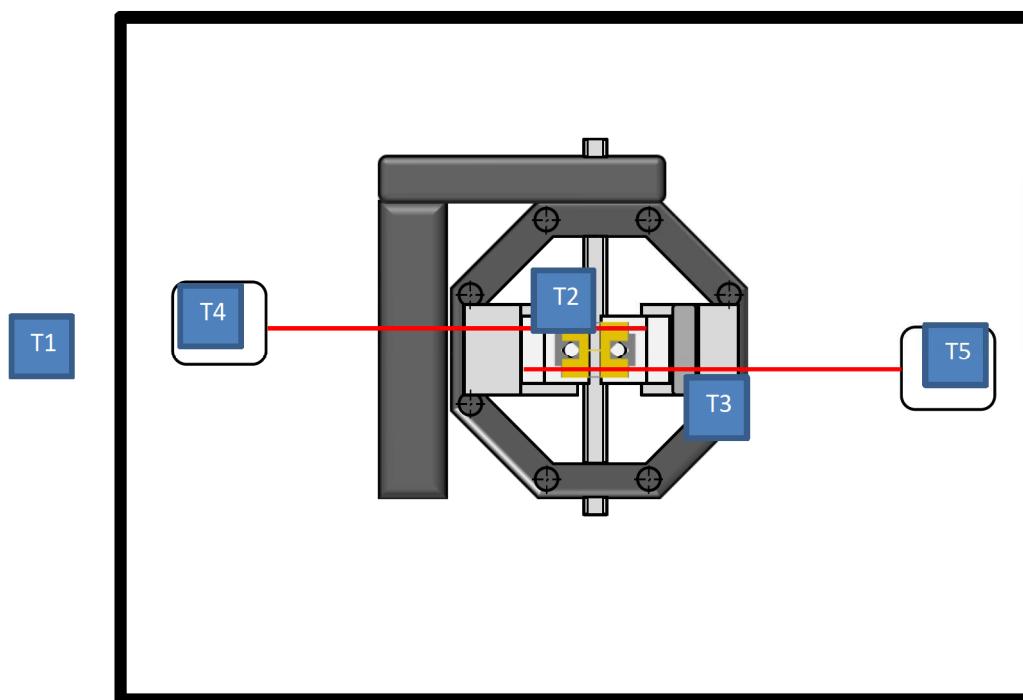


FIG. II2-13 – Schéma représentant le caisson de confinement, la platine de microtraction, et cinq thermocouples : T1 enregistre la température à l'extérieur de l'enceinte, T2 la température de l'éprouvette, T3 celle du capteur de force, T4 et T5 les températures à hauteur des têtes interférométriques.

II.2.2.3 Fluctuations de la température : influence sur les mesures

La maîtrise de l'environnement et de son impact sur l'outil de mesure est également l'un des points clefs de l'évaluation globale de la platine de caractérisation.

Dans cette optique, la platine de microtraction développée dans le cadre de cette étude a été placée dans une chambre confinée. À de telles échelles, les mesures de la force ou du déplacement sont en effet sensibles à l'influence des paramètres environnementaux, avec notamment la température qui constitue un paramètre particulièrement influant sur la qualité des mesures. Le présent paragraphe se propose donc de déterminer la signature thermique d'un essai, et d'étudier quelles sont les conséquences potentielles sur les données issues des différents capteurs (capteur de force résistif, et capteur de déplacement par interférométrie laser).

—— Variations de température ——

Un banc de mesure équipé de 5 thermocouples (référencés T1 à T5 sur la figure II2 - 13) a été utilisé pour instrumenter le caisson contenant la platine de microtraction. Le premier thermocouple (T1) a été positionné à l'extérieur de l'enceinte, et les quatre autres enregistrent respectivement la température du capteur de force (T2), de l'éprouvette (T3) et des deux têtes interférométriques (T4 et T5). Ces deux dernières étant relativement espacées de la platine, la disposition des thermocouples permet également d'obtenir une idée sur l'homogénéité des températures dans l'enceinte.

Les différentes courbes issues de cette caractérisation sont présentées en annexe A.7.

La température a été enregistrée sur plusieurs jours de travail. L'enregistrement A7 - 6 présente les variations de température enregistrées au cours d'une journée de travail représentative (égalité des températures initiales et finales).

La comparaison des courbes intérieures et extérieures à l'enceinte mettent en évidence l'absence d'isolation thermique efficace sur l'installation actuelle. En effet, le caisson joue un rôle sur la réduction des perturbations thermiques lors de l'essai, mais l'amplitude globale, sur une journée, est sensiblement similaire entre l'intérieur et l'extérieur ($\Delta T_{\text{ext}} \approx \Delta T_{\text{int}} \approx 6^\circ\text{C}$).



Le rôle du caisson d'isolement vis-à-vis de la température peut être assimilé à un filtre passe-bas.

Les variations de température les plus fortes ont été constatées le matin (*cf.* figure A7 - 6). À l'échelle de temps d'un essai de microtraction, le comportement thermique peut être considéré comme linéaire, caractérisé par une rampe de chauffe $\dot{\theta} = 0,01 \text{ K min}^{-1}$, ce qui se traduit par une variation d'environ 0,2 K pour un essai de 20 min. Une telle variation constitue la borne supérieure des amplitudes thermiques « naturelles » qui peuvent être enregistrées sur une durée voisine de celle d'un essai de microtraction. À ces variations doivent toutefois être ajoutées celles propres à l'échauffement local induit par les électroniques confinées, l'éclairage du microscope optique et le fonctionnement de la platine (microscope et moteur d'entraînement).

Un système de chauffage (lampe 50 ou 25 W) a été mobilisé pour étudier les réponses des capteurs de force et de déplacement. Trois essais ont été réalisés, avec des rampes de montée en température différentes. L'objectif de ces essais a été l'étude d'une éventuelle dépendance linéaire entre les variations de température et celles des capteurs, et la reproductibilité d'une telle dépendance.

Enfin, une dernière série de mesures de la température a été programmée, cette fois-ci en simulant un essai : hormis l'absence d'une éprouvette, toutes les conditions de l'essai et toutes les étapes du protocole expérimental ont été respectées. La source d'échauffement est donc cette fois-ci identique à celle constatée lors d'un essai de microtraction (électronique confinée, source d'éclairage du microscope, moteurs en rotation). Les données des différents capteurs, force et déplacement, ont été enregistrées avec la température (thermomètre fixé à

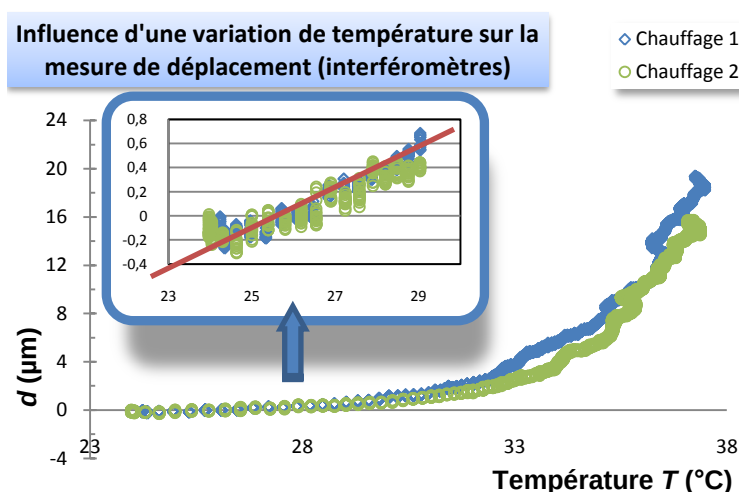


FIG. II2 - 14 – Variations de la mesure de déplacement en fonction de la température. L'encart présente une vue agrandie de la plage [24-26]°C dans laquelle les essais de traction sont réalisés. La caractéristique est considérée comme linéaire sur cette plage de fonctionnement.

proximité du capteur de force). Les dérives du capteur de force ont ainsi pu être estimées à l'échelle d'un essai.

—— Mesures de déplacement ——

Le capteur laser à taux de réflectance présente une forte dépendance aux variations de température. Dans la mesure où il est également dépendant de l'éclairage (en particulier, une forte sensibilité des mesures aux variations de focus du microscope a été observée) et à plusieurs autres facteurs, cette mesure est considérée, de manière générale, peu fiable et n'a été exploitée que lors de certaines phases de validation du fonctionnement de la platine de microtraction (cf. § II.2.1.2). Une analyse détaillée de l'impact de la température sur ce capteur n'a donc pour l'instant pas été réalisée³³.

En revanche, une telle étude a été réalisée sur les interféromètres lasers avec notamment l'évaluation de la sensibilité des mesures de déformation aux variations de température.

La figure II2 - 14 présente les variations enregistrées sur les capteurs interférométriques lors de la deuxième mesure (figure A7 - 7). Deux domaines distincts sont identifiables, de part et d'autre d'une température de transition aux environs de 30 °C. La température enregistrée au cours d'un essai de traction n'a jamais dépassé une telle valeur. La dérive en déplacement liée aux variations de température peut donc être considérée, de prime abord, comme linéaire. La dérive thermique correspondante θ_d vaut³⁴ :

$$\theta_d = 0,132 \pm 0,030 \mu\text{m/K} \quad (\text{II2.7})$$

³³Cette analyse sera nécessaire lors du développement des mesures *in-situ*, en fonction des environnements qui seront alors rencontrés.

³⁴Aucune hypothèse n'a été faite quant à l'origine de cette dérive. Compte tenu des échelles de déformation, il semble qu'il s'agisse d'une dilatation du banc de mesure, et non d'une dérive dans la mesure de déplacement qui est théoriquement compensée par l'électronique.

Une telle dérive se traduit par une variation sur les mesures de déplacement qui est négligeable en regard des amplitudes thermiques constatées lors d'un essai. En effet, l'écart introduit sur la mesure de déplacement induite par une non prise en compte de cette dérive thermique vaut :

$$\delta_{\theta}(d) = \theta_d \frac{\Delta T}{d} \quad (\text{II2.8})$$

Une étude du rapport $\Delta T/d$ sur différents essais montre que ce rapport est maximal dans les premiers instants de l'essai. Sa valeur moyenne se trouve approximativement à $2,5 \times 10^{-3} \text{ K}/\mu\text{m}$, et est toujours inférieure à $10 \times 10^{-3} \text{ K}/\mu\text{m}$. Pour une telle valeur, l'erreur relative sur la mesure de déplacement vaudra :

$$\begin{aligned} \delta_{\theta}(d)_{\text{max}} &\approx 0,13 \% \\ \delta_{\theta}(d)_{\text{moyen}} &\approx 0,03 \% \end{aligned} \quad (\text{II2.9})$$

Les dérives constatées sur la mesure de déplacement en fonction des variations de température sont très certainement dues aux dilatations thermiques des pièces mécaniques. Néanmoins, une étude quantitative de cette dérive montre la faible influence d'un tel phénomène sur les mesures d'allongement d'une éprouvette. Tant que les essais se dérouleront à température ambiante, la dérive de la mesure de déplacement θ_d ne sera pas prise en compte dans les calculs du champ de déformation. L'incertitude introduite sur la mesure des déplacements par une telle approche ne dépasse pas $u(d)_{\theta} = 0,15 \%$.

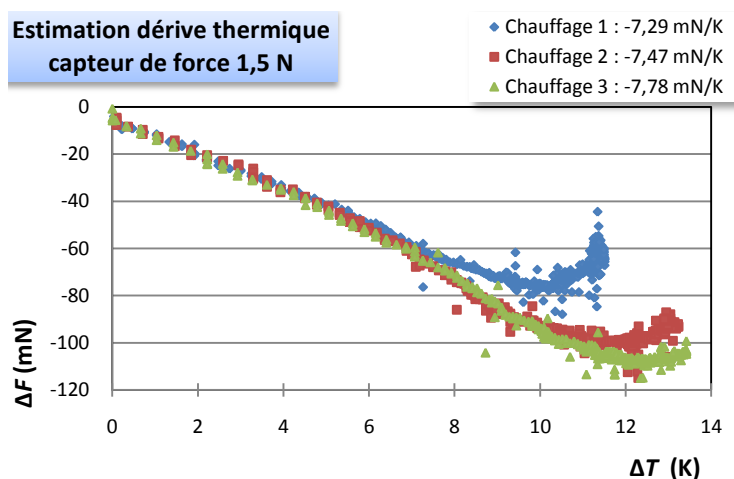
En conséquence, seules les variations des niveaux de contrainte seront considérées influentes sur la mesure des propriétés mécaniques.

—— Mesure de force ——

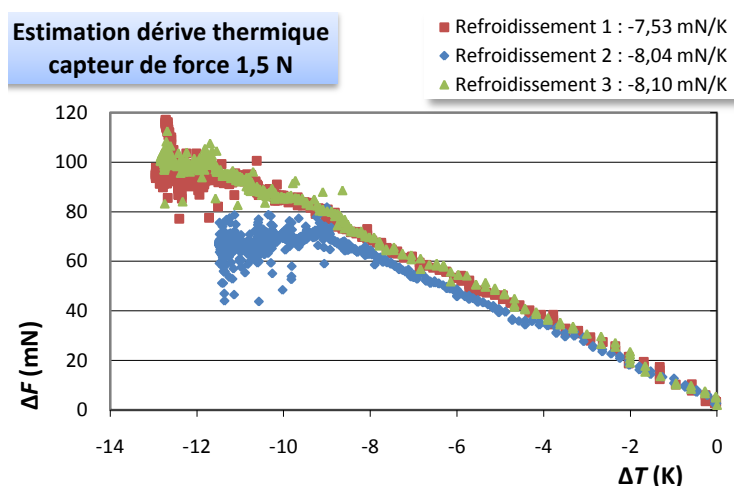
La technologie choisie pour la mesure de force fait appel à des microcellules résistives. La force est directement proportionnelle à la mesure de résistance électrique. Des études ont montré que seule cette technologie permet de répondre aux exigences de miniaturisation d'une part, et de précision d'autre part. Toutefois, ces technologies sont extrêmement sensibles à plusieurs paramètres environnementaux, dont les variations de température.

Le capteur de force utilisé pour la caractérisation de couches minces possède une amplitude de 1,5 N en pleine échelle (« Subminiature Load Cell, model 11 »)³⁵. Le capteur réalise des mesures dans la gamme de température $[-50^{\circ}\text{C}; 120^{\circ}\text{C}]$, tout en compensant — théoriquement — les effets de la température sur la plage $[15^{\circ}\text{C}; 70^{\circ}\text{C}]$. Toutefois, aucune information n'est donnée sur le temps de réponse de cette compensation. Lors d'un chauffage extérieur (variation de plusieurs degrés en quelques minutes), la reproductibilité de la variation de force en fonction de l'amplitude thermique est relativement bonne. En

³⁵ Deux autres capteurs (même modèle) permettent de réaliser des mesures respectivement jusqu'à 40 et 400 N.



(a) Dérive du capteur lors d'un chauffage



(b) Dérive du capteur lors d'un refroidissement

FIG. II2 - 15 – Mesure de la dérive du capteur de force (1,5 N) lors d'une variation de température. Mise en évidence d'une réponse linéaire et d'une auto-adaptation de la mesure après plusieurs minutes. Un décalage perdure toutefois.

revanche, pour des intervalles de temps supérieurs à 10 min, nous constatons une perte de linéarité dans la caractéristique force-température délivrée par le capteur.

Cette phase non linéaire est certainement due à l'électronique du capteur de force, qui est censée compenser les éventuelles variations de température. Toutefois, ce phénomène n'est pas décelable tant que les rampes de chauffe demeurent élevées. Une fois la température stabilisée, la compensation devient perceptible. Un décalage résiduel est constaté, même après plusieurs heures.

La moyenne des différentes mesures mène à l'estimation de la dérive de force liée à une variation de température sur le domaine linéaire de variation :

$$\theta_F = -7,50 \pm 0,67 \text{ mN/K} \quad (\text{II2.10})$$

Cette valeur est à comparer avec les niveaux de force atteints lors d'un essai de traction sur une éprouvette autoportante. Dans le cas d'une éprouvette d'aluminium pur de section $S = 1 \times 200 \mu\text{m}^2$, en considérant une contrainte ultime typique de 150 MPa observée dans le cadre de cette étude (*cf.* partie III), la force maximale atteinte vaut $F = 30 \text{ mN}$.

Dans de telles conditions, sans correction de la dérive thermique, une erreur de 10 % sur l'estimation des niveaux de contraintes dans l'éprouvette pourrait être introduite pour une variation de température d'à peine 0,4 K dans le cas des éprouvettes possédant la plus petite section (soit $S = 200 \mu\text{m}^2$).

Nous faisons ici plusieurs hypothèses pour prendre en compte la dérive thermique du capteur de force. Elles consistent à considérer que la caractéristique force-température demeure linéaire et reproductible à l'échelle de temps d'un essai de traction — c'est-à-dire à considérer que la compensation électronique du capteur fait preuve d'un comportement reproductible d'un essai à l'autre, ou que la constante de temps de cette régulation est bien supérieure à la durée d'un essai de microtraction. Une modification du protocole expérimental a été effectuée : un enregistrement continu de la température au cours de l'essai est réalisé. Il est cependant nécessaire de demeurer prudent compte tenu des non-linéarités constatées à partir de 10 min et du très faible niveau des variations de force.

Ces hypothèses sont d'ailleurs remises en question par les essais de traction à vide, pour simuler un échauffement lié aux conditions d'essai. La mesure de la dérive thermique du capteur de force sur cette campagne de mesure donne :

$$\theta_F = -10 \pm 7,5 \text{ mN/K} \quad (\text{II2.11})$$

Cette dispersion est très certainement liée à la compensation électronique des variations de température qui n'est pas reproductible d'un essai à l'autre. Le faible nombre de mesures est également une source majeure d'imprécisions, qui sera améliorée à l'aide d'une campagne extensive.

En conséquence, nous retiendrons la dérive obtenue sur des rampes de température à la cinématique plus rapide que le déroulement d'un essai de microtraction mais dont la dispersion est nettement plus faible : $\theta_F = -7,5 \text{ mN/K}$.

Cette dérive thermique du capteur de force θ_F sera prise en compte dans le calcul des niveaux de contrainte appliqués sur l'éprouvette sous la forme suivante :

$$\sigma_\theta = \sigma + \theta_F \frac{\Delta T}{S} \quad (\text{II2.12})$$

L'écart introduit sur les niveaux de contrainte par la prise en compte de la dérive thermique du capteur de force peut valoir jusqu'à 3,5 % sur certains essais (écart calculé à partir des niveaux de force maximum atteints sur des éprouvettes d'aluminium).

L'incertitude $U(\sigma)_\theta$ sur l'estimation des niveaux de contrainte induite par la dérive thermique, liée à l'imprécision de mesure actuelle vaut, par propagation des incertitudes :

$$U(\sigma)_\theta = \left| \frac{\partial \sigma}{\partial \theta_F} \right| U(\theta_F) = \frac{\Delta T}{S} U(\theta_F) \quad (\text{II.2.13})$$

où $U(\theta_F)$ est l'incertitude absolue sur la valeur moyenne de la dérive thermique du capteur de force.

La prise en compte de la dérive du capteur de force en fonction de la température peut se faire sur les bases d'une dérive valant : $\theta_F = -7,5 \text{ mN K}^{-1}$. Dans le cadre de cette étude, les niveaux de contrainte, lorsque la température est enregistrée, seront donc corrigés en utilisant l'équation suivante :

$$\sigma = \frac{1}{S} (F + dF_\theta \Delta T) \quad (\text{II.2.14})$$

Cette correction suppose que la dérive du capteur de force soit linéaire, et indépendante des vitesses de sollicitation. Néanmoins, les fortes dispersions constatées sur la mesure de cette dérive dans des conditions d'essais laissent à penser que cette hypothèse n'est pas nécessairement confirmée.

L'incertitude introduite par cette correction demeure élevée, c'est-à-dire de l'ordre de grandeur du biais ainsi corrigé. Une évaluation statistique de cette dérive sera indispensable pour améliorer les incertitudes de mesures liées à l'influence de la température sur les niveaux de contraintes.

Enfin, il est important de souligner que si, malgré l'étude statistique, la dérive thermique du capteur de force s'avère toujours aussi peu reproductible, la qualité des mesures sera assurée par un contrôle accru de l'environnement (principalement au travers de la réduction des variations de température au niveau du capteur de force).

II.2.3 Synthèse et incertitude de mesure composée

Les développements réalisés ont considérablement réduit l'incertitude du processus expérimental. Les actions développées se sont principalement concentrées sur la prise en compte des sources d'incertitudes liées au *moyen* et au *milieu*.

En ce qui concerne le *milieu*, il a principalement été question de la prise en compte des variations de température sur la précision des informations délivrées par les différents capteurs. Un caisson d'isolement a été construit pour éviter des variations thermiques trop brusques, et éventuellement en limiter les amplitudes sur la durée d'un essai de microtraction.

L'influence sur la mesure de déplacement a été négligée, ce qui se traduit par une incertitude maximale sur les déformations constatée qui vaut :

$$u(\varepsilon)_\theta = 0,15 \%$$

L'influence sur le capteur de force est plus importante. Néanmoins, en raison de la compensation électronique du capteur, la relation entre température et niveau de force n'est pas linéaire, et le facteur temps intervient. La large incertitude sur la dérive thermique du capteur implique une incertitude élevée malgré la correction proposée sur l'estimation des niveaux de contrainte :

$$u(\sigma)_\theta = 3,5 \%$$

Pour les incertitudes liées au *moyen*, les principales sources d'imprécision proviennent de la déformation du bâti et de la précision de l'alignement des mors. Le rapport signal sur bruit est également important, en particulier pour le capteur de force. L'incertitude absolue du capteur de force (indications fabricant) vaut $U^B(F) = 0,5 \text{ mN}$. Pour les sections les plus faibles sollicitées dans le cadre de cette étude ($S = 1 \times 200 \mu\text{m}^2$), si l'on considère les niveaux de force atteints au seuil d'écoulement plastique ($F = 55 \text{ mN}$) l'incertitude relative résultante sur les niveaux de contrainte vaut :

$$u(\sigma)_F = 1 \%$$

La rigidité du bâti dépend du capteur de force choisi, et du capteur de déplacement considéré. La rigidité du bâti a été évaluée dans trois configurations différentes. Des campagnes supplémentaires sont toutefois nécessaires pour quantifier l'incertitude liée à l'emploi de forces supérieures à 1 N et à la déformation du bâti associé. Nous avons donc une borne supérieure de l'incertitude associée à la déformation du bâti pour les mesures de déplacement faites par le capteur embarqué :

$$u(\varepsilon)_{K_f}^E = 1 \%$$

Dans le cas des capteurs interférométriques, la rigidité du bâti est nettement plus élevée, puisque la chaîne de mesure du déplacement se trouve considérablement réduite. En raison de déplacements hors axes encore mal expliqués, nous observons une rigidité apparente légèrement négative, et dont la valeur est peu reproductible. Nous avons donc considéré cette rigidité comme infinie, en sachant que nous commettons ici une erreur sur la mesure de déformation. Cette erreur est maximale dans le cas de l'or et vaut :

$$u(\varepsilon)_{K_f}^I = 3 \%$$

Enfin, la mesure, sans être perturbée en elle-même, peut, en cas de désalignement par rapport à l'axe de l'éprouvette, ne prendre en compte qu'une portion du déplacement. Les travaux effectués sur les mors mènent toutefois à un alignement correct des deux mors, avec un écart de hauteur entre les deux estimé à environ $30 \mu\text{m}$. Une telle différence de hauteur implique une erreur sur les calculs d'allongement qui vaut environ :

$$u(\varepsilon)_{u_z} \approx 0,15 \%$$

L'incertitude composée, intervenant sur l'estimation des propriétés mécaniques, fait donc intervenir les incertitudes qui viennent d'être citées. C'est ainsi que nous pouvons

estimer l'incertitude sur les niveaux de contrainte d'une part :

$$u(\sigma) = \sqrt{\sum_i u(\sigma)_i^2} \approx 3,6 \% \quad (\text{II2.15})$$

où les u_i sont les incertitudes élémentaires.

De même, l'incertitude sur les mesures de déplacement vaut :

$$u(\varepsilon) = \sqrt{\sum_i u(\varepsilon)_i^2} \approx 3 \% \quad (\text{II2.16})$$

Les incertitudes sur les différentes propriétés mécaniques sera ainsi fonction des équations sollicitant σ et ε . Par exemple, dans le cas du module d'élasticité, nous pouvons actuellement estimer que les incertitudes liées aux incertitudes du *milieu* et du *moyen* valent :

$$u(E) = u(\sigma) + u(\varepsilon) \approx 6,6 \% \quad (\text{II2.17})$$

Nous avons identifié les deux principaux points qui nécessitent un effort pour améliorer cette incertitude. Pour les mesures de déplacement, il s'agit de mieux quantifier la rigidité du montage, en considérant en particulier l'influence de l'entraxe entre les axes du capteur de force, de l'éprouvette et des faisceaux laser. Pour les mesures de force, il s'agit d'améliorer la prise en compte des dérives thermiques du capteur, en particulier en considérant les constantes de temps des corrections électroniques du capteur d'une part et en améliorant l'isolation thermique du banc de microtraction d'autre part.

Dans cette partie, nous avons principalement étudié les facteurs relevant de la *méthode*, du *milieu* et du *moyen*.

L'objectif, *in-fine*, du développement du banc de microtraction, est de disposer d'un moyen de caractérisation suffisamment juste et fidèle pour mettre en évidence des variations dans la *matière*. À cet égard, le chapitre suivant, en décrivant les développements liés aux éprouvettes, présentera ainsi comment certaines incertitudes et erreurs liées à la géométrie — et plus généralement à la qualité — des éprouvettes ont également fait l'objet de travaux particuliers pour diminuer l'incertitude composée globale.

ÉPROUVETTES SPÉCIFIQUES

Quelle que soit la technique de caractérisation mécanique considérée, la maîtrise des éprouvettes constitue l'un des éléments essentiels pour connaître et diminuer les incertitudes sur la détermination des propriétés mécaniques. En effet, les incertitudes sur les dimensions géométriques induisent des erreurs non négligeables (cf. § I.3.3), la présence d'éventuels défauts crée des amorces de rupture, et une géométrie inadaptée (celle des zones de transition dans le cas de l'essai de traction par exemple) introduit des concentrations de contraintes qui entraînent une rupture prématurée de l'éprouvette.

Ce chapitre présente les différents points relatifs à l'éprouvette, à la *matière*³⁶, et qui ont fait l'objet d'une étude pour évaluer l'impact sur les propriétés mécaniques. Trois ensembles d'éprouvettes sont présentés : un assemblage bicouche {polyimide, cuivre} et deux structures autoportantes, constituées respectivement d'or électrolytique (avec une gravure du silicium par une technique DRIE) et d'aluminium pulvérisé (gravure KOH).

II.3.1 Choix et optimisation d'une géométrie

II.3.1.1 Cahier des charges

La recherche d'une symétrie dans l'essai de microtraction — nécessaire pour les observations *in-situ* — se fait tant au niveau de la platine qu'au niveau de la conception des éprouvettes. De ce point de vue, les éprouvettes « semi-détachées »³⁷ ne sont pas adaptées à une telle analyse. Les éprouvettes utilisées doivent être symétriques, et sont par conséquent détachées du wafer. Une manipulation individuelle de chaque puce est nécessaire, et s'effectue à l'aide d'un système qui la rigidifie avant l'essai.

Ces différents besoins nous ont menés à utiliser un concept d'éprouvette encadrée, telle qu'utilisée par certains chercheurs comme Cornella ou Dawskart [Cornella 99]. Un exemple de réalisation est présenté en figure II3 - 1. Un cadre rigide de silicium assure la rigidité nécessaire ; il est sectionné une fois l'éprouvette prête.

II.3.1.2 Optimisation de la géométrie

— Optimisation par éléments finis —

Pour éviter des concentrations de contrainte à proximité des encastres, un raccord en quart de cercle a d'abord été utilisé pour un premier lot d'éprouvettes³⁸. Malgré cette disposition, des concentrations de contrainte étaient toujours présentes, induisant une rupture prématurée des échantillons. Les travaux d'optimisation menés au sein du laboratoire lyonnais ont aboutis sur une nouvelle géométrie en vue de diminuer ces

³⁶En référence à la classification « 5M » des sources d'incertitude présentée dans l'introduction de la partie II.

³⁷Pour une définition précise de cette catégorie d'éprouvette, se reporter au paragraphe I.3.3.2.

³⁸Ces éprouvettes ont été fabriquées dans le cadre du projet ANR blanc « Microtraction » initié entre le SIMaP et l'INL.

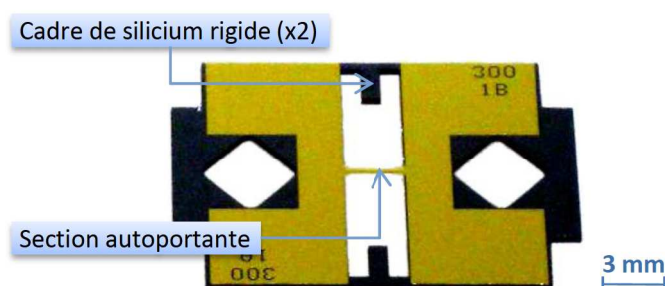


FIG. II3 - 1 – Exemple d'éprouvette encadrée : film d'or électrolytique déposé sur un substrat silicium. Le cadre de silicium assure la rigidité nécessaire à la manipulation de l'éprouvette, il est découpé juste avant l'essai de traction sur la partie autoportante (fabrication LAAS).

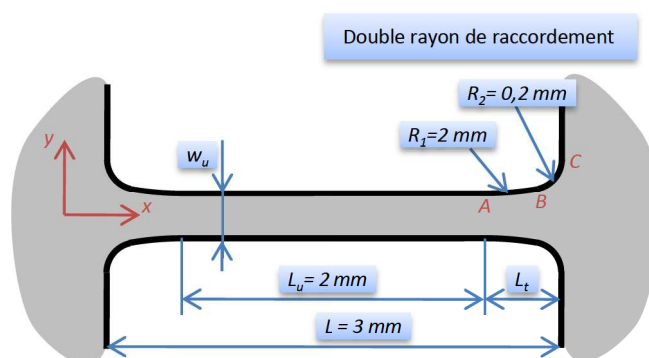


FIG. II3 - 2 – Géométrie d'éprouvette à double congé pour une réduction des concentrations de contrainte dans les zones de transition. R_1 et R_2 sont les rayons des congés de raccordement, x_B est l'abscisse du point de raccordement B , L_t est la longueur de transition. w_u et L_u sont respectivement la largeur et la longueur de la partie utile. En conséquence, la longueur totale L est égale à : $L = L_u + 2 L_t$.

concentrations à l'aide d'un double congé de raccordement [Malhaire 07]. La géométrie finale issue d'une optimisation par éléments finis est présentée en figure II3 - 2.

La réduction des concentrations au voisinage des encastrements a été quantifiée à l'aide d'une modélisation par éléments finis. Les résultats, illustrés sur la figure II3 - 3, ont mis en évidence un gain d'environ 10% par rapport à un simple quart de cercle sur les niveaux de contrainte maximum et de 27 % par rapport à une éprouvette avec encastrements droits [Malhaire 09].

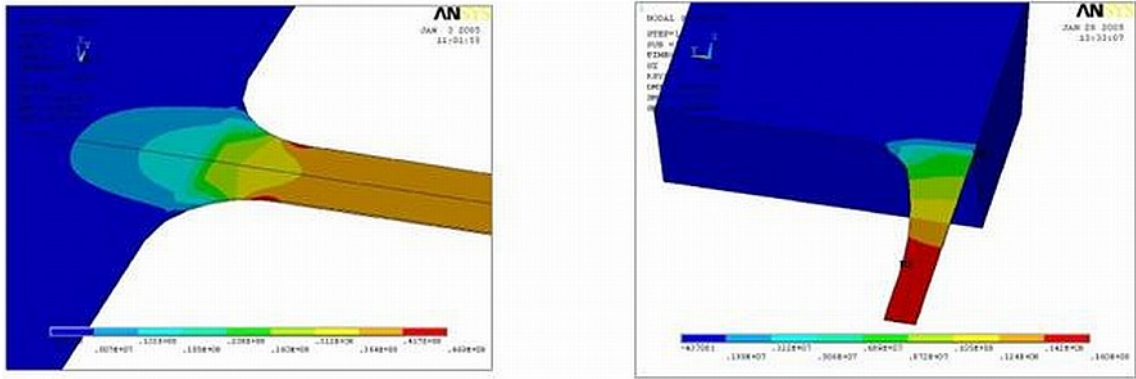


FIG. II3 - 3 – Simulation par éléments finis (ANSYSTM) pour évaluer l'impact d'un double congé sur les concentrations de contrainte dans une éprouvette de microtraction.

Modélisation analytique

Créer une zone de transition sur l'éprouvette implique l'introduction d'une non uniformité du champ des contraintes pour l'évaluation des propriétés mécaniques. Il est donc nécessaire de ne considérer qu'une partie de l'éprouvette où la section demeure constante, en particulier pour la mesure du déplacement ; ou bien d'apporter les corrections nécessaires à une mesure globale de déplacement. Cette difficulté est inhérente au fait que la mesure de l'allongement de l'éprouvette entre les mors intègre celui de la partie utile et ceux des deux parties de transition ($L = L_u + 2 L_r$). Il correspond donc à l'allongement dL d'un volume de section $S(x)$ non constante : l'éprouvette ne peut plus être assimilée à un élément de volume dV ³⁹.

Comme évoqué dans la section I.2.2.2, nous utilisons une loi générale de type Ramberg-Osgood pour analyser le comportement mécanique des couches minces métalliques sollicitées dans le cadre de cette étude. Si l'on considère un élément de volume d'épaisseur t , de largeur constante $w(x)$ et de longueur dx , le comportement mécanique du volume $dV = tw(x)dx$ peut s'exprimer sous la forme :

$$d dx = \frac{F}{tw(x)E} dx + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{F}{tw(x)\sigma_r} \right)^n dx \quad (\text{II3.1})$$

où α est une constante et σ_r la contrainte représentative associée ($\varepsilon_p = \alpha \varepsilon_e$ pour $\sigma = \sigma_r$).

L'allongement global dL mesuré entre les mors est la forme intégrée de l'équation II3.1 :

$$dL = \frac{F}{tE} \int_L \frac{dx}{w(x)} + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{F}{t\sigma_r} \right)^n \int_L \frac{dx}{w(x)^n} \quad (\text{II3.2})$$

Dans le cas d'un double congé de raccordement, l'intégrale apparaissant dans l'équation II3.2 n'est pas résoluble analytiquement. Néanmoins, il s'agit d'une fonction de deux variables : w_u

³⁹Dans le cas d'une évaluation du champ de déformation par extensométrie optique (§I.3.3.2), cette difficulté n'apparaît pas.

et n^{40} . Il est possible d'exprimer cette grandeur sous la forme :

$$\int_L \frac{dx}{w(x)^n} = \frac{L}{w_u^n} \Gamma(w_u, n) \quad (\text{II3.3})$$

où Γ est une fonction à priori inconnue.

Ainsi, si l'on choisit comme contrainte représentative σ_r la contrainte pour laquelle $\varepsilon_e = \varepsilon_p$, c'est-à-dire en considérant $\alpha = \Gamma(w_u, 1)/\Gamma(w_u, n)$, l'équation II3.2 devient :

$$dL = \frac{F}{tw_u E} L \Gamma(w_u, 1) + \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{F}{tw_u \sigma_r} \right)^n L \Gamma(w_u, 1) \quad (\text{II3.4})$$

Cette équation est équivalente à la forme locale de Ramberg-Osgood avec $\alpha = 1$ (où, de manière équivalente, à l'expression analytique d'une poutre à encastrement droit et de longueur L) pour peu que l'on considère non pas une longueur L mais une longueur équivalente L_{eq} dans le calcul de la déformation ε :

$$\frac{dL}{L_{eq}} = \varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p = \frac{\sigma_u}{E} + \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{\sigma_u}{\sigma_r} \right)^n \quad (\text{II3.5})$$

avec σ_u la contrainte uniaxiale dans la partie utile de l'éprouvette ($\sigma_u = \frac{F}{w_u t}$) et :

$$L_{eq} = L \Gamma(w_u, 1) \quad (\text{II3.6})$$

Il est donc nécessaire d'obtenir une estimation de cette fonction Γ , au moins pour $n = 1$ et w_u variant dans la gamme choisie pour la réalisation des éprouvettes (soit, dans le cadre de cette étude une largeur utile w_u comprise entre 200 μm et 500 μm). Les calculs numériques sont présentés dans l'annexe A.6.2. La fonction Γ est approximée par un polynôme $G(w_u)$ de degré 3 dont les coefficients sont donnés dans la table II3 - a.

TAB. II3 - a – Valeurs numériques des coefficients du polynôme $G(w_u) = a w_u^3 + b w_u^2 + c w_u + d$ utilisé pour calculer la longueur équivalente L_{eq} ($150 < w_u < 550 \mu\text{m}$).

a	$5,971 \times 10^{-10}$	c	$4,767 \times 10^{-4}$
b	$-8,701 \times 10^{-7}$	d	0,872 0

Les résultats issus de la simulation par éléments finis réalisée dans le cadre du projet ANR blanc MICROTRACTION¹⁹ sont en accord avec cette modélisation analytique. En effet, les simulations réalisées pour une éprouvette avec $w_u = 400 \mu\text{m}$ sont présentées en figure II3 - 4. Notamment, s'y trouvent reportés les rapports contrainte sur déformation pour différentes géométries des zones de transition : poutre droite, avec une zone de transition à simple congé de raccordement, et à double raccord. Si l'on désigne le module d'élasticité calculé avec la section droite par E_r et le module avec le double raccord circulaire par E_a et compte-tenu de

⁴⁰Dans le cas général, les paramètres R_1 , R_2 , L_t et L_u interviennent également sous forme de variables. Dans le cadre de cette étude, ces grandeurs ont été fixées.

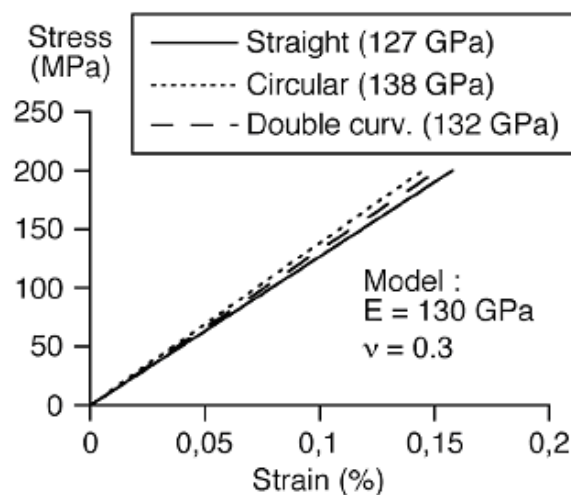


FIG. II3 - 4 – Relation contrainte-déformation estimée par éléments finis (INL) dans le cas de plusieurs géométries d'éprouvettes. La pente de ces droites fournit une mesure du module d'élasticité du matériau.

la modélisation analytique présentée précédemment, il est possible d'écrire :

$$\frac{E_r}{E_a} = G(w_u) \quad (\text{II3.7})$$

Le modèle analytique présenté précédemment fournit comme valeur de G : $G(w_u = 400 \mu\text{m}) \approx 0,9617$. Le rapport calculé à partir des simulations par éléments finis vaut : $\frac{E_r}{E_a} = 0,9596$. L'écart entre les deux coefficients — analytique et numérique — est inférieur à 0,25 %.

Ainsi, lors d'un essai de traction sur une éprouvette avec un double congé de raccordement, l'identification d'une loi de type Ramberg-Osgood, avec en particulier l'estimation des propriétés élastiques et plastiques, nécessitera l'utilisation d'une longueur équivalente L_{eq} en lieu et place de la longueur de l'éprouvette L pour l'estimation des déformations subies par l'éprouvettes.

Cette longueur équivalente s'exprime par :

$$L_{eq} = L \times G(w_u) \quad (\text{II3.8})$$

avec G un polynôme dont les coefficients sont donnés en table II3 - a.

II.3.2 Élaboration des éprouvettes

Trois procédés de fabrication ont été utilisés et/ou développés pour la conception des éprouvettes de microtraction. Le premier procédé concerne la création d'éprouvettes bi-couche composées d'un film métallique déposé sur un substrat souple en polyimide. Le substrat est découpé par laser par la société Cicorel⁴¹. Les deux autres techniques font appel à un substrat silicium. La distinction entre les deux se fait principalement par la technologie choisie pour graver le silicium. Dans le premier cas, il s'agit d'une gravure humide qui a été mise au point et utilisée par Sebastiano Brida (de la société Auxitrol-Esterline), tandis qu'une gravure ionique réactive profonde (DRIE) a été mise en œuvre au LAAS⁴² dans le deuxième cas de substrat rigide. Ce dernier procédé, bien que plus onéreux, autorise un plus grand nombre de libertés sur la géométrie des éprouvettes que la gravure humide qui attaque le silicium suivant des directions privilégiées. La réalisation de formes complexes comme des arcs de cercle ou même des arrêtes « diagonales » devient ainsi réalisable par gravure DRIE (en gravure humide, l'orientation des arrêtes dépend de l'orientation du réseau cristallin du silicium).

II.3.2.1 Substrat souple

—— Fabrication ——

Dans le cadre de cette étude, la caractérisation mécanique d'un système bicouche a porté sur un film de cuivre, d'une épaisseur nominale $t = 10\ \mu\text{m}$, déposé sur un substrat polyimide ($t_s = 50\ \mu\text{m}$). Ces matériaux sont couramment utilisés dans l'industrie de la microélectronique souple, et font donc l'objet d'un procédé de fabrication stabilisé.

Toutefois, l'étude de ce système a eu lieu au début de ce programme de recherche, sur une platine dont toutes les fonctionnalités n'avaient pas encore été implémentées. En conséquence, l'analyse des éprouvettes sera simplement évoquée principalement pour démontrer la faisabilité de l'essai et pour illustrer les différentes analyses qui peuvent être réalisées à l'aide de cette platine.

Dans ce cas, il s'agit de caractériser le système {polymère+métal}, sans partie autoportante. Cette approche possède principalement deux avantages. Le premier, purement expérimental, consiste à disposer d'une éprouvette plus solide pour résister aux manipulations préalables à l'essai ; de plus la section plus importante augmente les niveaux de charge appliqués, les capteurs de force étant alors sollicités sur une plus grande amplitude par rapport à leur pleine échelle. Le niveau de bruit relatif est donc grandement diminué. Deuxièmement, l'étude de ce système permet non seulement de mesurer les propriétés mécaniques de ses éléments constitutifs, mais également d'étudier les problématiques d'adhérence entre le film mince et le substrat.

Pour étudier ce dernier point de manière quantitative, des géométries de dépôt spécifiques ont été retenues. La déconvolution des propriétés mécaniques de chacune des

⁴¹ Cicorel SA, Switzerland.

⁴² Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes, unité propre de recherche du CNRS rattaché au Département scientifique ST2I.

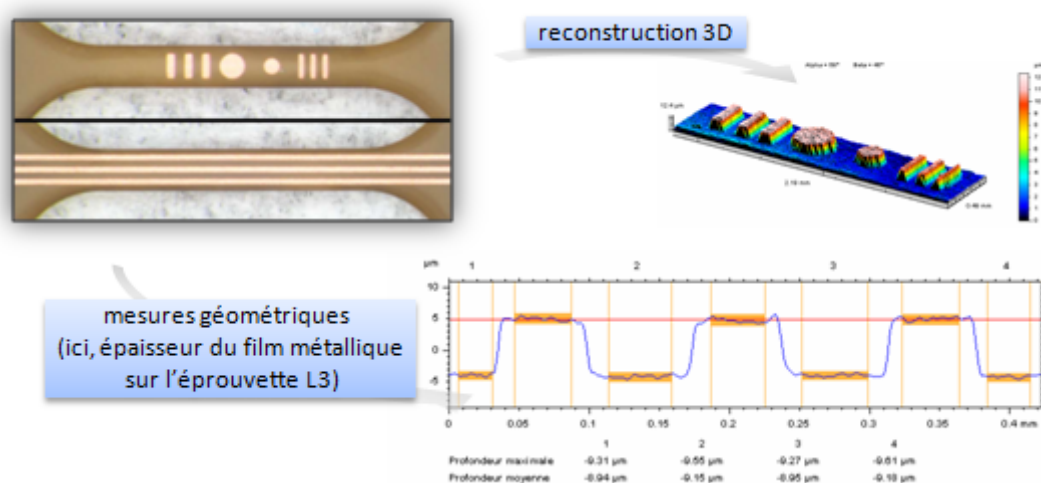


FIG. II3 - 5 – Profilométrie confocale sur éprouvettes {polymère+métal}. Exemple d'une éprouvette CuM (motifs discontinus) et d'une éprouvette CuL3 (3 lignes de cuivre).

couches nécessite des essais de traction réalisés sur des éprouvettes avec un rapport entre les sections (métal et polymère) qui varie. L'épaisseur étant imposée par les techniques de fabrication, il a été choisi de faire varier la largeur et le nombre des pistes métalliques déposées sur le substrat. Ainsi, trois motifs ont été créés pour répondre à ce besoin : dépôt pleine plaque (dénomination : « type Cu »), dépôt de deux bandes longitudinales continues (« type L2 ») et dépôt de trois bandes continues (« type L3 »).

D'autre part, un quatrième motif, constitué d'un dépôt discontinu sur le polymère, a été élaboré en vue de mesurer de manière indirecte l'adhérence entre la couche métallique et le substrat polymère dans le cas d'un essai de traction uniaxiale.

Le cuivre est électrodéposé en pleine plaque sur des feuilles de polyimide, puis gravé par photolithographie pour réaliser les motifs voulus. Le polymère est ensuite découpé par laser. Cette découpe est supposée ne pas modifier localement la structure du film métallique.

—— Contrôle dimensionnel ——

Le contrôle dimensionnel de ces éprouvettes a été réalisé à l'aide d'un profilomètre confocal en lumière blanche⁴³. En particulier, les éventuelles zones d'intérêt sont identifiées pour extraire des profils en deux dimensions de différentes sections à partir des topographies en trois dimensions, comme illustré en figure II3 - 5.

La longueur de jauge des éprouvettes vaut $L_u = 3 \text{ mm}$ pour une longueur totale, avec les congés de raccordement, de 5 mm. La largeur utile des éprouvettes, nominalement de 500 μm , a été mesurée et vaut :

$$w_u = 475 \pm 5 \mu\text{m} \quad (\text{II3.9})$$

⁴³Station Micromesure (STIL), sonde CHR 150-N.

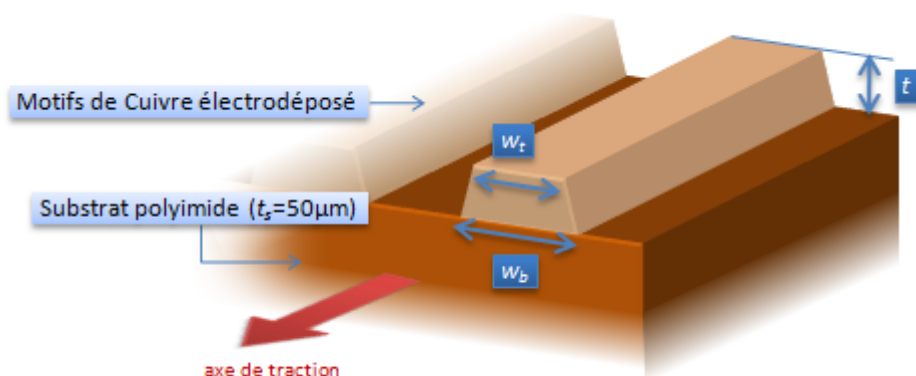


FIG. II3 - 6 – Définition des notations utilisées pour caractériser la géométrie des dépôts de cuivre sur substrat polymère. Cas illustrés : type CuL2 et CuL3. Pour les CuM, les bandes de cuivre sont perpendiculaires à l'axe de traction. Dans le cas des motifs circulaires, les grandeurs w_b et w_t correspondent aux diamètres.

L'épaisseur t du film de cuivre a été mesurée, pour sa part, à :

$$t = 8,8 \pm 0,72 \mu\text{m} \quad (\text{II3.10})$$

L'épaisseur du polymère est quant à elle supposée conforme aux spécifications du produit ($t_s = 50 \mu\text{m}$). La figure II3 - 6 identifie les notations utilisées pour caractériser les différents dépôts de cuivre, et la table II3 - b récapitule les côtes correspondantes pour les quatre types d'éprouvettes disponibles.

TAB. II3 - b – Dimensions des motifs de cuivre pour les trois types d'éprouvette {polyimide, cuivre}. Les définitions des côtes sont identifiées sur le schéma II3 - 6.

	Largeur w_b	Largeur w_t
Moyenne	98,4	90,4
Écart-type	1,4	1,4

(a) Éprouvettes de type CuL2 (mesures en μm)

	Largeur w_b	Largeur w_t
Moyenne	68,0	59,3
Écart-type	1,7	2

(b) Éprouvettes de type CuL3 (mesures en μm)

	Largeur w_b	Largeur w_t
Cercle 1, moy.	295	286
Cercle 2, moy.	189,5	182
Rect. A, moy.	96,8	89,7
Rect. A, std	0,7	1,8
Rect. B, moy.	67,3	60,5
Rect. B, std	3,5	2,2

(c) Éprouvettes de type CuM (mesures en μm)

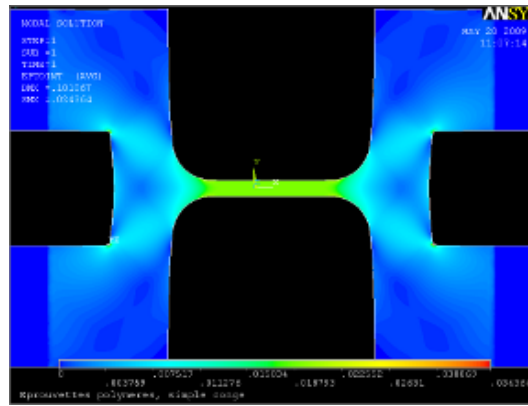


FIG. II3 - 7 – Essai de traction sur une éprouvette polyimide : simulation par éléments finis réalisée de manière à déterminer la longueur équivalente L_{eq} (prise en compte de la déformation « parasite » des ancrages). La forme du champ de déformation apparaissant sur cette simulation a été vérifiée expérimentalement avec la rupture prématurée de certaines éprouvettes dans la zone d'ancrage, entre la lumière et la partie autoportante, selon les diagonales apparentes sur ce graphique.

—— Déformation des encastrements ——

Dans la mesure où cette éprouvette n'est pas constituée d'une partie autoportante à très faible section et d'ancrages déposés sur un substrat rigide, il n'est pas possible de faire l'approximation de l'indéformabilité des ancrages de l'éprouvette. En effet, si l'on assimile l'éprouvette polymère à trois ressorts en série, de longueur respective L_a , L_u et L_a , constitués du même matériau, mais de rigidité (et donc de section) différente — uniforme sur chacune des sections, valant $S_u = w_u \times t$ pour la partie utile et $S_a = w_a \times t$ pour chacun des ancrages —, l'allongement relatif des sections ancrées vaut :

$$\frac{d_a}{d_u} = \frac{w_u}{w_a} \frac{L_a}{L_u} \quad (\text{II3.11})$$

Pour obtenir une estimation plus précise de la perturbation introduite par la déformation des ancrages, une simulation par éléments finis a été réalisée en considérant un matériau élastique, linéaire et isotrope ; et en se plaçant dans la configuration illustrée sur le schéma II3 - 7. Cette simulation intègre la présence des congés de raccordements et des usinages nécessaires pour le passage de la bride, tout en rendant compte au mieux de la réalité expérimentale du serrage des éprouvettes et de la transmission des efforts. Les conditions aux limites sont un encastrement plan des éprouvettes à partir de la moitié de la longueur des lumières. Cette configuration est représentative d'un cas « pire » dans la configuration de serrage de l'éprouvette à l'aide des patins en téflon. Les résultats obtenus par éléments finis indiquent une grande influence de la déformation des ancrages sur l'expression des propriétés mécaniques puisque :

$$L_{eq} = 1,46 L \quad (\text{II3.12})$$

En conséquence, une mesure de déplacement entre mors pour une éprouvette composée d'un film déposé sur un substrat souple implique la prise en compte de la déformation des

ancrages de l'éprouvette, à l'aide d'une longueur équivalente qui vaut : $L_{eq} = 1,46 L$, où L est la longueur incluant la longueur de jauge et les congés de raccordement, telle que définie de manière générale sur le schéma II3 - 2.

Dans le cas des éprouvettes avec un substrat polymère, telles qu'elles sont pour l'instant conçues, la principale source d'incertitude provient de la déformation des ancrages. L'erreur introduite ne peut pas être prise en compte de manière satisfaisante en l'état actuel du protocole expérimental ; en effet, cette erreur est fortement dépendante de la manière dont l'opérateur intervient pour serrer les patins de téflon et de la position de ces derniers. Les estimations des propriétés mécaniques peuvent donc présenter un écart de 50 % par rapport à la valeur réelle.

Outre la platine qui était en cours d'évolution, ce point justifie une analyse des résultats qui demeurera à un niveau qualitatif.

II.3.2.2 Film autoportant, gravure humide

—— Fabrication ——

La gravure humide a été utilisée pour la réalisation d'éprouvettes en aluminium pulvérisé, avec des épaisseurs variant entre 700 et 1 500 nm. Les différentes étapes du procédé de fabrication sont présentées en détail sur la figure II3 - 8.

Un wafer 4" de silicium de type p (orientation <100>) est utilisé pour la réalisation de ces éprouvettes. Deux masques sont nécessaires — un pour la face arrière et un pour la face avant. Après décapage du substrat⁴⁴, une couche de SiO₂ de 100 nm est créée par oxydation à 1 000 °C et une deuxième couche de SiN de la même épaisseur est ensuite déposée par LPCVD⁴⁵ à 835 °C (sur les deux faces). La couche d'aluminium est ensuite déposée par pulvérisation à l'épaisseur voulue avant d'être gravée pour former les motifs des éprouvettes autoportantes. Le wafer est ensuite usiné à l'aide d'une gravure humide⁴⁶ dans une solution d'hydroxyde de potassium KOH. Cette gravure n'est pas traversante pour ne pas risquer d'endommager l'éprouvette de traction. Le silicium restant, ainsi que les couches d'oxyde et de nitrure, sont enfin usinés à l'aide d'une gravure RIE.

L'alignement entre les usinages par face arrière et par face avant a été assuré à l'aide de la précision d'un graveur MA150. La sous-gravure est également prise en compte en amont dans le dessin du masque. Plusieurs versions de masques ont été nécessaires avant d'arriver à une solution adéquate, et plusieurs lots d'éprouvettes ont également été réalisés avant d'obtenir un procédé stabilisé, notamment sur la microstructure de la couche mince. La figure II3 - 9b présente un exemple de réalisation.

Un ensemble de douze puces par tranche de silicium peut être réalisé (cf. II3 - 9a). Les puces sont prédécoupées lors de la gravure RIE du silicium et la cohésion de l'ensemble est

⁴⁴Ce décapage est effectué à l'aide d'une solution d'acide sulfurique H₂SO₄ à 140 °C pendant 3 min, puis une solution d'acide nitrique HNO₃ pendant 3 min et une solution d'acide fluorhydrique HF pendant 30 s.

⁴⁵Low-Pressure Chemical Vapor Deposition.

⁴⁶Technique présentée au paragraphe I.1.1.1

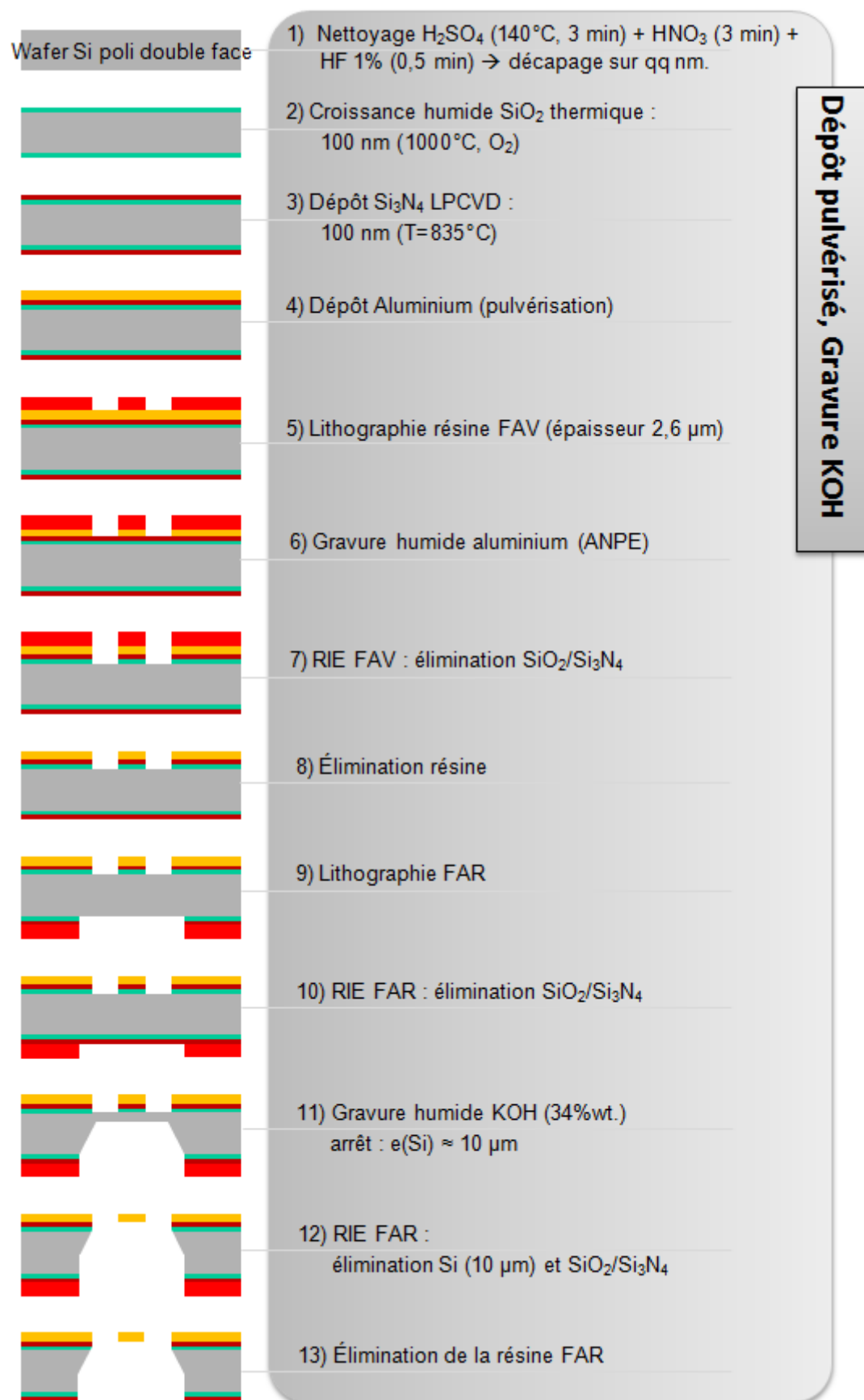
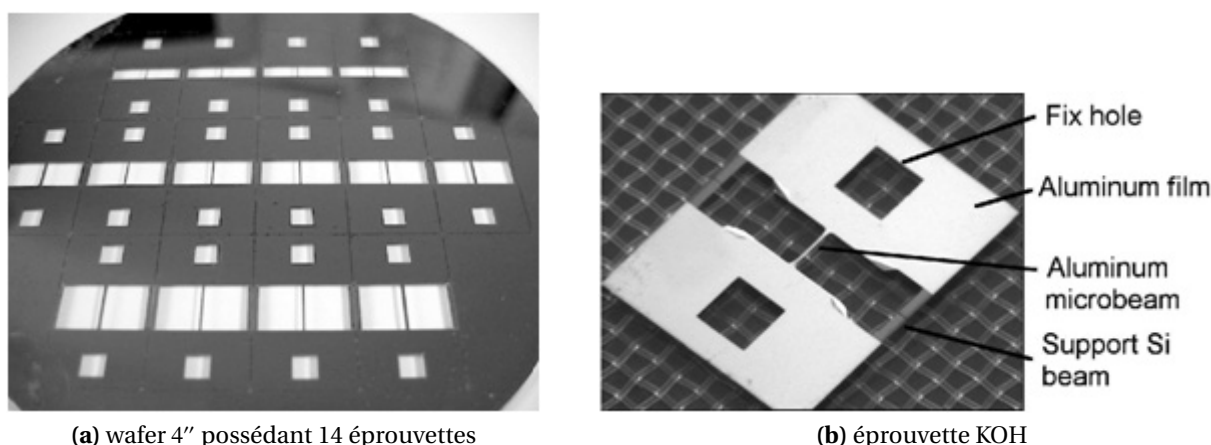


FIG. II3 - 8 – Étapes du procédé de fabrication par gravure humide des éprouvettes de microtraction en aluminium.



(a) wafer 4" possédant 14 éprouvettes

(b) éprouvette KOH

FIG. II3 - 9 – Exemples de réalisation d'éprouvettes par gravure humide.

assurée à l'aide de plots de silicium de moins de 1 mm de côté situés aux quatre angles de chaque puce. Une fois toutes les étapes réalisées, ces derniers sont ensuite brisés à l'aide d'un stylet, de manière à séparer les puces les unes des autres.

—— Contrôle dimensionnel ——

Plusieurs lots ont été fabriqués par Auxitrol-Esterline, selon les différentes versions de masque proposées dans le cadre du projet ANR Blanc MICROTRACTION. Lors de chaque campagne de fabrication, plusieurs épaisseurs de dépôt ont été produites pour étudier, entre autres, la présence d'un éventuel effet de taille.

Dans la mesure où le dépôt d'aluminium n'a été stabilisé qu'avec le dernier lot de fabrication (run du 23 Septembre 2008), les résultats présentés dans le cadre de cette étude ne feront la synthèse que d'éprouvettes issues de ce lot (même si une comparaison qualitative avec les lots précédents sera faite en partie III.1.2).

Pour chaque éprouvette, une mesure de l'épaisseur est effectuée à l'aide d'un profilomètre interférométrique. Toutefois, cette valeur a été corrélée avec des mesures effectuées par MEB-FEG sur une coupe FIB réalisée dans l'éprouvette la plus fine et la plus épaisse (nominalement, $t = 800 \mu\text{m}$ et $t = 1500 \mu\text{m}$). La corrélation entre les deux observations est relativement bonne.

La table II3 - c résume les estimations obtenues sur l'épaisseur lors des différentes coupes FIB.

TAB. II3 - c – Estimations de l'épaisseur des couches d'aluminium issues du lot du 23/09/08, réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage par effet de champ. Une coupe FIB a été préalablement réalisée au pied de l'ancrage.

	$\langle t \rangle$ (nm)	STD (nm)
Alu800	754	35
Alu1000	911	28
Alu1500	1450	41

Une telle imprécision sur les épaisseurs a un impact direct sur l'évaluation des niveaux de contrainte, et donc des propriétés mécaniques. En effet, par définition de la contrainte conventionnelle, nous pouvons estimer que l'incertitude $u(\sigma)_t$ sur les niveaux de contrainte associée à une incertitude sur la mesure d'épaisseur $u(t)$ vaut :

$$\sigma = \frac{F}{w_u \times t} \quad \Rightarrow \quad u(\sigma)_t = -u(t) \quad (\text{II.3.13})$$

$$u(\sigma)_t = 3,5 \%$$

Une telle valeur est à comparer avec les incertitudes issues des imprécisions du *milieu* et du *moyen* présentées dans le paragraphe de synthèse II.2.3.

II.3.2.3 Film autoportant, gravure ionique

—— Principe et fabrication ——

Des éprouvettes de cuivre et d'or ont été réalisées à l'aide de cette technique de gravure sèche. Toutefois, les éprouvettes en cuivre constituent le premier ensemble fabriqué et ont principalement été utilisées comme des démonstrateurs. En particulier, les durées des différentes étapes de gravure, optimisées par la suite, ont introduit des variations trop importantes dans la qualité des éprouvettes pour réaliser une étude quantitative des propriétés mécaniques du cuivre (variations importantes d'épaisseurs et de largeur, résidus de silicium, amorces de ruptures importantes...). Les différentes étapes du procédé final sont présentées en figure II3 - 10. Il s'agit notamment du procédé de fabrication qui a été suivi pour la réalisation des éprouvettes en or.

Il est important de noter que cette technique, contrairement à la gravure humide présentée dans le paragraphe précédent, est adaptée à la réalisation de formes plus complexes. Ainsi, plusieurs fonctionnalités ont pu être ajoutées à la géométrie créée initialement pour une gravure humide du silicium⁴⁷. Le schéma présenté en figure II3 - 11 récapitule le modèle utilisé.

En particulier, les gravures débouchantes dans le silicium ont été modifiées, notamment au niveau de la préhension dans les mors. Les arrêtes sont inclinées à 45° par rapport à l'axe de traction, il est ainsi possible de réaliser une fonction d'autocentrage de l'éprouvette sur l'axe de traction de la platine. Un protocole spécifique a été développé pour utiliser au mieux cette fonction. De plus, les bras de silicium, qui assurent la rigidité de la puce lors de sa manipulation, ont été affinés pour faciliter leur découpe⁴⁷. La largeur des bras a été fixée à 200 µm. Ces bras ont été rallongés sur certaines éprouvettes, de manière à écarter au maximum ces zones sensibles — soumises à de fortes contraintes lors de leur découpe — de la section autoportante. Des ailerons ont également été ajoutés pour la création d'un couple de torsion sur les bras en vue d'une rupture facilitée de ces derniers. Elle présente l'avantage de ne pas avoir à recourir à une fraise qui constitue une source de vibrations potentiellement dangereuses pour l'intégrité de la structure autoportante.

⁴⁷Cette étape est possible car la gravure DRIE usine le silicium de manière presque verticale, tandis que la gravure humide crée des bras à section triangulaire.

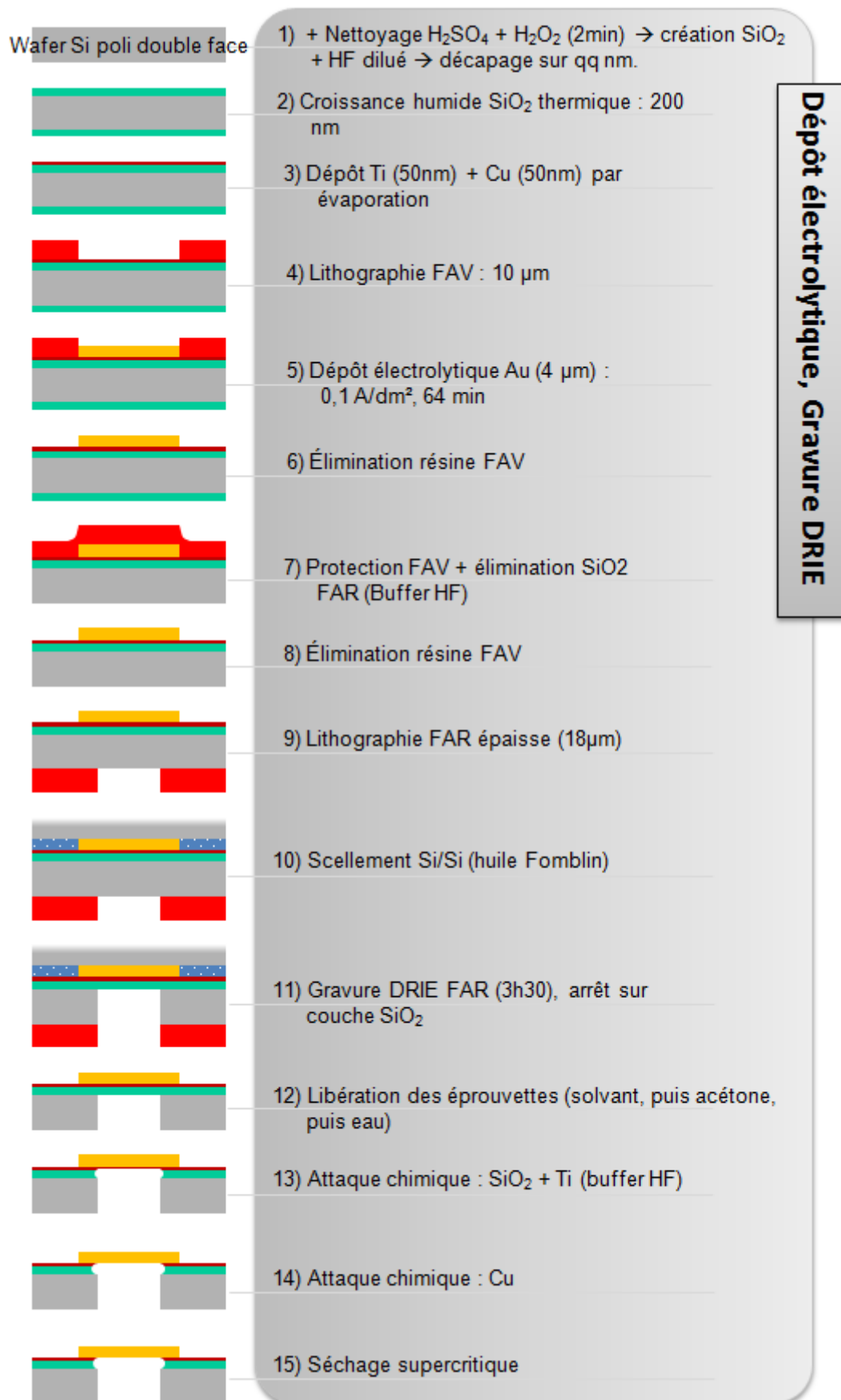


FIG. II3-10 – Étapes du procédé de fabrication par DRIE des éprouvettes de microtraction en or. L'or est électrodéposé.

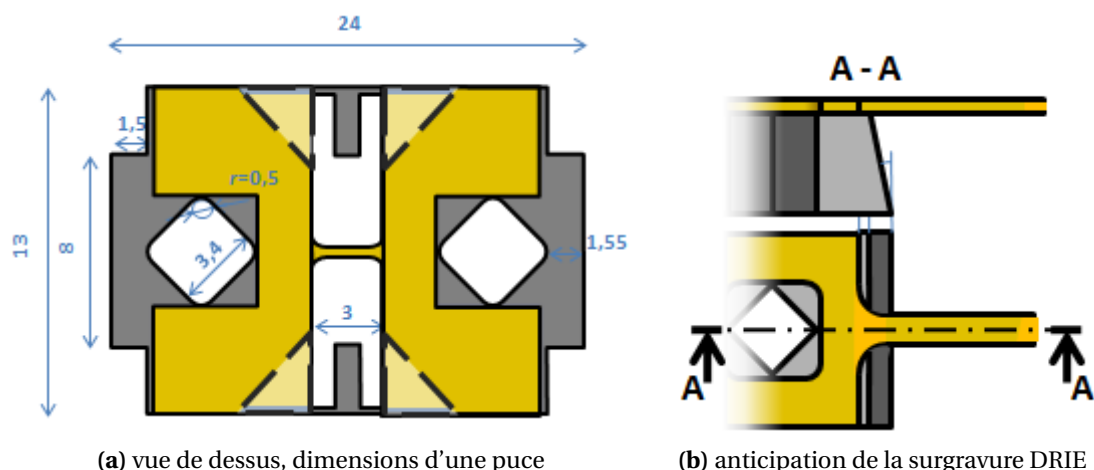


FIG. II3 - 11 – Représentation schématique de la géométrie retenue pour la réalisation des éprouvettes avec gravure DRIE. Les zones en pointillée représentent une alternative (approximativement un tiers des éprouvettes) où les bras ont été allongés pour diminuer les risques de ruine prématurée de l'éprouvette lors de la rupture des bras de maintien.

Les arrêtes d'une gravure DRIE ne sont pas parfaitement verticales, mais légèrement inclinées (ouverture d'environ 1/10). Il est nécessaire de prendre en compte cette inclinaison lors de la conception des masques de la face arrière, de manière à obtenir la forme présentée sur le schéma II3 - 11b. Cette anticipation, si elle tend à raccourcir légèrement les éprouvettes, laisse apparaître une surgravure qui sert de point de repère expérimental pour la mesure de la longueur de la partie autoportante.

Structures pour campagnes croisées

Pour les structures gravées par DRIE réalisées au LAAS, il a été possible d'ajouter sur chaque tranche de silicium des structures alternatives pour caractériser le film d'or par des techniques complémentaires⁴⁸.

Les structures prévues sont les suivantes :

- membranes circulaires pour la réalisation d'expériences de gonflement de membrane⁴⁹,
- poutres bi-encastrées de 3 mm pour des essais de microflexion à l'aide du nanoindenteur décrit en partie II.1,
- pistes déposées sur substrat avec variation des sections pour une caractérisation de la résistivité électrique du film,
- des essais de nanoindentation ont également été réalisés, bien qu'ils ne nécessitent pas d'éprouvettes spécifiques.

⁴⁸Le procédé de fabrication faisant intervenir une gravure humide (KOH) autorise moins de latitude dans la conception des échantillons. En particulier, il n'est pas possible de réaliser des membranes circulaires. Toutefois, des membranes rectangulaires de différentes dimensions, sur une tranche spécifique, ont été commandées et doivent encore faire l'objet d'études approfondies.

⁴⁹Réalisation des essais à l'INL.

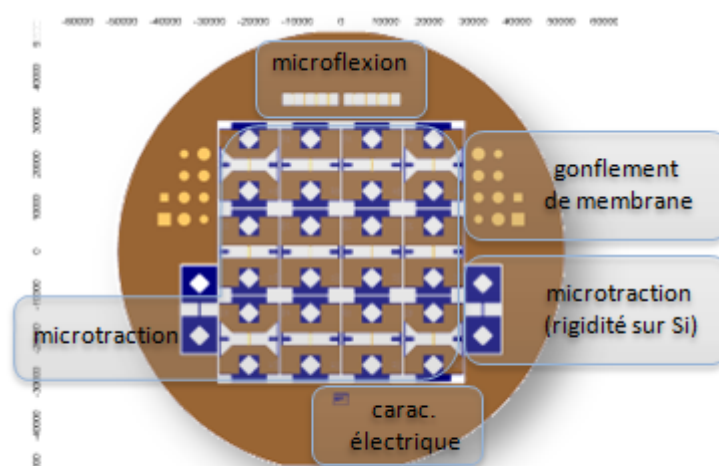


FIG. II3 - 12 – Schéma représentant une superposition des deux masques utilisés pour la gravure des éprouvettes Au par technique DRIE. Sont également identifiés les différents motifs ajoutés pour réaliser des campagnes croisées entre différentes techniques de caractérisation.

La disposition retenue pour l'ensemble de ces éprouvettes est présentée sur le schéma II3 - 12.

—— Contrôle dimensionnel ——

Les éprouvettes fabriquées par DRIE au LAAS sont composées d'un substrat de silicium, et d'une couche d'or électrodéposée. Cette technique de dépôt ne constitue pas la meilleure solution pour obtenir un contrôle dimensionnel précis des couches, avec notamment de nombreux effets de bords qui induisent des inhomogénéités dans l'épaisseur de l'éprouvette (épaisseur nominale $t_0 = 4 \mu\text{m}$).

Une coupe FIB a été réalisée sur une éprouvette (nommée « Au300-1 ») appartenant au lot 4. L'image obtenue est présentée en figure II3 - 13. Les médaillons mettent en évidence un effet de bord prononcé : les flancs latéraux de l'éprouvette ne sont pas verticaux, et il n'y a pas d'arrêt nette entre le bord de l'échantillon et la face supérieure (jonction par un quart de cercle d'environ $2 \mu\text{m}$ de rayon). En raison de la taille des éprouvettes, ces phénomènes locaux n'ont toutefois pas été pris en compte dans le calcul de la section de l'éprouvette.

En revanche, l'épaisseur n'est pas constante, et peu régulière sur toute la largeur de l'éprouvette. Notamment, une variation de hauteur $h = 0,85 \mu\text{m}$ a été constatée entre le bord et l'axe central de l'éprouvette. Cette valeur est en bon accord avec les observations par profilométrie ($h_{\text{prof.}} = 0,8 \mu\text{m}$). L'épaisseur a été mesurée sur plusieurs éprouvettes à l'aide d'un profilomètre interférométrique⁵⁰ en étudiant la différence de hauteur entre la partie recouverte par le film et les bras de maintien en silicium. Il est possible d'avoir une information statistique sur l'épaisseur du film (qui correspond à l'épaisseur t illustrée sur la

⁵⁰Fogale, Station ZoomSurf 3D.

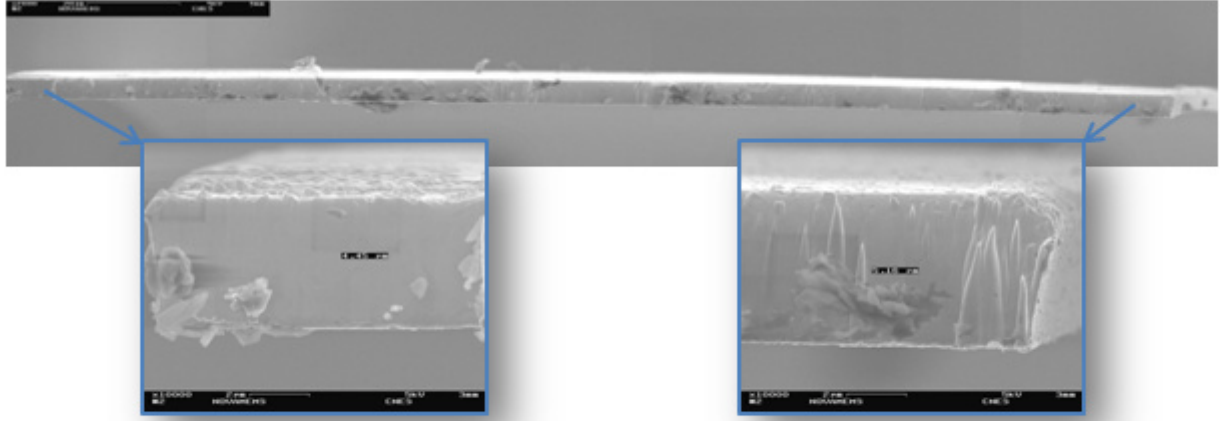


FIG. II3 - 13 – Irrégularités dans l'épaisseur de la couche d'or (coupe FIB effectuée sur une éprouvette de 300 μm de large, après traction). La micrographie est un montage de plusieurs images MEB-FEG obtenues avec un grossissement fixe.

figure II3 - 14). Dans le cadre de cette étude, deux tranches ont été usinées simultanément (dénommés par la suite lot 3 et lot 4). La mesure à l'aide du profilomètre donne :

$$t(\text{Lot 3}) \approx 3,8 \mu\text{m} \quad \text{et} \quad t(\text{Lot 4}) \approx 4,2 \mu\text{m} \quad (\text{II3.14})$$

Cette valeur a été utilisée pour l'ensemble des éprouvettes issues des lots 3 et 4 du LAAS, avec une incertitude choisie de 5 % en raison de l'écart constaté entre les mesures sur les deux lots d'une part, et de la dispersion constatée sur une prise de mesure multiple d'autre part.

L'aire se trouve donc bornée par $S_{\min} = w_u \times t$ et $S_{\max} = w_u \times (t + h)$, soit une variation entre les deux qui vaut $\Delta S = w_u h$. Si l'on rapporte une telle variation à la valeur moyenne de cette section, l'incertitude résultante sur les calculs du niveau de contrainte vaudra :

$$\delta_S \sigma = -\delta S = -\frac{2h}{2t + h} \quad (\text{II3.15})$$

À partir des mesures répétées sur plusieurs éprouvettes, nous considérons une incertitude relative de cette mesure d'épaisseur qui est égale, approximativement, à : $u(t) = 5 \%$. En considérant les mesures de h et t qui ont été effectuées, l'incertitude relative sur les niveaux de contrainte liée à la variation d'épaisseur vaut en première lecture :

$$\delta_S \sigma \approx 18 \%$$

Une telle imprécision est inadmissible pour la bonne exploitation des résultats. C'est pourquoi nous proposons la démarche suivante. Pour prendre en compte ces variations significatives d'épaisseurs, une géométrie spécifique a été utilisée dans le calcul de la section. Elle est représentée sur la figure II3 - 14, ainsi que la définition des notations utilisées. En particulier, h et y traduisent la présence d'un effet de bord, et sont donc considérés comme indépendants de la largeur de la poutre : nous les considérons comme des constantes dans la

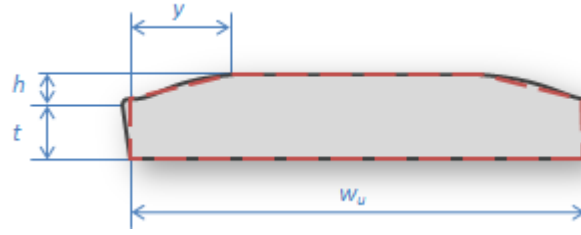


FIG. II3 - 14 – Modélisation d'une section avec effet de bord pour une éprouvette autoportante fabriquée par bain électrolytique. y est la largeur sur laquelle l'effet de bord se fait sentir, h est la variation d'épaisseur entre le bord de l'éprouvette et l'épaisseur au centre, t est l'épaisseur mesurée sur le bord de l'éprouvette (et qui correspond aux mesures accessibles par profilométrie interférométrique). Le schéma n'est pas à l'échelle : les défauts géométriques ont été volontairement accentués.

forme mathématique proposée ci-dessous pour l'estimation de la section :

$$S = w_u \times (t + h) - y \times h \quad (\text{II3.16})$$

L'aire de la section a également été directement mesurée sur ces images FIB et vaut : $S_{FIB} \approx 1\,465 \mu\text{m}^2$. Ainsi, la valeur de y (largeur sur laquelle un effet de bord est sensible) est déterminée à l'aide de la formule II3.16, en considérant que son résultat doit être égal à la mesure directe obtenue sur la coupe FIB. On obtient :

$$S(y) = S_{FIB} \Rightarrow y = 35 \mu\text{m} \quad (\text{II3.17})$$

L'imprécision sur cette valeur est fortement dépendante de celle de l'estimation de la section sur la coupe FIB⁵¹, et nécessiterait une campagne plus approfondie pour en déterminer une valeur précise. La section ainsi calculée est proche de la section maximale (écart de 2 %), ce qui semble cohérent avec les observations des coupes FIB (micrographie II3 - 13) où l'effet de bord demeure localisée.

En considérant une imprécision sur l'estimation de la section bornée par l'intervalle $[S ; S_{max}]$, nous proposons de considérer que l'incertitude sur le calcul des niveaux de contrainte est donc réduit à :

$$\delta_S \sigma \approx 2 \%$$

Il est également indispensable de considérer l'incertitude sur l'estimation de la section qui est liée aux instruments de mesure utilisés pour déterminer la largeur et l'épaisseur de la section. Ainsi, pour la mesure de largeur faite à l'aide du microscope optique, nous retenons une incertitude absolue valant $U(w_u) = 1 \mu\text{m}$ d'après la répétition des mesures. Pour celles effectuées sur l'épaisseur, nous estimons l'incertitude à environ $U(t) = 0,2 \mu\text{m}$ (soit environ 5 % de l'épaisseur). Cette grandeur correspond à la fois aux variations constatées entre les lots et à l'imprécision relative des mesures de distance réalisées sur des micrographies faites dans un microscope électronique à balayage. L'incertitude relative sur le calcul de la section

⁵¹ Actuellement, cette imprécision résulte dans des variations supérieures à 300 % !

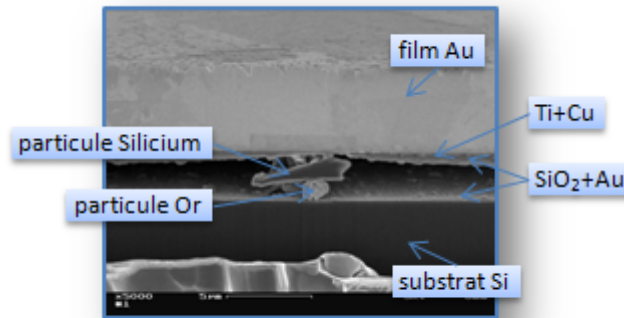


FIG. II3 - 15 – Observation de l'empilement entre l'or et le substrat silicium. La préparation, réalisée par découpe FIB, met en évidence le manque de cohésion entre la couche mince et le substrat d'une part, avec la présence d'une particule de silicium de 2 µm de hauteur entre le film et le substrat.

vaut dans ces cas-là :

$$u(S) = \frac{t+h}{t} u(w_u) + u(t) \quad (\text{II3.18})$$

Pour les éprouvettes d'or considérées, cette incertitude est de l'ordre de 5,25 %.

Ainsi, la mesure par profilométrie, au niveau des bras de maintien, permet d'avoir une estimation de t , puis l'aire est calculée à l'aide de la formule II3.16 avec les paramètres y et h valant respectivement : $y = 35 \mu\text{m}$ et $h = 0,85 \mu\text{m}$. Une telle approche est jugée avoir une influence limitée — mais loin d'être négligeable — sur le calcul des niveaux de contrainte, en introduisant une imprécision d'environ 2 %. La prise en compte d'autre part des imprécisions inhérentes aux systèmes de mesure de l'épaisseur et de la largeur amène à considérer que la connaissance de la section des éprouvettes introduit une incertitude de :

$$u(\sigma)_S = 5,6 \%$$

— Analyse technologique —

Une autre coupe FIB a été réalisée à proximité de l'ancrage des éprouvettes. La préparation ainsi obtenue a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage équipé d'un détecteur EDX⁵². Plusieurs points sont ressortis de cette analyse.

Tout d'abord, une décohésion du film d'or a été constaté sur la majeure partie de la zone observée, comme illustré en figure II3 - 15. Cette décohésion ne semble à priori pas due aux contraintes résiduelles dans la couche d'or, car la présence d'un dépôt d'or sur le silicium et l'inclusion de particules métalliques dans l'interstice indiqueraient plutôt une préexistence de cette décohésion de la couche de SiO₂ par rapport au dépôt métallique. L'origine de cette

⁵²Pour *Energy Dispersive X-Ray*.

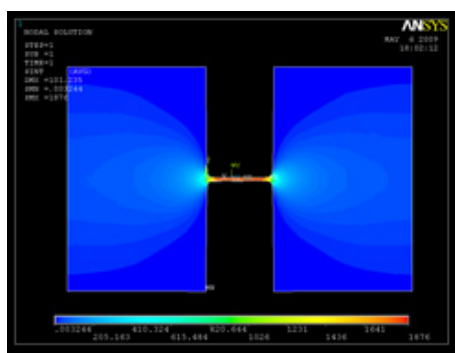


FIG. II3 - 16 – Simulation par éléments finis (ANSYSTM) d'un essai de traction sur une éprouvette de section $200 \times 1 \mu\text{m}^2$, constituée d'un matériau élastique ($E = 70 \text{ GPa}$) et isotrope. Les conditions aux limites imposées sur les ancrages ($u_z = 0 \mu\text{m}$) simulent un film autoportant sans adhérence sur le substrat. L'hypothèse d'indéformabilité des ancrages est invalide dans ce cas.

perte d'adhérence pourrait être liée à une pollution de la surface lors de l'élaboration du film. Cette particule ne semble pas être un défaut local et isolé, car l'ensemble du film, à l'échelle macroscopique, possède une adhérence limitée⁵³.

L'influence d'une telle décohésion sur l'estimation des propriétés mécaniques est principalement due au fait qu'il y a une déformation de la couche d'or au niveau des ancrages qui ne peut plus être considérée comme indéformable. Dès lors, nous ne pouvons plus faire une extrapolation entre la mesure de déplacement globale, entre mors, et l'allongement de la partie utile de l'éprouvette⁵⁴. Pour évaluer l'impact d'une telle situation, une simulation par éléments finis a été réalisée avec des degrés de liberté supplémentaire au niveau des ancrages (autorisation des déformations dans le plan, seul le déplacement u_z est fixé à zéro). Les résultats sont illustrés sur la (figure II3 - 16). Ils montrent qu'une hypothèse erronée sur l'adhérence du film sur le substrat au niveau des ancrages de l'éprouvette mène à des erreurs qui, dans ce cas, atteignent 25 %.

L'hypothèse faite sur l'adhérence de la couche mince sur le silicium au niveau des ancrages est nécessaire pour assurer une cohérence dans l'exploitation des résultats. En cas de mauvaise adhérence, la mesure de déformation globale devient inopérante pour estimer l'allongement de la partie utile. En cas d'adhérence nulle, l'erreur commise sur l'estimation des propriétés mécaniques peut atteindre 25 %.

De plus, le profil EDX (figure II3 - 17) révèle la présence nette d'une sous-couche de titane (couche d'accroche de 50 nm) qui semble avoir peu diffusé. En revanche, le cuivre — également utilisé comme couche d'accroche pour la croissance électrolytique de l'or⁵⁵ — semble avoir très largement diffusé dans l'or avec une baisse de moitié de la concentration en cuivre dans la couche d'or sur environ 500 nm.

⁵³Le film se décolle très facilement à l'aide d'un scalpel ou autre, sous la forme d'une feuille d'or de quelques microns d'épaisseurs.

⁵⁴Il s'agit d'une configuration analogue à celle rencontrée pour les éprouvettes bicouches {polyimide-cuivre}.

⁵⁵Cf. les étapes de fabrication présentées en figure II3 - 10.

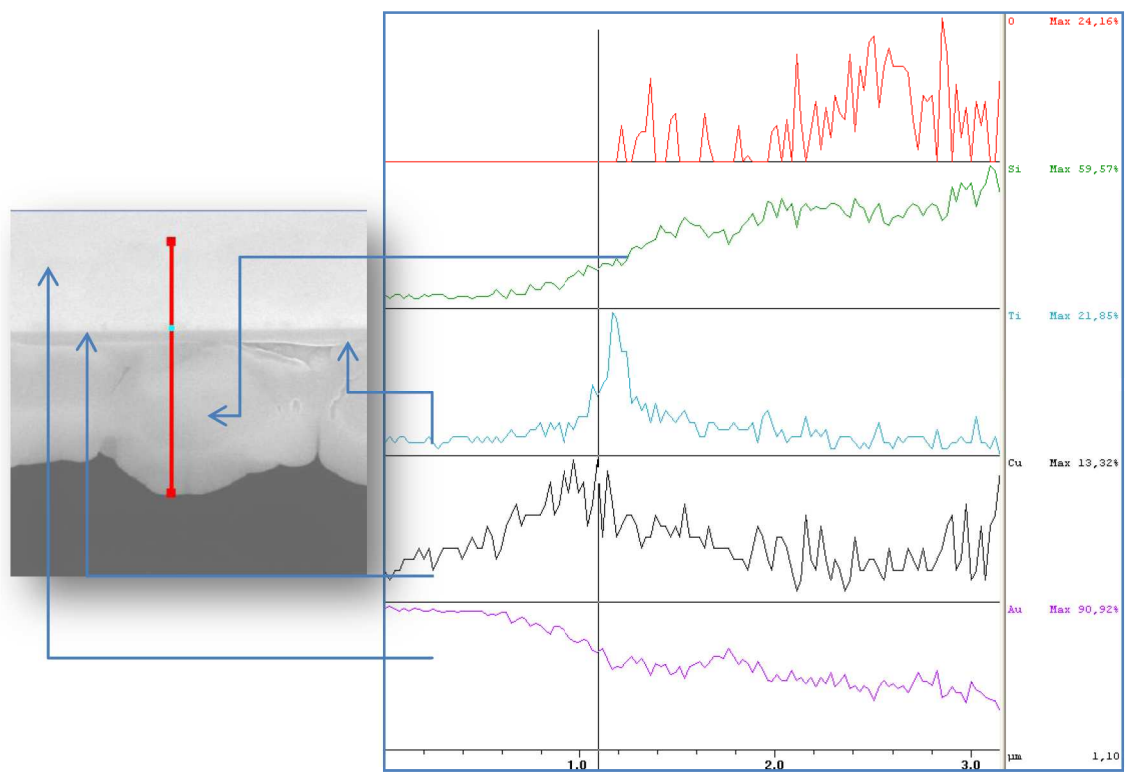


FIG. II3 - 17 – Profil EDX d'une éprouvette en or électrolytique (détail de la coupe FIB présentée en figure II3 - 15). En particulier, une large diffusion de la couche d'accroche de cuivre est observée dans l'or, sur plusieurs dizaines de nanomètres. Le titane, pour sa part, a très peu diffusé dans la couche.



La présence d'un gradient de concentration en cuivre dans la couche d'or indique que le matériau sollicité dans le cadre de cette étude n'est pas un film d'or pur. La comparaison des propriétés mécaniques avec d'autres publications devra donc être réalisée avec précaution.

Résultats expérimentaux et discussions

Les résultats obtenus sur des matériaux spécifiques font l'objet de cette partie. En particulier, la présentation des résultats est accompagnée d'une discussion sur la pertinence des techniques mises en œuvre.

En ce qui concerne les techniques de caractérisation, l'objectif de cette partie est double :

- Le premier, dans la continuité de la logique structurant la partie précédente, concerne la validation de la platine : l'estimation de l'incertitude de type B est en effet un moyen d'appréhender la notion de *justesse* de l'appareil de mesure dans le cas d'une série d'essais répétables (courte durée, mêmes conditions expérimentales, éprouvettes issues de la même tranche et/ou du même lot) si les erreurs ne sont pas considérées aléatoires mais équivalentes à des biais introduits par diverses approximations ou réglages. Cette partie se concentre pour sa part sur l'exploitation des résultats obtenus sur des éprouvettes avec peu de variations sur leurs géométries et sur leurs conditions d'élaboration. Il s'agit donc ici de considérer une approche statistique pour obtenir une première évaluation de la *reproductibilité* des techniques de caractérisation.
- La réalisation d'une campagne croisée à l'aide des éprouvettes spécifiques a pour objectif l'évaluation des performances relatives de chaque technique utilisée. Une comparaison est possible dans la mesure où les éprouvettes sont issues des mêmes substrats, et possèdent donc une bonne homogénéité de leur microstructure (dispersion des procédés de fabrication).

Néanmoins, cette approche demeure toujours relativement limitée si des précautions ne sont pas prises. Les effets de taille et l'homogénéité de la microstructure comparée aux dimensions géométriques des éprouvettes sont autant de paramètres matériaux qui complexifient la comparaison directe des techniques.

Cette partie s'attache à étudier la pertinence de ces développements au travers de la caractérisation de trois matériaux, à savoir un cuivre déposé sur un polymère¹, et deux matériaux métalliques autoportants : un aluminium pulvérisé et un or électrodéposé.

Cette étude est notamment rendue possible par le fait que le taux de réussite η des essais de microtraction² a été grandement amélioré au cours de cette étude. En effet, la rationalisation et la création du protocole expérimental, l'amélioration de la platine (notamment des mors mécaniques pour assurer leur alignement), le développement d'un nouveau logiciel et l'augmentation de l'expérience et du savoir-faire, mènent aujourd'hui à un taux de réussite proche de 100 %, y compris sur les éprouvettes les plus fines.

Le choix de ces trois matériaux répond à plusieurs besoins. En effet, la diversité des cas de figure permet de définir les domaines d'application de chacune des méthodes abordées, de juger de la pertinence du travail d'optimisation effectué sur la géométrie des éprouvettes, et enfin de disposer de matériaux qui ont fait l'objet de plusieurs analyses dans différents

¹L'analyse du système {polyimide, cuivre} sera simplement évoquée et utilisée à des fins de démonstration de faisabilité. Cf. II.3.2.1.

²Nous considérons un essai comme réussi si une courbe caractéristique contrainte-déformation peut être obtenue. Ce n'est pas le cas si l'éprouvette est rompue avant un enregistrement des données d'essai (que ce soit lors de la séparation de l'éprouvette de la tranche, lors de la mise en place de l'éprouvette sur la platine, ou encore lors de la découpe des bras de maintien en silicium).

laboratoires de recherche ; des éléments de comparaison partielle étant ainsi disponibles dans cette base bibliographique.

Le premier chapitre de cette partie présente les résultats de chaque essai. Les différentes grandeurs caractéristiques de chaque essai sont rassemblées, avec une considération statistique — quand le nombre d'échantillons l'autorise — sur l'incertitude de mesure.

Les trois chapitres suivants dressent un examen critique des différents paramètres mécaniques qui sont obtenus à partir de ces grandeurs caractéristiques. L'élasticité, la consolidation plastique et l'endommagement sont successivement étudiés et discutés.

Enfin, le dernier chapitre présente une analyse de la microstructure des matériaux autoportants. Une corrélation est établie entre certains phénomènes rhéologiques et résultats mécaniques observés avec la configuration microstructurale des matériaux. Ces considérations fournissent également les éléments de comparaison possibles avec les résultats publiés sur des matériaux similaires.

MESURES ET DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES CARACTÉRISTIQUES

Ce chapitre présente les résultats obtenus lors des différentes caractérisations réalisées sur les éprouvettes présentées dans la section II.3. Les matériaux concernés sont donc :

- des films de cuivre ($t = 8,8 \pm 0,72 \mu\text{m}$) déposés sur un substrat polyimide,
- des films d'or électrodéposé ($t \approx 4 \pm 0,2 \mu\text{m}$) autoportants,
- des films d'aluminium pulvérisé ($0,8 \mu\text{m} < t < 1,5 \mu\text{m}$) autoportants.

Les différents résultats sont présentés sous forme de tableaux, où se trouvent indiqués pour chaque grandeur X les différentes mesures X_i , la valeur moyenne $\bar{X}$ et l'incertitude associée notée $U(X)$.

Compte tenu du faible nombre d'échantillons sollicités, la méthode de Student a été utilisée pour déterminer une incertitude de type A correspondant à un intervalle de confiance à 95 % des mesures présentées (cf. [ENV 99] et annexe A.8.3). Les résultats sont donc communiqués sous la forme d'une valeur moyenne $\bar{X}$ et d'une incertitude de mesure $U(X)$ (incertitude composée élargie) sous la forme :

$$X = \bar{X} \pm U(X)$$

III.1.1 Or électrodéposé

L'or électrodéposé constitue le premier des deux matériaux caractérisés à l'aide de structures autoportantes. Comme évoqué dans le chapitre II.3, le dépôt de l'or a été réalisé à l'aide d'un bain électrolytique, et le silicium a été gravé par DRIE. La combinaison de ces deux facteurs a conduit à des variations importantes de l'épaisseur des films d'or comme l'illustre la micrographie d'une coupe FIB obtenue dans un microscope électronique à balayage (figure II3 - 13), que ce soit entre les différentes éprouvettes ou à l'intérieur même de la partie utile d'une éprouvette.

En conséquence, la dispersion des résultats issus de l'analyse mécanique de ces structures sera en grande partie due à la dispersion intrinsèque des éprouvettes et de leur géométrie.

Dans le cadre de cette étude, trois types d'essais ont été réalisés : nanoindentation, microflexion et microtraction. Des sollicitations complémentaires de gonflement de membrane ont été réalisées sous la direction de Christophe Malhaire dans le cadre de la thèse de Paolo Martins (INL) [Martins 09].

III.1.1.1 Essais de nanoindentation

Des essais de pénétration instrumentée ont été réalisés sur les couches d'or au niveau des ancrages (à cet endroit, la couche est donc déposée sur un substrat en silicium, considéré comme étant un solide semi-infini élastique linéaire et homogène). La surface d'essai a été sélectionnée en dehors de la zone sur laquelle le patin en téflon a été mis en contact. Le taux de déformation (charge exponentielle) vaut : $SR = 0,05 \text{ s}^{-1}$ [Hochestetter 99]. Les résultats sont présentés sous la forme d'une courbe caractéristique $F - h$ en figure III1 - 1a. Les points expérimentaux qui sont représentés sont une moyenne issue d'un ensemble de vingt pénétrations.

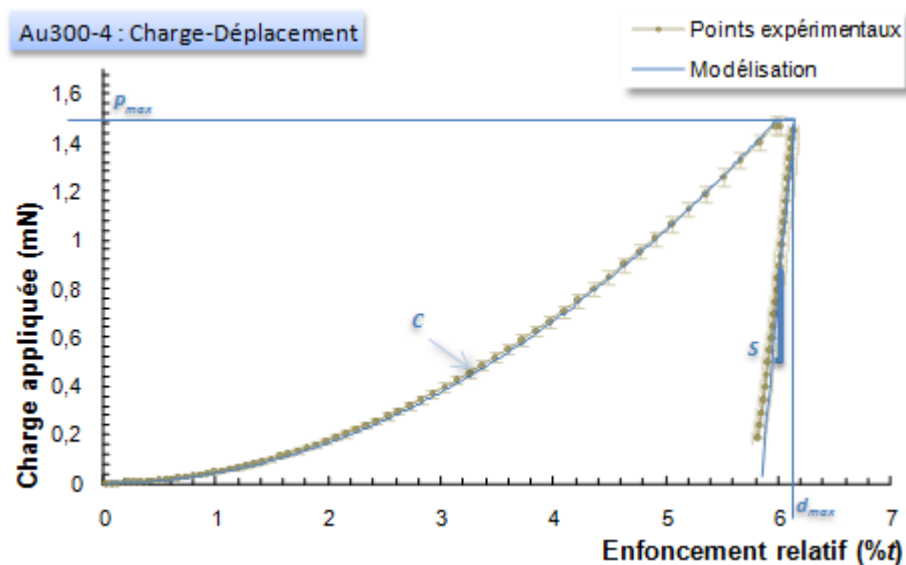
L'analyse des caractéristiques d'une courbe de nanoindentation réalisée sur une couche mince et l'extraction des propriétés mécaniques correspondantes s'avèrent toujours délicates dans la mesure où le substrat peut très rapidement influencer les mesures. Pour déterminer s'il était possible d'isoler une plage d'enfoncement du poinçon avec une influence négligeable du substrat sur la caractéristique mesurée, deux séries d'essais ont été réalisées. La première, à une profondeur relativement forte — $h_{max} = 800 \text{ nm}$, soit environ 20 % de l'épaisseur de la couche — possède des propriétés mécaniques qui sont incontestablement influencées par le substrat. Le critère observé³ pour déterminer une éventuelle influence est le rapport entre la charge appliquée et la raideur de contact élevée au carré : S^2/F (représenté en figure III1 - 1c). En effet, cette grandeur, directement proportionnelle au rapport E^2/H , est indépendante du calcul de la fonction d'aire⁴, et demeure constante sur l'ensemble de la plage de profondeur analysée si le matériau sollicité est homogène — et dans le cas des couches minces, si le substrat n'influence pas les propriétés mécaniques mesurées.

Ainsi, compte tenu des résultats illustrés en figure III1 - 1c, une profondeur maximale valant $h_{max} = 250 \text{ nm}$ a été choisie pour réaliser un essai de pénétration où les propriétés mesurées à la décharge ont été considérées comme représentatives de la couche mince seule. Contrairement à la campagne à forte profondeur — où les essais sont répartis de manière uniforme sur une surface choisie —, cette deuxième série de mesure a été réalisée en choisissant individuellement l'emplacement de chaque empreinte. Les résultats des mesures de ces grandeurs caractéristiques sont présentés dans la table III1 - 1b. Chacune a été placée au centre d'un grain de taille suffisamment grande pour minimiser l'influence des joints de grain sur la mesure. Cette approche différente explique d'une part la dispersion plus faible constatée sur la figure III1 - 1c par rapport à l'essai à forte profondeur, et la différence de niveau entre les deux courbes d'autre part (bien que la seconde soit incluse dans la dispersion de la première, l'écart n'étant donc pas nécessairement significatif).

Enfin, l'hypothèse d'une absence de gradient des propriétés mécaniques dans l'épaisseur de la couche, nécessaire à une analyse s'appuyant sur le critère S^2/P est éventuellement à

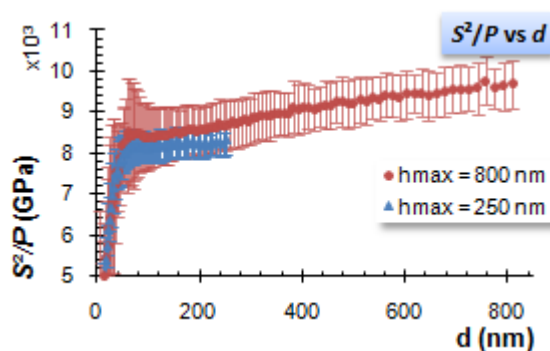
³L'analyse de cette grandeur en continue pendant toute la phase de charge est possible grâce à l'utilisation du module harmonique CSMTM.

⁴Il s'agit d'un polynôme qui exprime la relation entre l'aire de contact projetée A_c et la profondeur de contact h_c . Dans le cas d'un poinçon Berkovich idéal, cette relation vaut : $A_c = 24,5 h_c^2$.

(a) Courbe caractéristique $F - h$.

		$\bar{X}$	$U(X)$
C	(GPa)	23,39	0,36
F_{max}	(mN)	1,481	0,029
d_{max}	(nm)	252,4	1,6
S	(kN/m)	114,1	3,7
W_{rev}	(pJ)	10,79	0,41
W_{tot}	(pJ)	128,1	3,6

(b) Paramètres extraits



(c) Mise en évidence de l'influence du substrat

FIG. III-1 – Nanoindentation sur film d'or (éprouvette Au-300 issue du lot 4). Une modélisation analytique à l'aide des paramètres identifiés sur la figure (a) est représentée en bleu. En particulier, un écart en fin de décharge est observé : la décharge n'est pas linéaire et ne peut donc pas être modélisée par une relation affine sur toute sa longueur. La table (b) recense ces paramètres (valeur moyenne et incertitude à 95 %). La figure (c) trace l'évolution de la grandeur S^2/F en fonction de la profondeur de contact pour deux essais : celui présenté en figure (a) et un second essai à plus forte profondeur pour identifier l'influence du substrat.

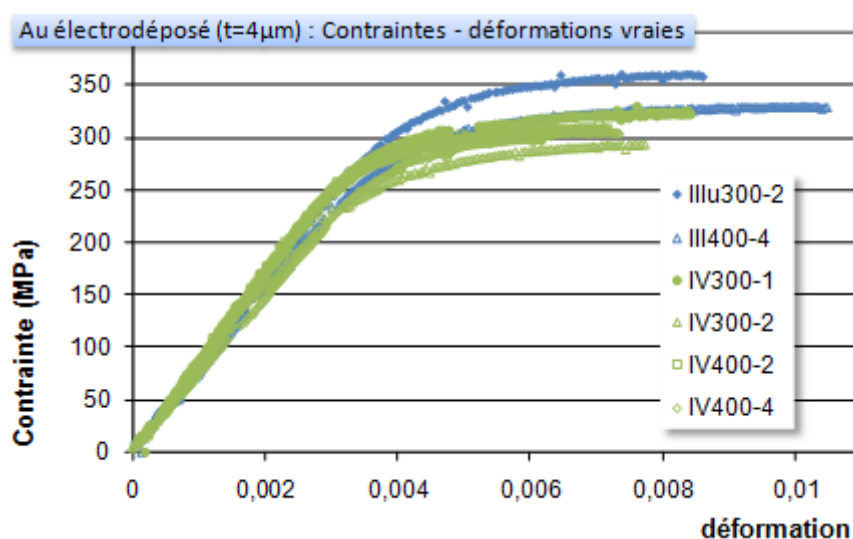


FIG. III1 - 2 – Superposition des résultats obtenus pour 6 éprouvettes d'or issues des lots 3 et 4 du LAAS. Ces courbes représentent les contraintes et déformations vraies. En particulier, aucune différence significative ne semble apparaître entre deux largeurs d'éprouvettes différentes.

remettre en question si l'on considère le profil EDX réalisé lors de l'analyse technologique des éprouvettes (figure II3 - 17). Le gradient de concentration en cuivre dans la couche induit une variation progressive du critère, et donc une imprécision importante sur la détermination de la profondeur à partir de laquelle il y a une variation des propriétés mécaniques⁵. Une profondeur maximale de 250 nm a été jugée satisfaisante dans la mesure où l'obtention du paramètre C par régression linéaire⁶ s'accompagne d'un coefficient de corrélation très satisfaisant sur l'ensemble de la courbe de charge : $r^2(C) = 0,9995$ en moyenne pour chaque pénétration. Une valeur si élevée confirme une relation quadratique entre la charge et la profondeur de contact, en accord avec l'analyse dimensionnelle exposée en annexe A.2. Si l'influence du substrat devenait sensible sur cette plage de profondeur, une déviation à cette loi idéale aurait été constatée.

III.1.1.2 Essais de microtraction

La figure III1 - 2 présente les courbes de traction obtenues sur 6 éprouvettes différentes d'or issues des lots 3 et 4 fabriqués par le LAAS (*cf.* partie II.3.2.3).

Deux phases distinctes sont identifiées. La première partie de la caractéristique contrainte-déformation est linéaire, réversible. Elle est représentative de l'élasticité du matériau. La pente de cette première partie de courbe est assimilée au module d'élasticité uniaxial, considéré ici comme une grandeur directement mesurée sur la courbe.

⁵Nous reviendrons plus en détail sur l'influence du cuivre dans le chapitre III.4.

⁶ C s'obtient en réalisant une régression linéaire entre la charge appliquée sur l'échantillon et le déplacement de la pointe au carré.

La seconde partie de la courbe présente un allongement irréversible en cas de décharge, et traduit l'occurrence d'une déformation plastique, avec une consolidation du matériau (le seuil d'écoulement plastique augmente avec le taux de déformation irréversible).

Les allongements à rupture demeurent relativement faibles, avec une dispersion modérée. De plus, une plage d'instabilité plastique, réduite et localisée, apparaît, avec notamment de très faibles strictions sur ces éprouvettes qui se produisent juste avant la rupture.

La table III1 - a référence les différentes grandeurs caractéristiques de ces courbes ainsi que les paramètres d'entrée. En particulier,

- w_u est la mesure de largeur de l'éprouvette dans sa section utile,
- L_{eq} est la longueur équivalente calculée à l'aide du polynôme $G(w_u)$ pour prendre en compte les congés de raccordement⁷,
- SR est le taux de déformation, en s^{-1} , mesuré expérimentalement sur chacun des essais,
- le module E est obtenu en réalisant une régression linéaire sur la partie élastique de la courbe (la plage de données a été sélectionnée de manière à maximiser le coefficient de corrélation par une méthode des moindres carrés),
- le seuil de plasticité σ_y est calculé en estimant la déformation plastique ε_p à l'aide du module, et en considérant la contrainte pour laquelle $\varepsilon_p = 0,02 \%$,
- la contrainte maximale σ_{max} est le point maximum de la courbe,
- les valeurs σ_{Rup} et ε_{Rup} sont respectivement la contrainte et la déformation à rupture.

TAB. III1 - a – Films d'or électrodéposé : grandeurs caractéristiques issues des courbes présentées en figure III1 - 2. E est le coefficient directeur de la partie linéaire de la courbe, σ_y la contrainte seuil pour une déformation irréversible $\varepsilon_p = 0,02 \%$, σ_{max} la contrainte maximale enregistrée au cours de l'essai, σ_{Rup} et ε_{Rup} la contrainte et la déformation à rupture. Toutes ces grandeurs caractérisent la relation contrainte-déformation vraies des matériaux sollicités. Les valeurs « xx » indiquent que les éprouvettes concernées n'ont pas été déformées jusqu'à rupture.

	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR ($10^{-6} s^{-1}$)	E (GPa)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{Rup} (MPa)	ε_{Rup}
III, 300-2	291	2 850	188	81,8	349	359	xx	xx
III, 400-4	399	2 815	133	78,9	317	330	321	0,010 7
IV, 300-1	296	2 847	37	84,8	311	325	323	0,008 4
IV, 300-2	291	2 850	194	76,7	283	294	286	0,008 0
IV, 400-2	398	2 817	44	85,0	302	309	359	0,007 6
IV, 400-4	400	2 818	74	73,5	291	305	xx	xx
Moyenne $\bar{X}$				80,1	309	320	306	0,008 7
Inc. $U^A(X)$				4,8	24	24	20	0,001 4

La méthode de détermination de l'incertitude de type B sur ces différents résultats varie d'une grandeur à l'autre. En particulier, pour la pente de la partie linéaire, E , l'incertitude provient principalement du choix de la plage de déformation considérée pour réaliser

⁷Se référer à la partie II.3.1.2 pour le développement analytique et au paragraphe III.1.2.2 pour une validation expérimentale.

la régression linéaire. Nous avons sélectionné la plage qui permet une maximisation du coefficient de corrélation r^2 . L'incertitude de mesure est liée à l'évolution de ce coefficient au voisinage de cette plage (un exemple de cette analyse est donné en annexe A.8). Pour les lectures ponctuelles sur la courbe (niveaux de contrainte), elle est principalement liée à l'incertitude intrinsèque du capteur de force et à l'imprécision de mesure de l'épaisseur et de la largeur. L'analyse technologique de l'or ayant révélé de nombreuses fluctuations dans l'homogénéité de l'épaisseur de la couche, c'est cette dernière valeur qui est la plus pénalisante (se référer aux estimations des différentes incertitudes déterminées dans la partie précédente).

L'incertitude globale sur les estimations des niveaux de contrainte, si l'on considère les incertitudes liées à la géométrie de l'éprouvette, celles liées au capteur de force et celles liées aux différents facteurs listés dans le chapitre II.2, est donc estimée égale à :

$$u(\sigma)^2 = u(\sigma)_F^2 + u(\sigma)_S^2 + u(\sigma)_\theta^2 \quad (\text{III.1.1})$$

Le tableau III1 - b présente les résultats de cette équation pour les différentes éprouvettes d'or, en prenant à chaque fois le niveau de force correspondant au seuil d'écoulement plastique. Ce tableau montre que l'incertitude sur les niveaux de contrainte varie peu. La principale source d'imprécision provient de l'incertitude sur l'estimation de la section. L'influence des autres sources est négligeable devant cette dernière.

En ce qui concerne les mesures de déformation, les principales sources d'incertitudes sont liées à la prise en compte de la rigidité du bâti (cf. § II.2.3), l'erreur systématique introduite sur l'estimation de la longueur L intervenant dans les calculs de déformation ayant été corrigée⁸ à l'aide de l'établissement du polynôme $G(w_u)$. Ainsi, en se référant aux développements du paragraphe II.2.2.2, nous estimons l'erreur relative sur le déplacement à 3 % dans le cas des éprouvettes d'or.

L'incertitude sur la détermination du coefficient directeur de la partie élastique (à savoir le module d'élasticité E) vaut, par propagation et en considérant les deux mesures non corrélées :

$$u(E) = \sqrt{u(\sigma)^2 + u(\varepsilon)^2} \quad (\text{III.1.2})$$

$$\approx 6,2 \%$$

La valeur de cette incertitude est en bon accord avec la dispersion observée sur les valeurs de E : nous considérons ces valeurs comme équivalentes dans la mesure où les essais sur l'or ont été faits dans des configurations différentes, à plusieurs jours d'intervalle. En conséquence, l'incertitude statistique rend compte de la *reproductibilité* de l'installation et non seulement de la *répétabilité*. Le fait d'avoir deux dispersions équivalentes pourraient indiquer, si la tendance se confirme, que les biais dans l'essai de microtraction sont relativement minimes.

⁸Pour une validation expérimentale de cette approche, se référer au paragraphe III.1.2.2.

TAB. III1 - b – Incertitude relative $u(\sigma)$ sur les niveaux de contrainte dans le cas de l'or électrolytique. Cette incertitude est estimée à partir de l'équation III1.1.

t (μm)	w_u (μm)	F (mN)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$)	$u(\sigma)$ ($\%_{\sigma}$)
3,8	291	467	0,191	5,39
3,8	399	586	0,186	5,39
4,2	291	461	0,067	5,39
4,2	296	467	0,115	5,40
4,2	398	605	0,218	5,40
4,2	400	585	0,308	5,40

L'incertitude sur la détermination des niveaux de contrainte vaut $u(\sigma) = 5,4 \%$ et celle sur les déformations est estimée à 3% . Ainsi, l'incertitude sur les mesures du coefficient directeur de la partie linéaire (E) est évaluée à : $u(E) = 6,2 \%$. Les principales actions correctrices à mener pour réduire cette incertitude concernent trois points principaux :

- une compréhension accrue de la cinématique du mécanisme, avec plus particulièrement une maîtrise des déplacements hors axe (réduction de $u(\varepsilon)$),
- une amélioration des procédés de fabrication des éprouvettes de manière à garantir une meilleure homogénéité de l'épaisseur ($u(\sigma)_S$),
- la mobilisation de techniques de mesure plus performantes pour estimer l'épaisseur des couches minces avec une meilleure précision (réduction de $u(\sigma)_S$).

III.1.1.3 Essais de microflexion

Des éprouvettes spécifiques pour la réalisation d'essais de fléchissement ont été conçues sur les substrats ayant servis à la fabrication des éprouvettes de microtraction⁹.

Plusieurs essais de microflexion ont été effectués sur quatre poutres bi-encastées en or, de différentes largeurs. Le protocole décrit au paragraphe II.1.4.3 a été utilisé de manière à exploiter les capacités de la table de positionnement piézoélectrique.

Ainsi, voici les différentes étapes suivies pour la réalisation des essais de microflexion :

- le poinçon est positionné au dessus du centre présumé de la structure,
- plusieurs essais de microflexion sont réalisés en faisant varier la position transversale du poinçon sur la section¹⁰,
- l'axe de symétrie est déterminé à partir du maximum de raideur issu des premiers essais,
- un ensemble de plusieurs essais est réalisé au centre de la structure.

⁹Se référer au paragraphe II.3.2.3 pour plus de précisions.

¹⁰Les poutres sont suffisamment longues pour considérer que le positionnement mécanique au centre de la structure assure une précision de positionnement longitudinale suffisante.

IV, f - 500-1

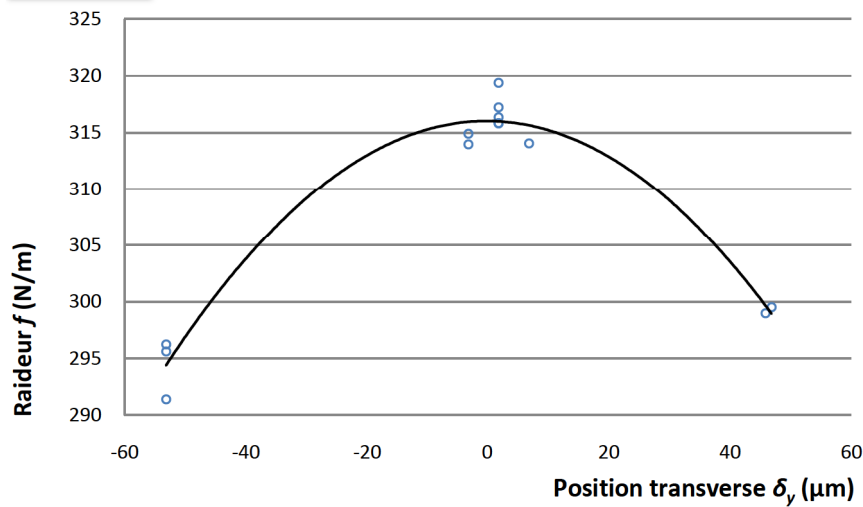


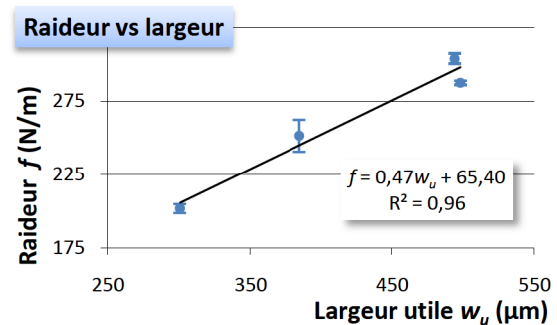
FIG. III1 - 3 – Essais de flexion réalisés sur l'éprouvette « IV,f-500-1 ». Plusieurs essais ont été effectués en faisant varier le point d'application de la charge le long d'une section. Le maximum de raideur correspond au centre de la structure. Plusieurs essais ont alors été menés en ce point, considéré comme le centre géométrique de la structure autoportante.

la figure III1 - 3 illustre la démarche suivie pour localiser le centre géométrique des structures autoportantes. La dispersion des mesures représentées sur le schéma est suffisamment importante pour inclure un éventuel défaut de positionnement à une telle échelle.

Le tableau III1 - 4a résume les mesures réalisées sur les éprouvettes de flexion. En particulier, l'incertitude-type indiquée tient compte uniquement des raideurs mesurées au centre de la structure, et s'appuie sur la méthode de Student pour son évaluation compte-tenu du faible nombre d'essais de microflexion réalisés (*cf.* annexe A.8.3 pour plus de détails).

Éprouvette	w_u (μm)	f (N/m)	$U^A(f)$ (N/m)
IV,f-300-1	301	201,8	3,1
IV,f-400-1	385	251,4	10,4
IV,f-500-1	494	303,9	3,5
IV,f-500-2	498	287,5	1,5

(a) résultats pour chaque éprouvette



(b) corrélation entre raideur et largeur

FIG. III1 - 4 – Récapitulatif des mesures de raideur réalisées sur des poutres en or autoportantes bi-encastées. Chaque poutre fait la même longueur : $L = 2\,930\,\mu\text{m}$ (elles sont usinées côte à côte, au dessus de la même cavité du substrat). La mesure de raideur est une valeur moyenne estimée sur une flèche variant entre 0 et $2,5\,\mu\text{m}$. Une dépendance linéaire semble exister entre la largeur utile de l'éprouvette w_u et la raideur mesurée f .

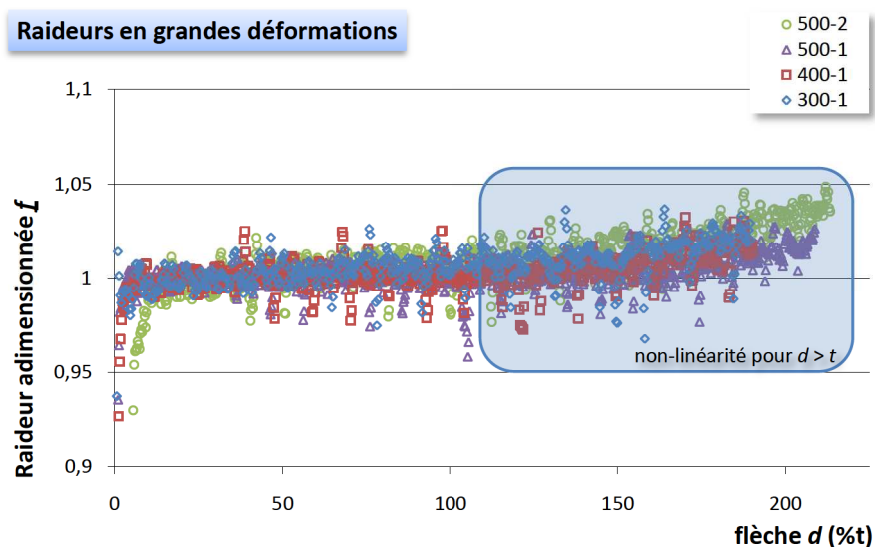


FIG. III1 - 5 – Mise en évidence de la non linéarité de la mesure de raideur pour des flèches supérieures à l'épaisseur de la couche. Pour pouvoir comparer les différentes courbes, la raideur a été adimensionnée par la valeur moyenne exprimée en table III1 - 4a. La flèche est exprimée en pourcentage de l'épaisseur.

De plus, la figure III1 - 5 présente l'évolution de la mesure de raideur en fonction de la flèche de la structure¹¹. Nous observons l'apparition d'une non linéarité pour des flèches supérieures à l'épaisseur de la structure autoportante. Pour cette raison, les valeurs moyennes de la raideur sont estimées sur la plage $[0 ; 2,5] \mu\text{m}$, à savoir 60 % de l'épaisseur de la couche d'or.

Les dispersions de mesures traduisent la *répétabilité* de l'essai de microflexion, car les essais ont été effectués successivement avec des paramètres d'essais inchangés. Des erreurs systématiques peuvent donc ne pas être détectées. Si l'on se réfère aux développements de la partie II.1, nous pouvons cependant estimer que l'incertitude de mesure, liée au processus et à la maîtrise de la géométrie de l'éprouvette, est globalement du même ordre de grandeur que cette dispersion statistique. En effet, le facteur déterminant pour la justesse des résultats est la qualité des ancrages, avec notamment une prise en compte de sa souplesse. Les résultats présentés au paragraphe II.1.2.3 mettent en évidence une incertitude qui peut atteindre plus de 10 % sur la détermination des propriétés mécaniques en raison de ce point précis. Dans le cas des poutres étudiées, la qualité des encastresments est justement l'un des aspects de la réalisation technologique qui est à améliorer (*cf.* § II.3.2.3 et les conséquences sur le gonflement de membrane dans le paragraphe suivant).

¹¹C'est pour cette raison que les valeurs apparaissant sur les figures III1 - 3 et III1 - 4b ne semblent à priori pas concordantes : la première figure présente les valeurs brutes, incluant des flèches pour lesquelles la raideur n'est plus constante.

TAB. III1 - c – Résultats des essais de gonflement de membrane réalisés à l'INL sur les éprouvettes en or électrolytiques. L'auteur a considéré un coefficient de Poisson valant $\nu = 0,44$.

Éprouvette	E (GPa)	$u(E)$ (GPa)	σ_0 (MPa)	$u(\sigma_0)$ (MPa)
carré 1	82	23	113	15
carré 2	23	8	145	12
cercle 4	28	6	153	13

III.1.1.4 Comparaison avec une caractérisation par gonflement de membrane

Des éprouvettes dédiées à une caractérisation par gonflement de membrane ont été réalisées sur les mêmes substrats que les éprouvettes de microtraction et de microflexion. Les essais ont été réalisés par Paolo Martins au laboratoire INL dans le cadre d'une thèse encadrée par Christophe Malhaire. Ce paragraphe présente des résultats publiés par ailleurs [Martins 09]. Le gonflement de membrane est un essai qui s'appuie sur une sollicitation en flexion, en considérant non pas une poutre autoportante mais une membrane. Une différence de pression est créée entre les deux faces de la membrane, de manière à appliquer une force répartie sur l'ensemble de la membrane. La flèche — la valeur maximale atteinte au centre de la membrane — est enregistrée à l'aide d'un profilomètre optique. La courbe caractéristique d'un essai de gonflement de membrane est donc la flèche enregistrée en fonction de la différence de pression. Les grandeurs qui peuvent être déterminées à partir d'un tel essai sont principalement le module d'élasticité biaxial E_b et la contrainte résiduelle σ_0 en tension présente dans le film. En faisant varier les géométries de membranes rectangulaires (soit le ratio largeur sur longueur), il est possible de déterminer le coefficient de Poisson ν .

Dans le cadre des essais réalisés sur l'or électrolytique, le nombre d'éprouvettes qui ont pu être sollicitées avec succès est réduit, en raison de la faible adhérence de la couche d'or sur le substrat silicium (*cf.* II.3.2.3). Le gonflement de la membrane est en effet particulièrement sensible à la qualité des encastresments. Au final, deux membranes carrées et une membrane circulaire sont exploitées.

Les flèches demeurent inférieures à $15\ \mu\text{m}$, en raison d'une pression admissible limitée pour conserver l'intégrité de l'éprouvette. Les résultats obtenus¹² sont présentés dans la table III1 - c.

La forte incertitude sur le module d'élasticité est en partie due à des imprécisions dans la modélisation de la déformation d'une membrane en faible déformation.

¹²Pour plus de précisions sur les conditions expérimentales et l'originalité de la méthode suivie, nous encourageons le lecteur à consulter [Martins 09].

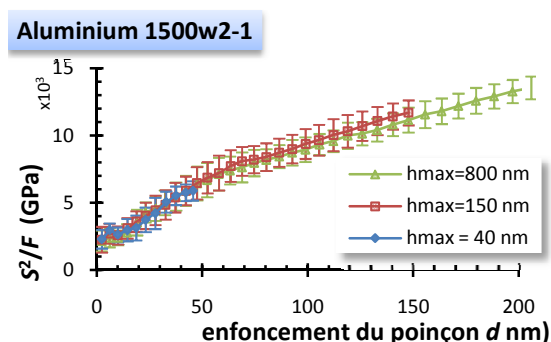
III.1.2 Aluminium pulvérisé

III.1.2.1 Essais de nanoindentation

Des essais de nanoindentation ont été réalisés sur les couches d'aluminium au niveau des ancrages (couche déposée sur un substrat en silicium, considéré comme étant un solide semi-infini élastique linéaire et homogène). La surface d'essai a été sélectionnée en dehors de la zone sur laquelle le patin en téflon a été mis en contact.

		$\bar{X}$	$U^A(X)$
C	(GPa)	20,1	2,5
P_{max}	(mN)	0,045 5	$4,3 \times 10^{-3}$
d_{max}	(nm)	46,1	0,9
S	(kN/m)	23,7	1,5
W_{rev}	(pJ)	0,058	0,009
W_{tot}	(pJ)	0,92	0,09

(a) paramètres extraits



(b) mise en évidence de l'influence du substrat

FIG. III1 - 6 – Nanoindentation sur film d'aluminium (éprouvette 1500w2-1, poinçon Berkovich, taux de déformation $SR = 0,05 \text{ s}^{-1}$). Une influence du substrat est observée dès 3 % de l'épaisseur de la couche. Un effet de taille (spécifique à la nanoindentation) est constaté sur les mesures de dureté qui empêche l'utilisation du critère S^2/F . Les propriétés présentées dans la table (a) sont obtenues sur une campagne à 40 nm de profondeur, induisant une très forte dispersion.

S'affranchir de l'influence du substrat pour la détermination des propriétés caractéristiques de la couche d'aluminium s'avère, pour plusieurs raisons, plus difficile à obtenir que pour l'or électrolytique :

- l'épaisseur étant plus faible, la profondeur relative sur laquelle il est possible de travailler se trouve réduite. Or, comme dans le cas de l'or, les premiers nanomètres ne sont pas exploitables en raison de la forte dispersion liée tant à la rugosité de surface qu'aux défauts de pointe. Un premier intervalle de profondeur peut donc être identifié,
- l'occurrence d'un effet de taille spécifique à l'essai d'indentation instrumentée est constatée sur les éprouvettes d'aluminium¹³. Cela se traduit par une surestimation initiale de la dureté H , qui décroît progressivement vers une valeur asymptotique. En conséquence, la constance du rapport S^2/F , proportionnel à E^2/H , n'est pas utilisable directement.

C'est pourquoi un ensemble de trois séries d'essais a été réalisé. La première, à forte profondeur, met en évidence l'influence du substrat. Une profondeur maximale de 40 nm est identifiée pour l'obtention des grandeurs caractéristiques de la couche mince, notamment en termes d'élasticité. En revanche, cette profondeur n'est pas suffisante pour obtenir une estimation du comportement plastique représentative du matériau homogène. Une

¹³L'effet de taille de l'aluminium est un phénomène aujourd'hui fréquemment identifié [Nix 98, Gerberich 02].

1500w2-1, Essai n°17

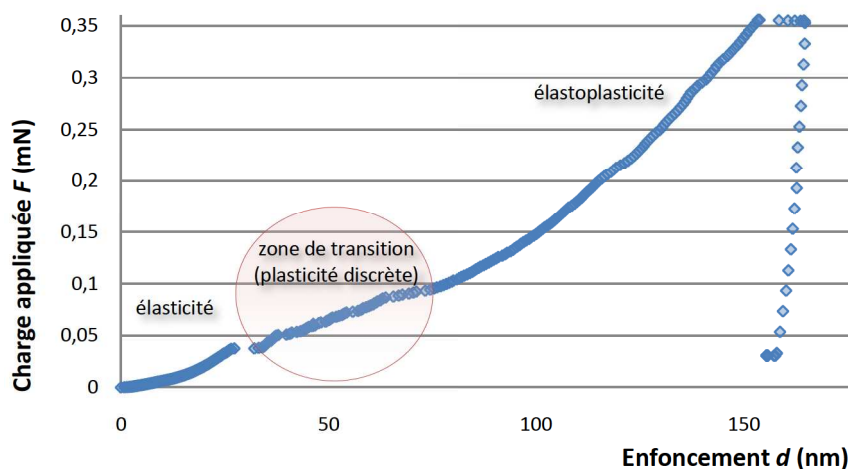


FIG. III1 - 7 – Courbe charge-déplacement typique d'un essai d'indentation sur l'aluminium. Une occurrence discrète de la plasticité se manifeste au travers des excursions visibles sur la courbe de charge. Il s'agit d'une zone de transition entre un comportement élastique (type contact de Hertz) et un comportement élastoplastique représentatif d'un essai de pénétration avec un poinçon pointu.

troisième série d'essai à 150 nm a donc été réalisée spécifiquement pour la mesure des propriétés plastiques. Quoiqu'il en soit, ces profondeurs de contact extrêmement faibles impliquent une très forte dispersion sur les mesures, liée entre autre à la rugosité de surface et son interaction avec la pointe.

Un exemple de courbe d'indentation est donné en figure III1 - 7. Les discontinuités visibles sur la courbe de charge sont liées à une occurrence discrète de plasticité, liée à « l'effet de taille » évoqué précédemment. Avant la première excursion, la courbe charge-déplacement est caractéristique d'un contact sphérique élastique. Nous reviendrons sur une possible exploitation de ce phénomène dans les chapitres suivants.

III.1.2.2 Essais de microtraction

Les éprouvettes d'aluminium sont issues de plusieurs tranches de silicium avec trois épaisseurs différentes. Les tables III1 - d(a), (b) et (c) présentent respectivement les paramètres et résultats — tels que définis dans le paragraphe précédent — pour les éprouvettes de 800 nm, 1 000 nm et 1 500 nm d'épaisseur. La figure III1 - 8 est une courbe représentative du comportement caractéristique des éprouvettes d'aluminium lors de cette campagne d'essais. Trois phases distinctes sont systématiquement observées :

1. une phase d'élasticité linéaire. Aucune déformation résiduelle n'est observée en cas de décharge,
2. une phase de consolidation, où une déformation irréversible apparaît,
3. une longue phase de déconsolidation, pouvant aller jusqu'à des allongements à rupture de l'ordre de 20 à 30 %.

TAB. III1 - d – Résultats obtenus sur des éprouvettes d'aluminium pulvérisé. E est le coefficient directeur de la partie linéaire des courbes, σ_y la contrainte seuil pour une déformation irréversible valant $\varepsilon_p = 0,2\%$, σ_{max} la contrainte maximale enregistrée au cours de l'essai, σ_{Rup} et ε_{Rup} la contrainte et la déformation à rupture. Toutes ces grandeurs sont issues de la caractéristique rationnelle des matériaux sollicités. Les paramètres géométriques sont la largeur de la partie utile w_u , la longueur équivalente L_{eq} ; les paramètres d'essais se résument principalement à la vitesse de sollicitation — à savoir SR , pour *Strain Rate*. Les incertitudes sur la détermination de chaque paramètre sont étudiées par la suite.

(a) Éprouvettes de 800 nm

	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	ε_{rup}
800w1-1	288	2 787	167	58,0	162	176	100	0,207
800w1-2	288	2 787	1 100	54,3	228	289	210	0,111
800w3-1	380	2 866	140	67,6	183	214	155	0,117
800w3-2	480	2 831	110	68,4	158	220	126	0,156

(b) Éprouvettes de 1 000 nm

	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{Rup} (MPa)	ε_{Rup}
1000w2-1	183	2 736	95	69,5	120	142	57	0,155
1000w2-d	278	2 930	177	57,9	160	193	xx	xx
1000w2-3	182	2 735	94	65,7	130	170	75	0,24

(c) Éprouvettes de 1 500 nm

	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{Rup} (MPa)	ε_{Rup}
1500w2-1	482	2 832	89	74,0	146	179	140	0,277
1500w2-2	182	2 735	171	71,9	171	203	94	0,174
1500w3-1	186	2 775	237	71,3	156	211	150	0,205
1500w3-d	284	2 970	222	69,7	160	222	180	0,085

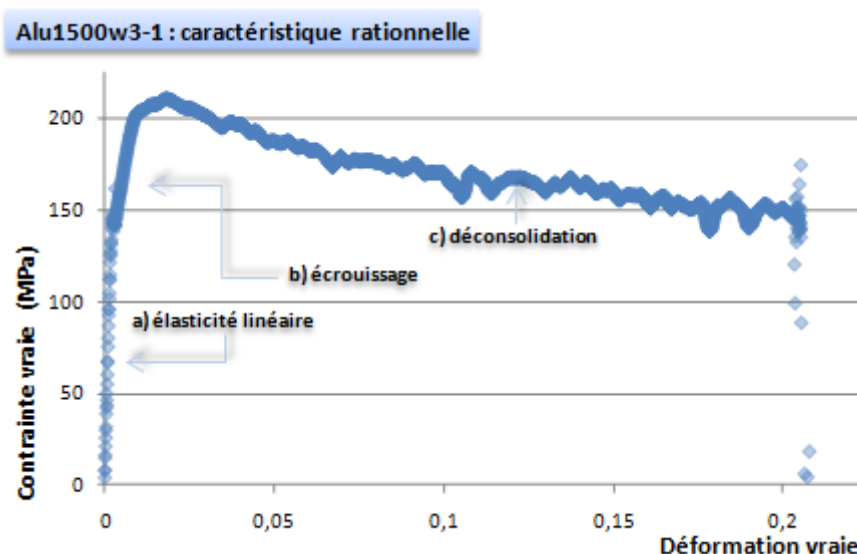


FIG. III1 - 8 – Essai de traction caractéristique obtenu sur une éprouvette d'aluminium autoportante. Trois phases distinctes apparaissent systématiquement : élasticité linéaire, écrouissage, et une longue phase de déconsolidation (ici, l'allongement à rupture atteint plus de 20 %).

Compte tenu du faible nombre d'éprouvettes sollicitées en regard des variations imposées à certains paramètres, une évaluation statistique est proposée (méthode de Student sur de très faibles quantités d'échantillons) mais doit être considérée avec précaution. Par ailleurs, la reproductibilité de la platine de microtraction a été étudiée au travers des éprouvettes d'or électrodéposé. Dans le cas de l'aluminium, nous nous sommes attachés à analyser plus en détail l'influence de divers paramètres d'essais sur les mesures des propriétés mécaniques, comme la vitesse de déformation. L'influence de l'épaisseur a également été observée, notamment au travers de la fabrication de plusieurs lots d'éprouvettes avec des dépôts d'aluminium d'épaisseur différente.

Les incertitudes de lecture dépendent principalement de la nature du paramètre que l'on cherche à déterminer :

- Le module d'élasticité E est déterminé à l'aide d'une régression linéaire sur les points constituant la première partie, réversible, des courbes de traction. La valeur présentée dans les tableaux récapitulatifs III1 - d est obtenue sur la plage de points qui maximise le coefficient de corrélation linéaire r^2 .
- Les différents niveaux de contrainte, quant à eux, sont des lectures « ponctuelles » sur la courbe. En conséquence, l'imprécision sur la détermination de ce paramètre est directement liée au niveau de bruit enregistré¹⁴. Ce dernier est considéré comme un bruit blanc gaussien de moyenne nulle, que nous caractériserons donc par un écart-type ς_b . Il est dépendant de la section de l'éprouvette, dans la mesure où nous

¹⁴L'estimation de l'allongement à rupture ε_{Rup} est également dépendante du bruit sur la mesure de déplacement. Ce dernier est négligeable. La source de l'imprécision, dans ce cas là, est liée à la vitesse de fissuration qui n'est pas instantanée et n'a pas été considérée dans le cadre de cette étude. Elle demeure en effet très faible devant la dispersion constatée d'une éprouvette à l'autre.

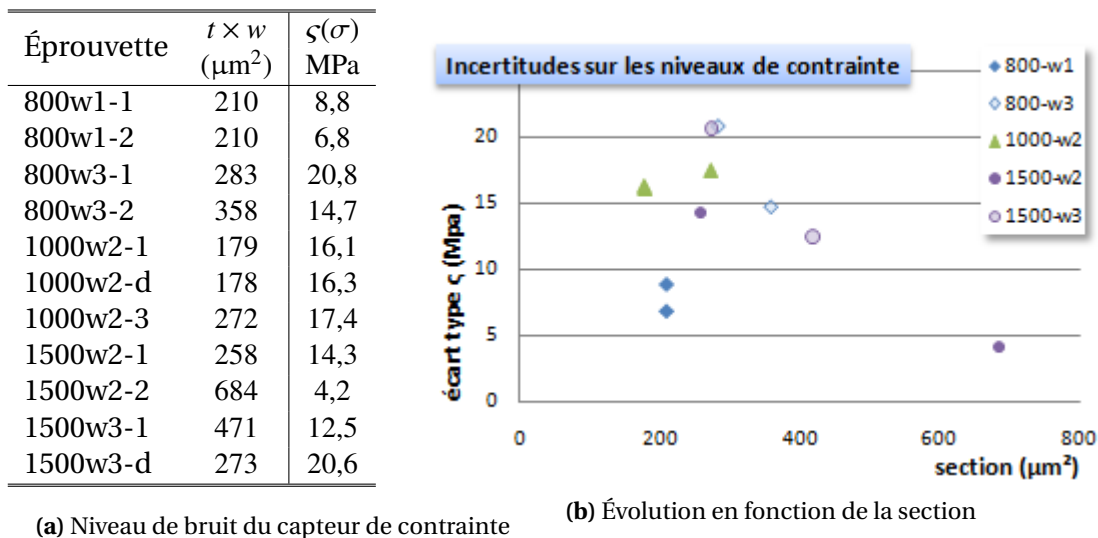


FIG. III1 - 9 – Niveau du bruit sur les mesures de contraintes en fonction de la section des éprouvettes.

considérons directement le bruit sur les niveaux de contrainte calculés et non les mesures de force. Les écarts types caractéristiques de ce bruit sont présentés dans la table de la figure III1 - 9. Hormis pour le premier lot d'éprouvettes de 800 nm d'épaisseur, la corrélation attendue apparaît entre les niveaux de bruit et la section des éprouvettes.

De plus, ces résultats intègrent des essais réalisés à différents stades du développement de la platine. Notamment, la prise en compte de la température dans les essais¹⁵ n'est pas effective pour toutes les éprouvettes (55 % environ sont ici exploitées sans analyse de la température), et induit donc une dispersion supplémentaire liée à l'évolution du banc de mesure.

L'impact de la géométrie de l'éprouvette (notamment l'épaisseur des couches minces) sera discutée plus avant. Toutefois, une dispersion relativement importante est constatée sur les éprouvettes de même épaisseur. En particulier, dans le cas des éprouvettes avec $t = 800$ nm, les mesures du module d'élasticité semblent être fonction de la tranche de silicium dont elles sont issues. Une étude plus approfondie sera ici nécessaire pour déterminer si cette dispersion provient d'une mesure de l'épaisseur incorrecte ou du procédé de fabrication lui-même. Ce second cas implique une fluctuation des propriétés mécaniques d'un substrat à l'autre qui pourrait être liée à des variations (ou dérives) dans le procédé de fabrication. Sur ce point, nous noterons que plus les éprouvettes sont fines, plus l'influence d'une erreur commise sur l'estimation de l'épaisseur sera grande. L'influence grandissante d'effets surfaciques sur les mesures est également un élément à considérer, telle la rugosité qui induit une augmentation relative des variations d'épaisseurs.

Enfin, il est nécessaire de prendre en compte les différentes vitesses de sollicitation dans l'analyse des dispersions qui vient d'être ici évoquée. En effet, les vitesses étant différentes

¹⁵Cette fonctionnalité du banc de mesure a été introduite à la fin de l'année 2008, suite à la caractérisation thermique présentée dans le chapitre II.2.2.3.

TAB. III1 - e – Incertitude relative $u(\sigma)$ sur les niveaux de contrainte dans le cas de l'aluminium pulvérisé. Cette incertitude est estimée à partir de l'équation III1.1. L'incertitude liée au *milieu* (température) est indiquée lorsqu'il y a au moins enregistrement de la température initiale et de la température finale. Sinon, l'incertitude liée à cette grandeur est considérée égale à la moyenne des autres.

Éprouvette	t (μm)	w_u (μm)	F (mN)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$)	$u(\sigma)$ ($\%_{\sigma}$)
800w1-1	0,73	288	34,1	xx	6,86
800w1-2	0,73	288	47,9	0,014	5,45
800w3-1	0,75	380	51,9	0,387	7,74
800w3-2	0,75	480	56,6	0,479	8,26
1000w2-1	0,98	183	21,5	xx	5,45
1000w2-d	0,98	182	28,5	0,247	8,72
1000w2-3	0,98	278	35,4	0,122	6,11
1500w2-1	1,42	482	99,9	xx	6,61
1500w2-2	1,42	182	44,2	xx	6,96
1500w3-1	1,47	186	42,7	0,203	6,69
1500w3-d	1,47	284	66,8	0,349	6,67

d'une éprouvette à l'autre, une corrélation entre les variations de ce paramètre et celles des mesures doit être étudiée pour différencier son influence d'une erreur aléatoire.

L'ensemble de ces incertitudes, de nature expérimentale, s'ajoute aux incertitudes de type B identifiées dans la partie précédente (chapitres II.2 et II.3). Sur les niveaux de contrainte, le calcul de l'incertitude composée de ces différentes sources peut être réalisé à l'aide de l'équation III1.1. L'incertitude évolue entre 5 % et 8,5 % (avec une valeur moyenne de 6,9 %). Comme pour l'or, la principale source d'imprécision est l'estimation de l'épaisseur. Les termes supplémentaires ne sont toutefois plus négligeables, comme l'illustre le tableau III1 - e.

La température joue un rôle d'autant plus important que la durée des essais est cette fois-ci supérieure à 10 min. En conséquence, l'application de la dérive thermique telle qu'elle a été estimée au chapitre II.2 est sujette à caution : en l'état actuel, nous n'avons pas déterminé avec suffisamment de précision les constantes de temps de la compensation électronique du capteur à une dérive en température.

L'incertitude sur l'estimation de la déformation est également un paramètre qui doit être considérée. Cependant, la principale source d'imprécision sur la mesure de déformation est liée à la rigidité du bâti (*cf.* § II.2.3), et est directement dépendante du rapport entre la raideur de l'éprouvette et celle du bâti. En conséquence, les éprouvettes d'aluminium possédant une section nettement plus réduite que les éprouvettes d'or électrolytique sollicitées dans le cadre de cette étude, l'incertitude sur les mesures de déformation est de l'ordre de : $u(\varepsilon)_{K_f} \approx 1,2 \%$ pour les sections les plus larges.

Pour conclure, l'incertitude composée sur le coefficient directeur de la portion représentant le comportement élastique du matériau vaut :

$$u(E) = \sqrt{u(\sigma)^2 + u(\varepsilon)^2} \approx 7\% \quad (\text{III1.3})$$

L'incertitude sur l'estimation des propriétés élastiques de l'aluminium est similaire à celle de l'or. En effet, bien que l'imprécision relative à la déformation du bâti soit réduite dans le cas de l'aluminium, la durée des essais impliquent une nette augmentation de la contribution de la température sur l'imprécision composée globale.

Si les actions recommandées pour améliorer la qualité des essais sur les éprouvettes d'or sont également valides pour l'aluminium, l'accent devra être mis également en priorité sur la maîtrise des données issues du capteur de force et notamment sa dérive en température.

— Filtre numérique —

Compte tenu des petites dimensions des sections de ces éprouvettes, les niveaux de force enregistrés lors des essais sont demeurés relativement faibles par rapport au calibre du capteur de force (1,5 N). Pour les éprouvettes de section $S = 200 \mu\text{m}^2$, le niveau du signal ne dépasse pas 2,5 % de l'amplitude pleine échelle (soit 37 mN).

Dans cette gamme de mesures, le rapport signal sur bruit est particulièrement faible. Pour cette raison, un filtre numérique (filtre à réponse impulsionnelle finie, ou « filtre RIF ») a été utilisé pour éliminer la majeure partie du bruit des courbes obtenues lors de la caractérisation de l'aluminium¹⁶. Un exemple d'application du filtre est présenté en figure III1 - 10. Les caractéristiques du filtre sont pour leur part présentées en annexe A.8.

Le filtre est appliqué à partir du début de l'écrouissage observé dans la phase de consolidation. En effet, le filtre RIF, stable et facile à mettre en œuvre, nécessite un grand nombre d'échantillons pour diminuer la taille de la bande de rejet, ce qui n'est pas compatible avec l'observation de phénomènes transitoires, en particulier lors de la transition élasto-plastique.

¹⁶L'application du filtre intervient après avoir recalé les courbes, et avant la détermination des propriétés mécaniques caractéristiques.

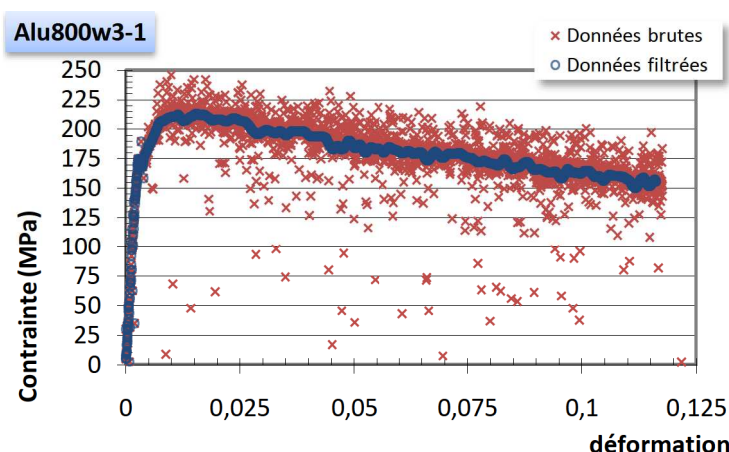


FIG. III1 - 10 – Exemple d'application du filtre numérique non causal (type RIF) pour supprimer le bruit de mesure sur les courbes caractéristiques des éprouvettes d'aluminium les plus fines.

Double congé de raccordement et longueur équivalente

La mesure de déplacement étant une mesure de déplacement globale entre mors, il est nécessaire de prendre en compte la variation de section liée aux congés de raccordement dans l'estimation des propriétés mécaniques (*cf.* le §II.3.1.2 à ce sujet). Pour réduire cette erreur systématique, nous avons proposé l'utilisation d'une longueur équivalente L_{eq} en lieu et place de la longueur de la partie autoportante L . Cette longueur se calcule à partir d'un polynôme fonction de la largeur utile de l'éprouvette que nous avons noté $G(w_u)$.

De manière à valider expérimentalement cette approche, deux éprouvettes d'aluminium ont été sollicitées successivement, dans les mêmes conditions d'essais¹⁷. La première possède un double congé, et la deuxième possède des encastresments droits, comme illustré sur la figure III1 - 11.

Les courbes présentées en figure III1 - 12a et III1 - 12b mettent en évidence l'influence de la correction apportée par application du polynôme $G(w_u)$. Comme attendu, les raccords n'influent pas sur les niveaux de contrainte seuil et maximal, mais sur le module E et, dans une moindre mesure, sur l'estimation du coefficient d'écrouissage N .

D'autre part, l'efficacité de la présence du double congé de raccordement pour diminuer les concentrations de contrainte au voisinage des encastresments est également illustrée par la comparaison de la rupture des deux éprouvettes :

- l'allongement à rupture de l'éprouvette « 1500w3-d » vaut $\varepsilon_p(1500w3-d) = 8,5 \%$, à comparer à l'allongement à rupture de l'éprouvette avec une zone de transition optimisée : $\varepsilon_p(1500w3-1) = 20,5 \%$, soit une rupture apparaissant à seulement 40 % de la précédente¹⁸,

¹⁷Ces éprouvettes sont référencées dans la table III1 - ec sous les dénominations « 1500w3-1 » et « 1500w3-d ».

¹⁸Nous soulignons ici qu'une observation optique préalable des éprouvettes n'a révélé aucun défaut macroscopique apparent pour aucune des deux éprouvettes qui aurait pu fausser cette comparaison.

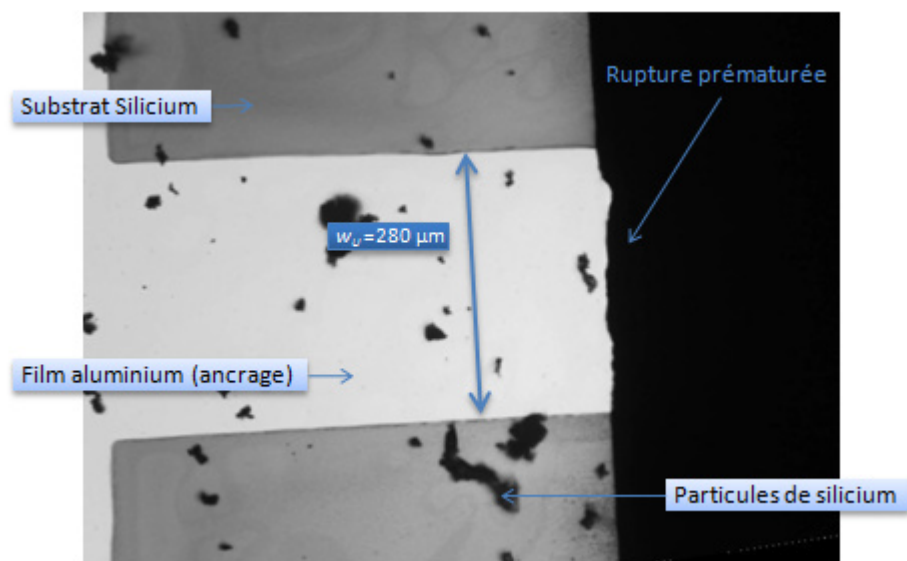
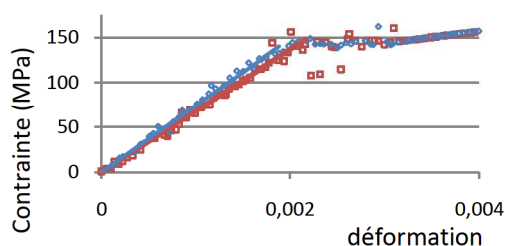
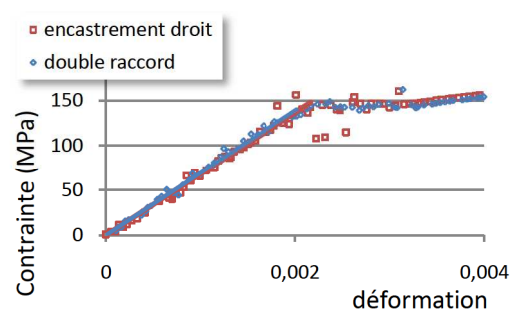


FIG. III - 11 – Micrographie d'un encastrement droit sur une éprouvette d'aluminium témoin. L'épaisseur de l'éprouvette vaut $t = 1,5 \mu\text{m}$. Le substrat en silicium apparaît sous forme de zones plus foncées. Les particules sombres sont des résidus de silicium issus de la découpe des bras de maintien. La rupture s'est produite très exactement à l'encastrement, pour un allongement à rupture de l'ordre de 40 % de la valeur constatée sur des éprouvettes à double congé.

Partie élastique de $\sigma(\epsilon)$



(a) Pas de correction vis-à-vis des congés de raccordement.



(b) Correction $L_{eq} = L \times G(w_u)$.

FIG. III - 12 – Essais de traction réalisés sur deux éprouvettes issues du même substrat ($t = 1,5 \mu\text{m}$), l'une avec des encastres droits et l'autre avec un double raccord. La sous-figure (a) présente les courbes brutes, et la sous-figure (b) les courbes avec prise en compte de la correction analytique L_{eq} . L'écart entre les modules est réduit de 9,4 % à 2,6 % à l'aide de cette correction (écart inférieur à la précision de mesure). Le seuil de plasticité est inchangé.

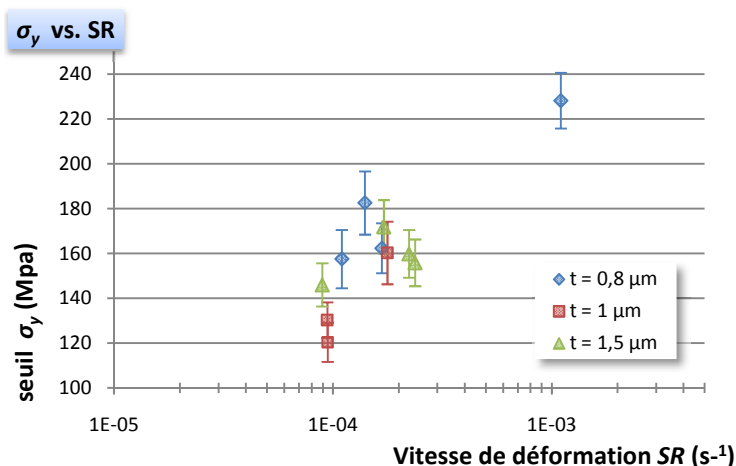


FIG. III1 - 13 – Influence de la vitesse de sollicitation sur la mesure des niveaux de contraintes. Ici, le seuil de plasticité σ_y est représenté en fonction de la vitesse de déformation SR mesurée à posteriori pour chaque essai.

- la rupture sur l'éprouvette à encastrement droit s'est produite très exactement au niveau de l'encastrement, ce qui confirme la présence de concentrations de contrainte élevées dans cette zone.

La diminution des concentrations de contraintes induite par l'utilisation d'un double congé de raccordement est nécessaire, compte tenu des ruptures prématurées constatées sur les éprouvettes qui en sont dépourvues. De plus, l'utilisation de la correction analytique $G(w_u)$ pour prendre en compte l'influence de ces congés sur l'estimation des propriétés mécaniques est donc ici validée par l'expérience, puisque l'écart résiduel entre les modules estimés sur les deux éprouvettes est nettement inférieur à l'incertitude de mesure estimée précédemment avec l'utilisation du polynôme $G(w_u)$, alors que l'écart initial était significatif.

— Influence de la vitesse de déformation —

La vitesse de sollicitation peut modifier la réponse mécanique enregistrée au cours d'un essai. En particulier, des vitesses de déformation élevées ont tendance à augmenter les niveaux de contrainte d'écoulement plastique dans le film mince. L'aluminium est également connu pour avoir un domaine de vitesse de sollicitation dans lequel on observe l'occurrence d'une déformation superplastique — notamment lorsqu'il possède une microstructure homogène à grains fins (de diamètre inférieur à $10 \mu\text{m}$).

Dans le cadre des essais réalisés lors de cette étude, l'influence de la vitesse de sollicitation sur la mesure du seuil de plasticité σ_y est présentée sur la figure III1 - 13 : on peut supposer une sensibilité positive du seuil d'écoulement à la vitesse de déformation, notamment avec l'essai pratiqué à une vitesse de déformation valant $SR = 1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

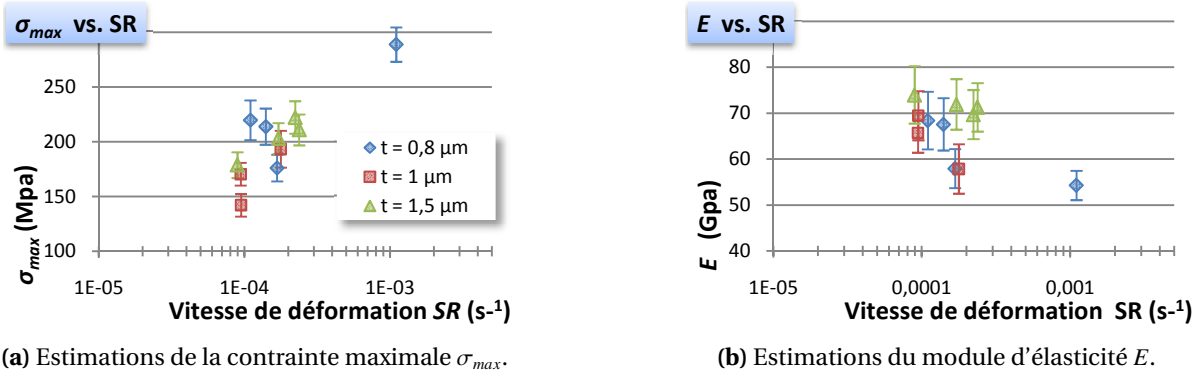


FIG. III-14 – Représentation des estimations de la contrainte maximale σ_{max} et du module d'élasticité E en fonction de la vitesse de sollicitation exercée. Pour l'estimation du module, les barres d'erreurs représentent l'amplitude de l'intervalle sur lequel le coefficient de corrélation de la régression linéaire dépasse 99 % de sa valeur maximale. Dans le cas de la contrainte maximale, elles représentent le niveau de bruit résultant du bruit blanc gaussien du capteur de force.

De manière générale, la dépendance à la vitesse de déformation s'exprime sous la forme suivante :

$$\sigma_y = K \dot{\epsilon}^m \quad (\text{III.1.4})$$

où m est la sensibilité à la vitesse de déformation et K un terme constant du matériau (pour une température et une microstructure données). Toutefois, le coefficient de corrélation issu d'une telle loi sur les données actuellement en notre possession vaut : $r^2 \approx 0,69$ pour une sensibilité de $m = 0,20$. Une si faible valeur de corrélation peut provenir d'une forme mathématique inadaptée à la réalité expérimentale de l'essai, ou du fait que d'autres paramètres signifiants influent sur le seuil d'écoulement de l'aluminium (épaisseur par exemple).

Dans le cas présent, un éventuel effet de taille peut être évoqué, ainsi que l'influence importante de certains phénomènes surfaciques pour les éprouvettes de faible épaisseur.

La contrainte maximale évolue de la même manière que la contrainte d'écoulement, comme le montre la figure III-14a (ce qui signifie la relative indépendance du coefficient d'écrouissage aux variations de la vitesse de sollicitation).

Le module d'élasticité, pour sa part, semble faire preuve d'une faible sensibilité négative à la vitesse de sollicitation (figure III-14b). Toutefois, si la mesure du module obtenue à une vitesse de déformation $SR = 1,1 \text{ s}^{-1}$ est exclue de cette analyse, aucune variation significative du module n'est enregistrée avec le taux de déformation. Une conclusion sur cette dépendance est actuellement délicate à mettre en exergue : il serait nécessaire de réaliser des essais de microtraction sur une plus large gamme de vitesses de sollicitations.

En revanche, la dispersion sur l'allongement à rupture est trop importante pour distinguer une éventuelle corrélation entre cette grandeur et la vitesse de sollicitation. Un trop grand nombre de paramètres intervient au regard du faible nombre d'échantillons (en

particulier, certaines éprouvettes possèdent des encastresments droits, et la présence de défauts traversant de différentes tailles a été identifiée sur d'autres).

 Bien qu'un faible nombre d'éprouvettes ait été analysé, les mesures des différents paramètres caractéristiques des courbes expérimentales sont cohérentes. En particulier, la dispersion de mesure est suffisamment faible pour observer la sensibilité de ces grandeurs caractéristiques aux paramètres d'essais. Un plus grand nombre d'essais est maintenant nécessaire pour distinguer l'effet de la vitesse de sollicitation d'autres effets comme la mise en évidence d'un éventuel effet de taille.

Les paragraphes suivants s'attachent à analyser le comportement mécanique de ces éprouvettes, avec notamment l'étude d'un éventuel effet de taille ou des liens de causalité entre les caractéristiques de la microstructure et les propriétés mécaniques.

DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES

L'élasticité des matériaux étudiés se caractérise par deux grandeurs principales, à savoir le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν (nous faisons pour l'instant l'hypothèse que les matériaux sollicités sont isotropes).

Ce chapitre présente donc les valeurs du module d'élasticité obtenues à l'aide des différentes caractérisations, précise les sources d'incertitude identifiées, et analyse un éventuel effet de taille. Il réalise une première synthèse sur les différentes techniques, en apportant un regard critique sur les performances relatives de chacune.

À propos du coefficient de Poisson, plusieurs méthodes complémentaires sont exploitées pour déterminer ce coefficient, et la précision d'une telle approche est discutée à la lumière des différentes imprécisions de mesure.

III.2.1 Module d'élasticité E , comparatif des résultats

Dans le cas de l'or, il a été possible de le caractériser à l'aide des techniques de nanoindentation, de microtraction et par microflexion. Les essais de gonflement de membrane réalisés à l'INL (dans le cadre de la thèse de Paolo Martins) sont également un élément possible de comparaison sur des éprouvettes issues des mêmes lots que celles présentées dans le cadre de cette étude.

Pour l'aluminium, les éprouvettes fabriquées n'ont pas été conçues pour la réalisation d'essais de microflexion, ni de gonflement de membrane. Seuls les résultats de nanoindentation et de microtraction sont donc présentés.

En revanche, seule la microtraction a pu être exploitée sur les éprouvettes bicouches de cuivre. Dans la mesure où ces essais sont exploités de manière qualitative seulement, nous ne ferons qu'évoquer les résultats obtenus, de manière à souligner la faisabilité de certaines caractérisations.

L'obtention du module d'élasticité à partir des courbes caractéristiques de la microtraction se fait de manière directe, en analysant la partie initiale des courbes. Le module d'élasticité, par construction de l'essai (*cf.* §I.3.3), est directement la pente de cette partie linéaire. Nous assimilons donc le module à une grandeur caractéristique de l'essai. C'est pourquoi les résultats de la caractérisation de E à partir de la microtraction sont présentés dans le chapitre précédent.

III.2.1.1 Essais de nanoindentation, différentes méthodes

—— Chargement avec un poinçon pointu ——

Le module d'élasticité réduit E_{eq} est calculé de deux manières différentes. Ce module tient compte de la déformation du matériau sollicité et de celle du poinçon. De plus, la sollicitation étant normale au plan, c'est le module *biaxial*, que nous désignerons par la suite E_b , qui est pris en compte (équation présentée dans le paragraphe I.3.1.2) :

$$\begin{aligned}\frac{1}{E_{eq}} &= \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \\ &= \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1}{E_b}\end{aligned}\quad (III2.1)$$

où « i » signale les propriétés mécaniques du poinçon.

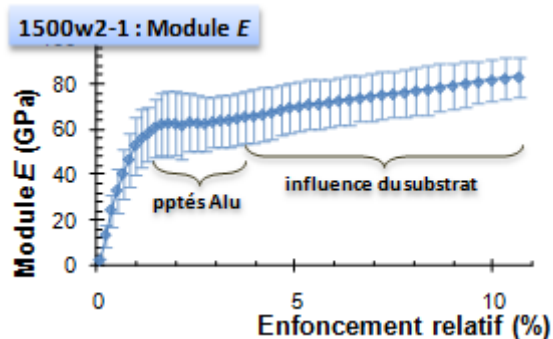
La première méthode de détermination de E_{eq} se fait en s'appuyant sur la démarche établie par Oliver et Pharr [Oliver 04] et dont le principe est présenté dans le paragraphe I.3.1.2. La seconde, dérivée de la première, s'appuie sur l'analyse des signaux issus du module harmonique¹⁹, nécessaires à l'obtention du tracé des propriétés E et H tout au long de la charge. Cette approche est particulièrement adaptée à la caractérisation des couches minces dans la mesure où elle permet l'obtention du critère S^2/F évoqué dans le chapitre III.1.

Pour l'obtention du module à la décharge (première méthode) comme pour celle du module harmonique, il est nécessaire de travailler sur des réponses non influencées par le substrat :

- Pour l'aluminium, nous nous appuyons sur la campagne réalisée avec $h_{max} = 40$ nm qui constitue un compromis entre l'influence du substrat et la dispersion à faible profondeur (cf. chapitre précédent). Pour les mesures dites « harmoniques », nous présentons une moyenne des résultats obtenus sur la campagne à 40 nm de profondeur et celle à 150 nm. Les mesures sont présentées dans la table III2 - 15b et l'évolution du module harmonique en fonction de la profondeur de pénétration est tracée en figure III2 - 15a.
- Pour l'or, la campagne à 250 nm de profondeur est suffisante pour négliger l'influence du substrat. Les mesures harmoniques sont calculées sur la plage de profondeur [235 – 245] nm. Les mesures sont regroupées dans la table III2 - 16a, et l'évolution du module harmonique apparaît sur la courbe III2 - 16b.

En ce qui concerne l'or électrolytique, l'écart constaté entre les deux méthodes de calcul est bien inférieur à l'incertitude sur les valeurs moyennes ($\Delta E_b \approx 0,3$ GPa $\ll U(E_b)$) : nous considérons les deux valeurs égales. Ce faible écart est principalement dû à la possibilité de déterminer une plage de profondeur satisfaisante pour éviter l'influence du substrat sans sacrifier à la forte dispersion caractéristique des très faibles profondeurs de pénétration.

¹⁹La raideur de contact, nécessaire à la détermination du module d'élasticité par la formule de Sneddon I3.8, est estimée à chaque instant par l'analyse harmonique de la réponse du système nanoindenteur+échantillon à une oscillation ($f=75$ Hz) de très faible amplitude (1 nm).



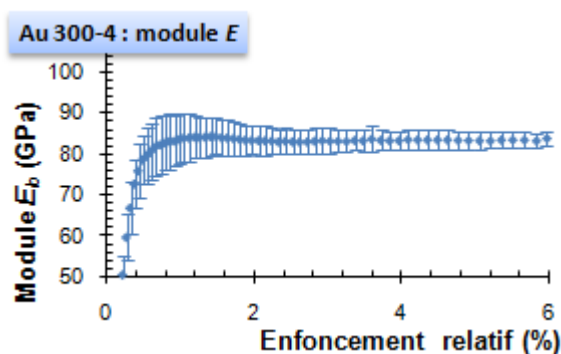
(a) Évolution du module harmonique

		E_b^1	E_b^2	ΔE_b
$\overline{E}_b$	(GPa)	65,6	71,0	4,4
$U^A(E_b)$	(GPa)	4,3	5,3	

(b) Estimations du module E

FIG. III2-15 – Éprouvette en aluminium autoportant « 1500w2-1 » : essais de nanoindentation sur un ancrage. Les estimations du module biaxial E_b — « 1 » et « 2 » désignent respectivement la méthode classique $\overline{E}$ et la méthode harmonique — sont données sous la forme d'une valeur moyenne $\overline{E}$ et d'une incertitude statistique (à 95 %) $U(E_b)$. Pour la seconde méthode, la plage d'enfoncement du nanoindenteur considérée est la plage [38 – 42] nm, soit une profondeur variant entre 2,4 % et 2,8 % de l'épaisseur de la couche. La valeur donnée est une moyenne des mesures obtenues sur les deux campagnes à 40 nm et 150 nm de profondeur maximale.

		E_b^1	E_b^2	ΔE_b
$\overline{E}_b$	(GPa)	83,7	83,4	0,3
$U^A(E_b)$	(GPa)	2,7	1,1	

(a) Estimations du module E 

(b) Évolution du module harmonique

FIG. III2-16 – Éprouvette en or autoportant « 300-4 » : essais de nanoindentation sur un ancrage. Les estimations du module biaxial E_b sont données sous la forme d'une valeur moyenne $\overline{E}$ et d'une incertitude de type A $U(E_b)$. Pour la seconde méthode, la plage d'enfoncement du nanoindenteur considérée est la plage [235 – 245] nm, soit une profondeur variant entre 5,6 % et 5,8 % de l'épaisseur. Les valeurs de module sont en GPa.

En revanche, pour l'aluminium, l'écart est plus important et est du même ordre de grandeur que l'incertitude sur les valeurs moyennes (elles-mêmes relativement élevées en raison de la forte dispersion des courbes à faible profondeur). Ainsi, bien que l'écart entre les valeurs est plus important que dans le cas de l'or, il ne peut pas être considéré comme significatif. Nous considérerons par conséquent la valeur moyenne des deux techniques.

L'équation III2.1 met en évidence la dépendance du module d'élasticité E par rapport au coefficient de Poisson ν . Le tableau III2 - a présente un résumé des valeurs du module d'élasticité que nous retiendrons pour la caractérisation des deux couches minces, aluminium et or, en utilisant des estimations du coefficient de Poisson classiquement admises pour ces deux matériaux, à savoir $\nu(\text{Al}) = 0,33$ et $\nu(\text{Au}) = 0,42$ [Courtney 90].

TAB. III2 - a – Récapitulatif des estimations du module d'élasticité E pour l'or et l'aluminium faites à l'aide du nanoindenteur. Nous avons ici considéré une valeur bibliographique pour le coefficient de Poisson.

	ν	E (GPa)	$U(E)$ (GPa)
Or électrolytique	0,42	68,8	1,6
Aluminium pulvérisé	0,33	60,9	4,3

—— Utilisation du défaut de pointe, théorie du contact de Hertz ——

Dans le cas de l'aluminium, le paragraphe précédent a mis en évidence les difficultés expérimentales rencontrées pour estimer les propriétés mécaniques de la couche à l'aide d'un poinçon pointu. Nous proposons ici d'exploiter l'une des particularités des couches minces d'aluminium pour obtenir une estimation complémentaire du module biaxial.

En effet, la figure III1 - 7 présente un essai d'indentation représentatif du comportement constaté sur l'ensemble des essais. Comme il a été mentionné précédemment, les excursions présentes sur la courbe caractéristique *charge-enfoncement* sont l'expression de l'occurrence d'une plasticité discrète : le matériau est chargé élastiquement jusqu'à ce que le volume sollicité soit suffisamment important pour activer des dislocations²⁰. Sur des éprouvettes d'aluminium massif, il est possible de constater — à partir d'une profondeur de quelques centaines de nanomètres — une stabilisation de ce phénomène pour obtenir une relation quadratique entre l'enfoncement du poinçon et la charge appliquée, caractéristique d'un chargement élastoplastique avec un poinçon pointu.

En revanche, avant la première occurrence de plasticité, le chargement est élastique. Si l'on considère de plus que le poinçon, d'un point de vue technologique, est une pointe émoussée sur quelques nanomètres, il est dès lors envisageable de considérer ce chargement initial comme une mise en charge élastique de type sphère-plan, caractérisable par la théorie

²⁰Dans les premiers instants de l'essai, à très faible charge, la probabilité qu'une source de dislocation soit activée est statistiquement plus faible que pour une sollicitation exercée à une échelle suffisamment importante pour être représentative d'un matériau homogène.

de Hertz décrite dans le paragraphe I.3.1.2. Dans le cas d'un tel chargement, la relation entre la charge appliquée F et le déplacement résultant de la sphère d vaut (équation I3.4) :

$$F = E_{eq} \frac{4\sqrt{r_i}}{3} d^{3/2} \quad (\text{III2.2})$$

Cette caractérisation nécessite de disposer d'une évaluation de la fonction de dépendance entre l'enfoncement du poinçon, d , et la forme du contact. En général, l'extrémité émoussée du poinçon est assimilée à une portion de sphère, de rayon r_i ou à une portion d'ellipsoïde [Charleux 06]. Dans la mesure où il s'agit d'une pointe Berkovich relativement petite, nous proposons d'utiliser une méthode indirecte pour la détermination de cette relation, qui n'implique pas nécessairement une forme particulière du poinçon. Pour ce faire, nous proposons de s'appuyer notamment sur la bonne qualité des résultats obtenus sur l'or électrolytique²¹ (avec un positionnement des empreintes au centre de chaque grain) qui présentent également un domaine de quelques nanomètres où la déformation est principalement élastique.

La démarche suivie s'articule autour de l'identification d'une loi de type :

$$P = E_{eq} K d^{3/2} \quad (\text{III2.3})$$

où K est indépendant du matériau sollicité. Cette constante ne rend compte que de la relation entre l'aire de contact et le déplacement du poinçon. L'analyse s'effectue en deux temps :

1. le domaine de déformation purement élastique est identifié sur l'or. Une régression logarithmique est effectuée : le coefficient directeur vaut $3/2$, et l'ordonnée à l'origine vaut $\ln E_{eq} + \ln K$. Ce dernier terme est déterminé en considérant le module calculé sur l'or par la méthode harmonique à faible profondeur,
2. la même analyse est ensuite effectuée sur le matériau dont on recherche le module (ici, l'aluminium). K étant considéré indépendant du matériau sollicité, l'estimation de l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire permet dès lors d'obtenir une estimation du module réduit E_{eq} .

Environ 40 % des essais réalisés ne disposent pas d'une plage de profondeur suffisante pour déterminer le module de cette manière, la première excursion ayant lieu dès les premiers nanomètres. Sur les autres, l'estimation du module à l'aide de la démarche exposée, E_b^h donne :

$$E_b^h \approx 65,7 \pm 5,9 \text{ GPa} \quad (\text{III2.4})$$

Cette démarche ne semble pour l'instant pas concluante, malgré l'obtention d'un ordre de grandeur correct ($E_b = 65,7 \text{ GPa} \Rightarrow E = 58,5 \text{ GPa}$). En effet, elle ne permet pas une diminution de la dispersion de mesure d'une part, et sous-estime le module d'autre part.

²¹Cette bonne qualité est assurée par 1) la concordance des deux méthodes d'évaluation de E , 2) la faible dispersion des mesures et 3) la très forte valeur du coefficient de corrélation lors de la régression linéaire entre la charge appliquée et le carré de l'enfoncement du poinçon.

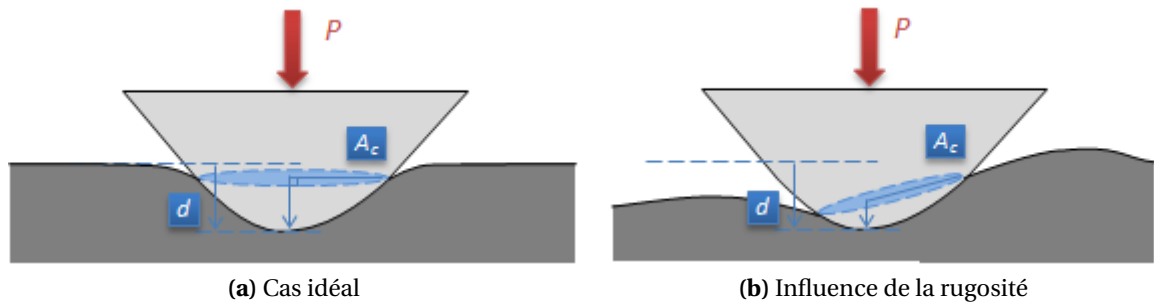


FIG. III2-17 – Assimilation du défaut de pointe à un contact de Hertz : modification du coefficient de forme K (relation entre l'aire de contact A_c et le déplacement du poinçon d) en raison de la rugosité de surface.

Deux points en particulier peuvent être sujets à caution. Tout d'abord, nous avons supposé l'indépendance du facteur K vis-à-vis du matériau sollicité (dans le cadre du formalisme classique de Hertz, ce coefficient vaut : $K = 4\sqrt{r_i}/3$). Cette approche revient à considérer que la relation entre l'aire de contact et l'enfoncement du nanoindenteur demeure vraie quel que soit le matériau sollicité. Toutefois, il est aisé d'imaginer l'impact important de la rugosité de surface sur ce coefficient, en particulier à de telles échelles, comme l'illustre les schémas III2-17. Deuxièmement, une analyse dimensionnelle du problème ne permet pas de conclure sur la nécessité d'avoir un exposant $\alpha = 3/2$ sur l'enfoncement du nanoindenteur. Ce coefficient dépend également de la géométrie du contact, et ne peut être à priori fixé. Dans ce cas, l'imprécision sur la détermination du module par régression logarithmique devient d'autant plus importante que nous introduisons un degré supplémentaire dans la régression.

Pour conclure, l'utilisation de la nanoindentation sur des couches métalliques possédant une épaisseur de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ est rendue délicate par l'influence du substrat. Dans le cas de l'aluminium, une incertitude de l'ordre de 15 % demeure. L'exploitation du défaut de pointe pour analyser un chargement élastique à l'aide du formalisme de Hertz, bien que délivrant des mesures du bon ordre de grandeur, n'est aujourd'hui pas satisfaisante pour pallier ces difficultés.

III.2.1.2 Essais de microflexion et gonflement de membrane

Les essais de microflexion réalisés sur des poutres bi-encastrées en or sont présentés dans le paragraphe III.1.1.3. La mesure de la raideur de la structure, dans le cas d'une poutre bi-encastrée chargée en son centre, est reliée aux propriétés élastiques du matériau à l'aide de la formule suivante (éq. I3.18) :

$$E_b = \frac{f}{16} \frac{L^3}{w_u t^3} \quad (\text{III2.5})$$

Compte tenu de la longueur des échantillons, nous utilisons le modèle d'Euler-Bernoulli (le cisaillement est négligé). Toutefois, l'application de cette formule ne délivre pas les résultats

escomptés : le module estimé à l'aide de cette méthode oscille entre $E_b = 12\,250\text{ GPa}$ et $E_b = 14\,250\text{ GPa}$!

Ces résultats ne sont pas acceptables. Pour obtenir une valeur de 80 GPa sur le module, il aurait été nécessaire de mesurer des raideurs de l'ordre de 1 à 2 N/m .

Plusieurs aspects peuvent être évoqués pour tenter de comprendre un tel écart entre la prédiction et la réalité expérimentale²² :

- des contraintes internes en traction peuvent être présentes dans le film. L'état des contraintes internes modifie dès lors la réponse mécanique des structures,
- la présence de congés de raccordement (similaires à ceux utilisés sur les essais de microtraction) modifient localement la géométrie des éprouvettes : une courbure anticlastique apparaît, rendant la structure plus proche d'une coque bombée en son milieu que d'une poutre.

Une estimation de ces contraintes internes a été réalisée à l'aide des essais de gonflement de membrane (cf. §III.1.1.4) ; et vaut approximativement $\sigma_0 = 140 \pm 20\text{ MPa}$. De plus, nous avons observé à l'aide d'un profilomètre une déformation initiale de la structure (courbure transversale prononcée) qui tend à valider le fait que l'approche par un calcul simple de poutre ne soit plus valable. Il est nécessaire de considérer un chargement ponctuel de coque, qui peut être extrêmement rigide en flexion par rapport à d'autres types de structures (poutres et plaques).

La validation expérimentale des développements effectués sur l'essai de microflexion est une validation partielle. En effet, l'utilisation de la table de positionnement piézoélectrique a été validée (localisation du centre des structures effectuée avec succès) mais les conditions expérimentales ne sont pas représentatives d'un essai sur des structures à faible raideur. En effet, la qualité géométrique des éprouvettes, les dimensions inadaptées à un essai de microflexion ou encore la présence de contraintes internes en tension supérieures à 100 MPa sont autant de facteurs qu'il sera nécessaire d'optimiser lors d'une nouvelle campagne de fabrication. Il sera alors possible de juger de la pertinence de la microflexion, avec un positionnement amélioré comme technique de caractérisation, pour la caractérisation de structures avec des raideurs en flexion de l'ordre du newton par mètre.

Plusieurs chercheurs évoquent l'utilisation de poutres triangulaires pour s'affranchir de ces effets [Rigo 03, Martins 09].

²²Sachant qu'une raideur attendue de quelques newtons par mètre est un ordre de grandeur correct au vue des dimensions géométriques de l'éprouvette.

III.2.1.3 Comparaison avec les valeurs bibliographiques

Les valeurs obtenues sont, dans l'ensemble cohérentes avec ce qui peut être trouvé dans les publications scientifiques ou dans divers *handbooks* [Ashby 99, Courtney 90]. Nous proposons ici d'effectuer une comparaison, notamment en précisant les géométries des différentes couches minces qui ont pu être référencées (épaisseurs).

—— Or électrodéposé ——

Les essais que nous avons réalisés par microtraction mènent au résultat suivant :

$$E(\text{Au}) = 80,1 \pm 4,8 \text{ GPa} \quad (\text{III2.6})$$

Cette valeur peut être comparée avec les différentes valeurs disponibles dans la littérature scientifique, et dont quelques résultats sont présentés dans la table III2 - b. Tout d'abord, nous notons que le module d'Young de l'or sous forme de matériau massif est, selon les sources, compris entre 77,2 GPa [Matweb 09] et 78 GPa [Courtney 90].

TAB. III2 - b – Relevé bibliographique de différentes estimations du module d'élasticité de films minces en or. Ces valeurs sont issues de différentes techniques de caractérisation.

Auteurs	Neugebauer [Neugebauer 60]	Espinosa [Espinosa 04]	Weihs [Weihs 88]	Baek [Baek 05]
Épaisseur	0,05-1,5 μm	0,3-1 μm	1 μm	100-1 000 μm
Module mesuré	39-78 GPa	53-55 GPa	57 ; 74 GPa	35,2-43,9 GPa

Nous citerons également les travaux de Nix qui référence un module variant entre 30 et 78 GPa pour les couches minces d'or [Nix 89].

Ainsi, les valeurs que nous obtenons sont légèrement supérieures aux valeurs du matériau massif, et nettement au dessus des différentes estimations pour l'or en couche mince. Nous notons également que l'épaisseur des éprouvettes que nous avons fabriquées est située au dessus des épaisseurs de la plupart des éprouvettes rencontrées. Ainsi, de prime abord, nous pouvons supposer que les propriétés mécaniques de la couche d'or électrolytique s'apparentent plus à celles du matériau massif que les résultats présentés en table III2 - b (à l'exception notable des travaux de Baek *et al.*).

S'il est possible d'évoquer une erreur systématique du processus de mesure que nous avons sollicité, ce n'est pas l'explication que nous privilégions. En effet, les mesures de nanoindentation confirment ce résultat élevé, et les résultats obtenus sur l'aluminium ne présentent pas un tel biais.

De plus, des considérations d'ordre microstructural doivent être étudiées plus avant (présence d'une solution solide de cuivre, texture du film...). Elles font l'objet du chapitre III.4. L'analyse des courbes de nanoindentation pourrait confirmer le rôle du cuivre : les mesures des propriétés mécaniques à une pénétration de 300 μm délivrent une

information quantitativement similaire à l'essai de microtraction, car la zone sollicitée par le poinçon inclut une partie de l'éprouvette contenant du cuivre en solution solide. En revanche, sur les tout premiers nanomètres de pénétration, le module semble tendre vers une valeur nettement plus faible. Dans cette configuration, seule une partie du film d'or est sollicitée, cette fois-ci exempte d'atomes de cuivre en quantité suffisante pour modifier le comportement mécanique du film.

Bien que les valeurs obtenues sur le module d'élasticité de l'or soient légèrement supérieures à ce qui peut être trouvé par ailleurs, l'écart par rapport à la valeur du matériau massif est minime. Une analyse de la microstructure est ici nécessaire pour conclure quant à l'origine de ces écarts.

— Aluminium pulvérisé —

La valeur du module d'Young de l'aluminium dans le cas d'un matériau massif est comprise entre 68 GPa [Matweb 09] et 70 GPa [Courtney 90].

La valeur moyenne que nous avons déterminée sur un ensemble de onze éprouvettes vaut :

$$E(\text{Al}) = 66,2 \pm 5,2 \text{ GPa} \quad (\text{III}2.7)$$

en accord, ici aussi, avec le module du matériau massif.

L'aluminium est un matériau qui a fait l'objet de plusieurs recherches sur le développement des essais d'indentation instrumentée en raison de sa propension à produire un effet de taille spécifique aux essais d'indentation (*cf.* les paragraphes précédents).

Plusieurs occurrences d'une caractérisation par microtraction sont toutefois relevées. Elles ont été réalisées sur des couches minces autoportantes, comme Espinosa *et al.* qui ont publié des courbes sur des éprouvettes de 0,2 μm et 1 μm d'épaisseur [Espinosa 03]. Ils déterminent un module beaucoup plus proche de celui du matériau massif que dans le cas d'une couche mince en or : $E_{\text{Espinosa}} = 65 - 70 \text{ GPa}$.

D'autre part, nous pouvons citer plusieurs extrêmes, comme Haque et A Saif [Haque 02] qui ont réalisé un essai de traction sur des couches d'aluminium d'épaisseur inférieure à 50 nm (pour obtenir un module d'élasticité $E_{\text{Haque}} = 60,2 \text{ GPa}$).

A l'opposé, Cornella [Cornella 99] a effectué plusieurs essais de traction sur des couches d'aluminium dont l'épaisseur variait entre 1 μm et 8 μm . La valeur moyenne du module de ces couches minces était de $E_{\text{Cornella}} = 61 \text{ GPa}$.

Ainsi, l'ensemble des valeurs présentées ici indiquent sans ambiguïté que le module d'élasticité des couches minces d'aluminium n'est pas influencé par leur épaisseur, et demeure voisin du module de l'aluminium massif.

Contrairement au cas de l'or, nous n'observons pas de biais dans la mesure, et nos résultats sont en parfait accord avec ce qui peut se trouver par ailleurs.

Les essais que nous avons réalisés semblent pourtant impliquer une dépendance du module vis-à-vis de l'épaisseur comme le montre la figure III2 - 18, ce qui semble

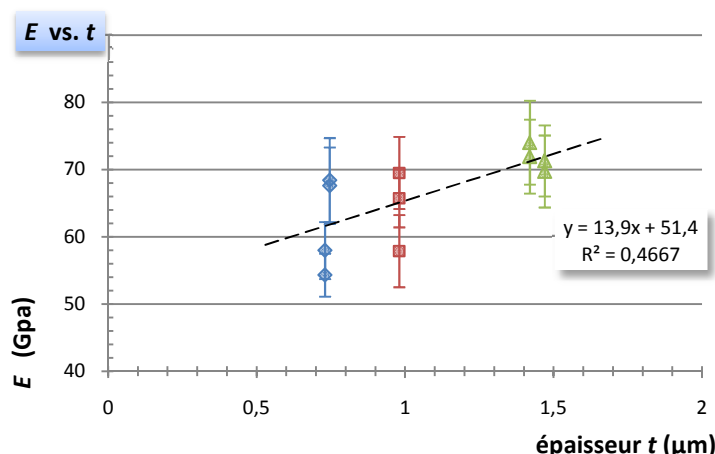


FIG. III2 - 18 – Aluminium : évolution du module d'élasticité en fonction de l'épaisseur de la couche. Cette observation va à l'encontre des résultats observés par ailleurs.

aller à l'opposé des conclusions qui viennent d'être émises. Toutefois, le faible nombre d'éprouvettes ne semble pas suffisant pour avoir une conclusion définitive sur ce point et la corrélation n'est pas établie de manière précise au vue de la faible valeur du coefficient de corrélation linéaire.

Une étude supplémentaire est nécessaire pour déterminer s'il s'agit d'un artefact de mesure introduit par la mauvaise prise en compte de la rigidité du banc de microtraction : plus les éprouvettes sont épaisses, et plus les niveaux de force appliqués seront importants, et déformeront le bâti²³.

III.2.1.4 Récapitulatif

Le module d'élasticité a été estimé, avec succès, à l'aide de deux techniques fondamentalement différentes : la nanoindentation et la microtraction. En revanche, les essais de microflexion n'ont pas délivrés une information exploitable, dans le cas de l'or électrolytique, en raison d'une déformée initiale des structures, et les essais de gonflement de membrane présentent une très forte dispersion en raison d'une adhérence passable de la couche d'or sur le substrat.

L'estimation du module d'élasticité est désignée de manière générale par E_{ind} lorsqu'on se réfère à l'essai de nanoindentation, et par E_{tra} pour celui de microtraction. Les ordres de grandeur sont cohérents avec ce qui peut être trouvé dans la littérature, du moins pour l'aluminium. Dans le cas de l'or, les valeurs légèrement plus élevées que les résultats déjà publiés peuvent avoir plusieurs origines. Dans la mesure où l'installation de microtraction délivre une information correcte pour les éprouvettes d'aluminium, nous proposons d'analyser cette valeur élevée à partir d'une observation microstructurale (cf. § III.4).

²³Ce scénario est cohérent avec une augmentation apparente du module d'élasticité en fonction de l'épaisseur en raison du signe de la rigidité apparente constaté dans le paragraphe II.2.2.2 : $K_f < 0$ N/m.

L'écart entre les deux techniques peut être estimé en considérant les valeurs du module calculées à partir d'un coefficient de Poisson théorique (tableau III2 - a) :

$$\Delta E = |E_{tra} - E_{ind}| \Rightarrow \begin{cases} \Delta E(\text{Au}) &= 11,3 \text{ GPa} \\ \Delta E(\text{Al}) &= 5,3 \text{ GPa} \end{cases} \quad (\text{III2.8})$$

Si nous considérons que 1) le matériau est isotrope et 2) l'essai de nanoindentation sollicite un volume représentatif de l'ensemble de la couche mince, alors cet écart doit être minimal, c'est-à-dire inclus dans la dispersion expérimentale cumulée des deux mesures qui valent :

$$\begin{aligned} U_{ind}(\text{Au}) + U_{trac}(\text{Au}) &= 6,4 \text{ GPa} \\ U_{ind}(\text{Al}) + U_{trac}(\text{Al}) &= 9,5 \text{ GPa} \end{aligned} \quad (\text{III2.9})$$

Ainsi, dans le cas de l'aluminium, l'écart entre les deux techniques de mesure, inférieure de moitié à l'intervalle d'incertitude autour des deux valeurs, indique une relativement bonne concordance entre la nanoindentation et la microtraction. L'essai d'indentation sollicite un volume suffisant pour rendre compte du comportement mécanique de l'ensemble de la couche.

Dans le cas de l'or, en revanche, l'écart constaté entre les deux valeurs est cette fois-ci deux fois plus grand que l'intervalle des incertitudes. L'écart est jugé significatif — et ce d'autant plus que la concordance des résultats sur l'aluminium est bonne. En conséquence, il est nécessaire de remettre en question les hypothèses sous-jacentes qui autorisent la comparaison entre les deux techniques. L'isotropie de la couche d'or est à étudier, ainsi que son homogénéité. Sur ce point, une étude microstructurale est faite pour évaluer la qualité de la microstructure de la couche d'or.

III.2.2 Coefficient de Poisson ν

Différentes approches ont été envisagées au cours de cette étude pour évaluer le coefficient de contraction transverse ν .

La première, qui s'appuie sur l'essai de microflexion, propose d'exploiter la capacité matérielle de la table piézoélectrique pour introduire un écart contrôlé entre le point d'application de la charge et l'axe de symétrie longitudinal des poutres autoportantes. D'un point de vue analytique, la corrélation entre la raideur et l'écart à la fibre moyenne peut être utilisé pour obtenir une évaluation du coefficient de Poisson.

D'un point de vue expérimental, cette approche n'a pas pu être testée. En effet, les résultats obtenus ne sont pas cohérents avec un modèle de poutre en flexion/torsion, mais s'apparente plutôt à un modèle de coque (un cisaillement intervient, accompagné d'un gauchissement du profilé car le centre d'inertie n'est plus superposé avec le centre

géométrique de la section). En conséquence, de nouvelles éprouvettes, optimisées pour cette caractérisation, devront être fabriquées pour juger de la pertinence d'une telle méthode.

La deuxième piste explorée est l'utilisation de la corrélation d'images (DIC) : cette dernière réalise une estimation d'un champ dense de déformation sur la surface de l'échantillon présente dans le champ de l'éprouvette. Il est dès lors possible de :

- vérifier l'homogénéité du champ de déplacement sur l'éprouvette,
- déterminer en plusieurs points représentatifs les allongements longitudinaux et les contractions transverses de l'éprouvette (ces points et les distances entre eux sont appelés « primitives »),
- exploiter pour chacune des primitives identifiées une courbe contrainte-déformation.

Actuellement, seules les éprouvettes {polyimide, cuivre} possèdent une surface suffisamment contrastée pour réaliser une mesure par corrélation d'image. Les couches minces autoportantes possèdent un état de surface pas assez contrasté.

Des difficultés expérimentales rencontrées lors des campagnes d'essai sur ces systèmes bicouches nous ont mené à reporter à une date ultérieure cette analyse.

Enfin, la troisième piste exploitée s'appuie sur la comparaison des modules d'indentation et de traction. En effet, si l'on considère l'équation III.2.1, il est possible d'écrire l'expression du coefficient de Poisson ν en fonction du module biaxial E_b issu de la nanoindentation, et du module uniaxial E_{tra} mesuré par microtraction :

$$\nu = \sqrt{1 - \frac{E_{tra}}{E_b}} \quad (\text{III.2.10})$$

Comme évoqué en conclusion du paragraphe III.2.1.4, cette démarche semble cohérente moyennant deux hypothèses fortes : l'isotropie du film mince d'une part, et l'homogénéité de la microstructure dans le film d'autre part. Cette deuxième hypothèse, compte tenu des observations faites, est vérifiée²⁴ sur l'aluminium, mais peut être éventuellement remise en question sur l'or. Ainsi, en prenant « le problème à l'envers », l'hypothèse d'isotropie de la couche peut être testée si l'on suppose le coefficient de Poisson connu.

Ainsi, dans le cas de l'aluminium, les évaluations du module biaxial à l'aide du nanoindenteur et du module uniaxial par microtraction mènent à l'estimation suivante :

$$\begin{cases} E_b = 67,8 \text{ GPa} \\ E_{tra} = 66,2 \text{ GPa} \end{cases} \Rightarrow \nu \approx 0,15 \quad (\text{III.2.11})$$

Cette valeur sous-estime de moitié la valeur attendue. De plus, la dispersion des grandeurs d'entrées influe également sur l'incertitude du coefficient de Poisson.

Compte tenu de la forme de l'équation, la sensibilité aux deux mesures du module est importante, et doit être mise en comparaison avec l'incertitude de ces deux mesures. Ainsi,

²⁴Pour plus de détails sur l'analyse de la microstructure de l'aluminium étudié, se référer au chapitre III.4.

le calcul aux dérivées partielles de l'équation III.2.1 donne :

$$\frac{\partial \nu}{\partial E_{tra}} = \left(2 E_b \sqrt{1 - \frac{E_{tra}}{E_b}} \right)^{-1} \quad (\text{III.2.12})$$

$$\frac{\partial \nu}{\partial E_b} = \frac{E_b}{E_{tra}} \left(2 E_b \sqrt{1 - \frac{E_{tra}}{E_b}} \right)^{-1} \quad (\text{III.2.13})$$

Nous considérons les deux mesures comme étant découplées. En conséquence, l'incertitude globale sur le coefficient de Poisson, par propagation des incertitudes, vaudra :

$$U(\nu) = \sqrt{\left| \frac{\partial \nu}{\partial E_b} \right|^2 U(E_b)^2 + \left| \frac{\partial \nu}{\partial E_{tra}} \right|^2 U(E_{tra})^2} \quad (\text{III.2.14})$$

L'application numérique met en évidence une incertitude sur le coefficient de Poisson qui vaut... $U(\nu) = 0,34$! L'amplitude de l'intervalle étant supérieure à la plage admissible ($0 < \nu < 0,5$), la démarche actuelle peut être considérée comme non pertinente.

L'utilisation d'une telle méthode pourrait devenir intéressante à condition d'être capable de réduire la dispersion expérimentale sur la détermination du module, tant du point de vue de la nanoindentation que de la microtraction. Un rapide calcul, en considérant des valeurs de module en accord avec l'expression III.2.10 et un coefficient de Poisson théorique valant 0,33 montre que pour assurer une précision inférieure à 10 % sur le coefficient de Poisson, l'incertitude relative sur les deux estimations de module d'élasticité ne doit pas excéder 1,75 %.

III.2.2.1 Méthode inverse

Si la méthode directe pour l'évaluation du coefficient de Poisson semble difficile à implémenter, le raisonnement inverse peut être tenu : le rapport entre les modules uniaxial et biaxial doit valoir, en théorie, une valeur proche de $1 - \nu^2$. Si ces deux grandeurs diffèrent d'un facteur trop important, alors nous pouvons remettre en cause les hypothèses de départ qui mène à cette égalité : 1) homogénéité de la microstructure, 2) isotropie de la couche mince et 3), mauvaise valeur de ν . Ainsi, en posant $\eta = E_{tra}/E_b$, nous pouvons écrire que :

$$\begin{aligned} U(\eta) &= 2\nu U(\nu) \\ \Rightarrow s_n &= \frac{-2\nu^2 u(\nu)}{1 - \nu^2} \end{aligned} \quad (\text{III.2.15})$$

Ainsi, nous pouvons considérer que l'une des trois hypothèses sur la nature du matériau n'est pas respectée si l'écart $\Delta\eta$ entre le rapport des modules et le rapport théorique (calculé à partir de l'équation III.2.10) excède ce seuil que nous avons nommé s_n :

$$\Delta\eta > s_n \Rightarrow \text{Hyp. 1 fausse et/ou hyp. 2 fausse et/ou mauvaise valeur de } \nu.$$

La connaissance du coefficient de Poisson est généralement déterminée avec une relativement forte indétermination. Tout dépend de l'application. Par exemple, l'or pur

possède un coefficient de Poisson de 0,42 qui chute aux alentours de 0,34 dès qu'un élément d'alliage est ajouté, y compris sous de très faibles concentrations²⁵. Supposons dès lors une incertitude relative de 10 % sur la connaissance de ce coefficient. En considérant une telle imprécision, le critère évoqué devient, dans le cas de l'aluminium :

$$s_n = 25 \times 10^{-3}$$

Pour les essais réalisés, cet écart vaut 85×10^{-3} . Néanmoins, il est nécessaire de prendre en compte l'imprécision de détermination de ce paramètre, qui vaut $u(\eta) = (u(E_b)^2 + u(E_{tra})^2)^{1/2}$, à savoir dans notre cas : $u(\eta)_{Al} = 10\%$. En tenant compte d'une telle variation sur η , l'écart entre la valeur théorique et le rapport expérimental peut être de seulement 12 %.

Nous pouvons donc conclure que dans le cas de l'aluminium, les hypothèses faites sur la couche mince (isotropie et homogénéité) sont en accord avec les observations expérimentales dans la mesure où le coefficient de Poisson est déterminé à 5 % près.

Si nous appliquons cette procédure aux résultats issus de l'or, en considérant dans un premier temps un coefficient de Poisson nominal de 0,42 à 10 % près, nous obtenons un écart minimal $\Delta\eta$, en prenant en compte les incertitudes sur la détermination des modules, qui vaut : $\Delta\eta \approx 1,7 \times s_n(10\%)$, c'est-à-dire une remise en cause des différentes hypothèses faites. En revanche, si nous considérons que le coefficient de Poisson est plus faible que prévu²⁶, soit $\nu = 0,34$, alors nous obtenons un rapport $\Delta\eta$ qui peut valoir : $\Delta\eta \approx s_n(5\%)$.

Pour l'or, l'incompatibilité des valeurs expérimentales des modules d'élasticité avec une valeur théorique du coefficient de Poisson de 0,42 peut s'expliquer à partir de trois phénomènes qui se cumulent éventuellement :

- le coefficient de Poisson est très certainement inférieur à celui de l'or pur en raison de la présence d'atomes de cuivre en solution solide dans la couche,
- la microstructure possède une forte hétérogénéité : l'essai d'indentation n'est pas représentatif du comportement du matériau dans son ensemble (nous rappelons que dans un souci de réduire les dispersions de mesure, chaque essai a été réalisé au centre d'un grain de grande taille),
- l'anisotropie de la couche mince ne permet pas d'établir un lien direct entre un champ de contrainte uniaxial exercé par la microtraction et un champ axisymétrique tridimensionnel généré par l'enfoncement d'un poinçon.

²⁵Informations issues du logiciel CES Selector 2008™. Granta Design Limited, Cambridge UK.

²⁶Cette hypothèse se justifie par la présence de cuivre en solution solide, cf. §III.4.

DÉFORMATIONS IRRÉVERSIBLES

Après avoir étudié l'élasticité des matériaux sollicités, nous proposons, dans ce chapitre et le suivant, de considérer les déformations irréversibles, avec une distinction entre la phase de consolidation et une éventuelle déconsolidation (qui a été principalement observée sur les éprouvettes d'aluminium).

III.3.1 Caractérisation de la plasticité à partir d'un essai d'indentation

Dans le chapitre précédent, nous avons pu proposer une première analyse des essais de nanoindentation pour déterminer les paramètres régissant le comportement élastique des couches minces. Cette analyse est relativement facile à réaliser (et est d'ailleurs aujourd'hui couramment utilisée tant dans les milieux scientifiques qu'industriels) dans la mesure où la phase de décharge est gouvernée principalement par un comportement élastique de la matière. En revanche, la caractérisation de la plasticité constitue une étape plus délicate qui justifie le très grand nombre de recherches actuelles sur le sujet. Un travail de thèse complet pourrait être réalisé sur ce point précis ; aussi nous contenterons- nous d'utiliser des considérations simples présentées dans le chapitre I.3.1 pour évaluer les potentialités d'une telle méthode dans la détermination des propriétés mécaniques caractéristiques de la plasticité.

III.3.1.1 Évaluation de la dureté plastique

Historiquement, l'essai d'indentation a été élaboré pour délivrer une information sur la dureté des matériaux sollicités. Avec le développement de l'indentation instrumentée, ou « nanoindentation », la définition de la dureté a évolué pour être par la suite calculée à partir de l'aire de contact sous charge. Fondamentalement, il s'agit d'une pression d'écoulement plastique à laquelle la matière se déforme autour du poinçon. Compte tenu de l'écrouissage lié à la déformation subie par le matériau sous l'action du poinçon, cette pression d'écoulement est nécessairement supérieure au seuil de plasticité du matériau.

La dureté se détermine à partir de la force appliquée F et de l'aire de contact projetée²⁷ A_c entre le poinçon et l'échantillon : $H = F/A_c$.

Les figures III- 1(a) et (b) présentent une évaluation continue de la dureté lors de mise en charge en fonction de l'enfoncement relatif du poinçon (profondeur adimensionnée par rapport à l'épaisseur de la couche) pour l'or électrolytique et l'aluminium pulvérisé. Les plages de profondeur sont donc choisies comme le meilleur compromis possible entre l'influence du substrat et l'effet de taille spécifique à l'essai d'indentation. Ainsi, nous

²⁷Il s'agit de la première source d'imprécision rencontrée : la définition de la fonction d'aire qui la relie à la profondeur de contact.

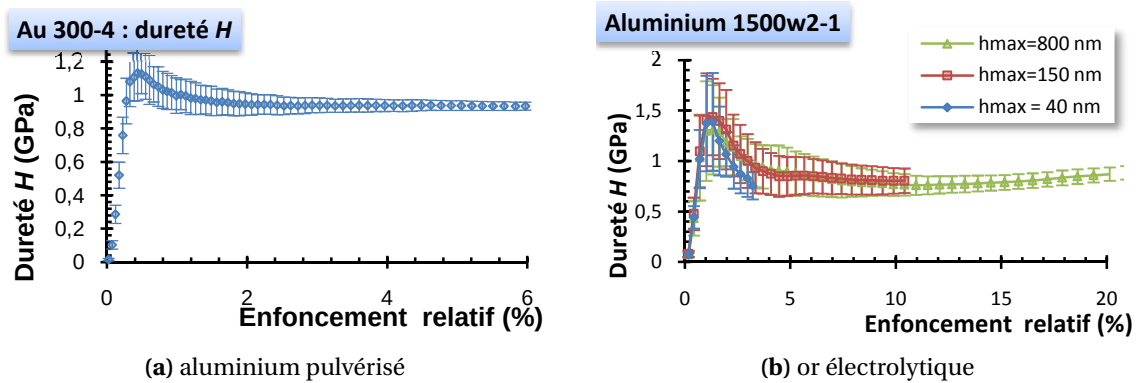


FIG. III-1 – Nanoindentation sur film d’or et d’aluminium. Un effet de taille (spécifique à la nanoindentation) est constaté sur les mesures de dureté de l’aluminium, tandis que la dureté sur l’or se stabilise rapidement. De plus, l’influence du substrat est sensible à partir d’environ 10 % de l’épaisseur de la couche pour l’aluminium. Pour l’or, une telle profondeur n’a pas été atteinte.

obtenons :

$$\begin{aligned} \text{Au : } [300 - 400] \text{ nm} \quad H &= 0,935 \pm 0,018 \text{ GPa} \\ \text{Al : } [135 - 145] \text{ nm} \quad H &= 0,805 \pm 0,069 \text{ GPa} \end{aligned} \quad (\text{III.3.1})$$

Une dispersion nettement plus importante sur l’aluminium est constatée, notamment en raison de l’effet de taille, mais aussi parce que la plage d’enfoncement du poinçon exploitée est nécessairement moins profonde que pour l’or (en raison de l’épaisseur plus faible).

De plus, l’essai de nanoindentation sur l’aluminium ne garantit pas une estimation optimale de la dureté. En effet, l’effet de taille, qui est une surestimation évanescence de la dureté à faible profondeur, peut potentiellement se superposer à l’influence du substrat qui intervient à partir de quelques pourcents de l’épaisseur de la couche. Si les domaines d’influence de ces deux paramètres ne sont pas disjoints, la valeur estimée de la dureté, au minimum de la courbe expérimentale, constitue une borne supérieure de la pression de l’écoulement plastique de la couche mince homogène. L’analyse des courbes de nanoindentation à différentes profondeurs semble toutefois indiquer la présence d’un plateau où $\partial H / \partial d = 0$, ce qui pourrait impliquer, dans le cas présent, une mesure juste de la dureté.

L’étude de la plasticité à l’aide de la nanoindentation se fait principalement via l’estimation de la dureté plastique H . La détermination de ce paramètre, dans le cas des couches minces, est rendue délicate par l’influence du substrat. Pour l’or électrolytique, suffisamment épais pour déterminer un domaine d’évaluation de la dureté, nous obtenons une valeur relativement fiable et avec peu de dispersion : $H = 0,935 \text{ GPa} \pm 2 \%$.

Dans le cas de l’aluminium, l’éprouvette plus fine implique une détermination plus délicate d’une plage de profondeur sans influence du substrat. Un

compromis est nécessaire entre cette influence du substrat et la présence d'un fort effet de taille qui induit une surestimation de la dureté sur les premiers nanomètres d'enfoncement. Ainsi, si les domaines ne sont pas disjoints, l'estimation de la dureté surestime la valeur intrinsèque de l'aluminium sollicité : $H \leq 0,805 \text{ GPa} \pm 8,6 \%$.

III.3.1.2 Estimations de la limite d'élasticité

Nous suivons les approches exposées dans le chapitre I.3.1. Tout d'abord, si nous faisons l'hypothèse forte que les matériaux sont parfaitement plastiques, nous pouvons appliquer la relation de Tabor :

$$H = 3 \sigma_y \quad \Rightarrow \quad \begin{cases} \sigma_y(\text{Au}) = 312 \pm 6 \text{ MPa} \\ \sigma_y(\text{Al}) = 268 \pm 23 \text{ MPa} \end{cases} \quad (\text{III.3.2})$$

Ces valeurs, qui s'appuient sur l'approximation la plus simple des modèles étudiés, constituent déjà une bonne approximation de la limite d'élasticité déterminée par microtraction dans le cas de l'or, puisque l'écart entre les deux valeurs, inférieur à 1 %, est largement inclus dans l'intervalle des incertitudes de mesure respectives de chaque essai.

En revanche, dans le cas de l'aluminium, l'écart est nettement plus important puisqu'une variation de 70 % est constatée entre le seuil d'écoulement plastique évalué directement par microtraction et l'application de la relation de Tabor à un essai de pénétration instrumentée. Cet écart présent uniquement dans le cas de l'aluminium provient, ici encore, de la mauvaise qualité des résultats obtenus en nanoindentation sur ces couches minces (les causes sont explicitées dans le paragraphe précédent). Cet écart aurait tendance à confirmer le fait que l'estimation de la dureté sur la couche d'aluminium constitue une borne supérieure à l'estimation de la pression d'écoulement de l'aluminium sous une pointe Berkovich. Dans ce cas de figure, il est logique d'avoir une limite d'élasticité qui surestime la valeur déterminée par microtraction. En revanche, la recherche de modèles plus élaborés pour évaluer la limite d'élasticité de cette couche mince demeurera délicate tant que la mesure de dureté ne sera pas obtenue avec plus de précision.

Aller plus loin dans l'analyse des relations existantes entre dureté plastique et limite d'élasticité ne présente pas, dans notre cas, d'intérêts immédiats. En effet, dans le cas de l'or, l'approximation de Tabor délivre un résultat exact — il reste à déterminer s'il s'agit d'une coïncidence ou d'une qualité intrinsèque aux couches minces que nous avons sollicitées — et dans le cas de l'aluminium, les mesures actuelles ne permettent pas d'avoir une estimation correcte de la dureté : l'incertitude sur le paramètre d'entrée est trop importante pour envisager d'évaluer des modèles plus complexes que celui de Tabor.

Pour l'or, l'excellente concordance des résultats nécessite d'être évaluée de manière plus approfondie. En effet, l'étude de l'élasticité a mis en évidence les difficultés existantes pour

réaliser un lien entre la nanoindentation et la microtraction dans le cas de ce matériau. Son hétérogénéité et la localisation de la charge d'indentation à des points précis de l'éprouvette (centre des grains les plus larges) sont deux points qui soulèvent la question de la représentativité du comportement mécanique sous un poinçon et donc la validité d'un lien entre une telle sollicitation et le comportement mécanique du film mince homogénéisé sur son ensemble.

Si une telle concordance se confirme, les conclusions émises à la suite de l'étude de l'élasticité seraient différentes. Les difficultés rencontrées nous ont amené à remettre en question trois hypothèses : la représentativité de l'essai d'indentation au vue de l'homogénéité de la couche, l'isotropie du module d'élasticité, et la valeur du coefficient de Poisson. Dans la mesure où la relation de Tabor est confirmée, la première hypothèse serait validée. Autrement dit, la principale source d'erreur rencontrée lors de la comparaison entre microtraction et nanoindentation serait une valeur erronée du coefficient de Poisson ν .

III.3.2 Choix d'une loi de comportement et paramètres associés

Lorsqu'une contrainte croissante est appliquée sur un matériau, ce dernier se déforme tout d'abord élastiquement (déformation réversible du réseau cristallin), jusqu'à un seuil à partir duquel une déformation résiduelle apparaît en cas de décharge. Cette déformation irréversible — « plastique » — peut se faire à contrainte constante dans les matériaux parfaitement plastiques : il s'agit dans ce cas d'une étape instable, où les déformations augmentent sans incrément de contrainte. Toutefois, dans la plupart des matériaux usuels, la déformation plastique nécessite une augmentation de la contrainte exercée sur le matériau : d'un point de vue rhéologique, nous parlons alors de phase de consolidation, sans préjuger de la nature physique des mécanismes intervenant dans un tel phénomène (écrouissage des matériaux métalliques par exemple). La transition entre le domaine élastique et la déformation plastique peut, selon les matériaux, être plus ou moins rapide. Elle se caractérise par un niveau de contrainte qui constitue un seuil d'écoulement plastique. De manière conventionnelle, la limite d'élasticité σ_y est utilisée pour quantifier ce seuil. Il s'agit de la contrainte pour laquelle une déformation irréversible de 0,2 % est atteinte.

Les essais réalisés dans le cadre de cette étude concernent principalement deux matériaux en couche mince : un or électrolytique et un aluminium pulvérisé. Les essais de traction réalisés ont mis en évidence deux comportements très différents en plasticité :

- L'or présente une phase de transition élasto-plastique progressive, sans seuil apparent, avant de subir une phase de consolidation jusqu'à une contrainte ultime atteinte très rapidement. Au delà de cette contrainte, un phénomène de striction très localisé se produit, menant à une ruine brutale du matériau.
- L'aluminium, pour sa part, présente un seuil d'écoulement plastique facilement identifiable (discontinuité de la dérivée). Une phase de consolidation est ensuite constatée, jusqu'à une contrainte ultime pour une déformation de l'ordre de 1 % (et inférieure à 3 % sur l'ensemble des éprouvettes). En revanche, contrairement à l'or, une

longue phase de déconsolidation se produit dès lors : le niveau de contrainte diminue avec l'augmentation de l'allongement²⁸.

Dans les deux cas, nous proposons l'utilisation d'une loi de comportement pour rendre compte de la rhéologie observée, et pouvoir ensuite comparer différents matériaux et dimensionner des structures. Deux lois principales ont retenu notre attention : une loi de type Ramberg-Osgood (équation I2.7) qui est une analogie de la relation locale entre une densité de dislocation et la contrainte de seuil, et une loi de type Hollomon, une approximation de la première loi où la déformation élastique est négligée, et seule la déformation plastique intervient (équation I2.8).

III.3.2.1 Éprouvettes d'or électrolytique

Les courbes de traction sont présentées sur la figure III1 - 2. Les allongements à rupture sont, dans le cas de l'or électrolytique, extrêmement faibles : la composante irréversible est du même ordre de grandeur que la déformation élastique. En conséquence, cette dernière joue un rôle primordial, et la loi de comportement associée doit la prendre en compte.

C'est pourquoi nous choisissons d'utiliser une loi de type Ramberg-Osgood pour proposer une expression analytique de la loi d'écoulement de ces couches minces.

L'utilisation d'une telle loi, à savoir l'identification des paramètres E , σ_r , α et N intervenant dans la loi sous la forme suivante :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma_r} \right)^N \quad (\text{III3.3})$$

implique un changement de référence pour décrire le seuil d'écoulement plastique. En effet, compte tenu des très faibles allongements à rupture, déterminer un allongement seuil fixé arbitrairement à 0,2 % peut être problématique en cas de rupture prématurée. La loi de Ramberg-Osgood, bien que ne faisant pas intervenir de seuil à proprement parler puisque la dérivée de cette loi est continue en tout point, choisit de considérer une contrainte représentative σ_r pour rendre compte de l'occurrence de la plasticité. Comme illustré sur le graphe III3 - 2, ce seuil est le niveau de contrainte pour lequel :

$$\varepsilon_p = \alpha \varepsilon_e \quad (\text{III3.4})$$

Dans la mesure où l'incertitude de type A a été jugée égale à l'incertitude de type B dans le cas du module d'élasticité (cf. §III.1.1.2), nous considérons que la dispersion des mesures, malgré le faible nombre d'essais, est représentative de l'incertitude globale du processus.

Le coefficient d'écrouissage est déterminé par régression à partir des contraintes et déformations rationnelles selon la démarche suivante :

1. après avoir déterminé le module d'élasticité, la déformation irréversible est calculée par soustraction de la déformation réversible,

²⁸L'observation d'un tel phénomène est possible car l'essai est effectué avec une vitesse de déplacement imposée, et non à taux de charge contrôlé.

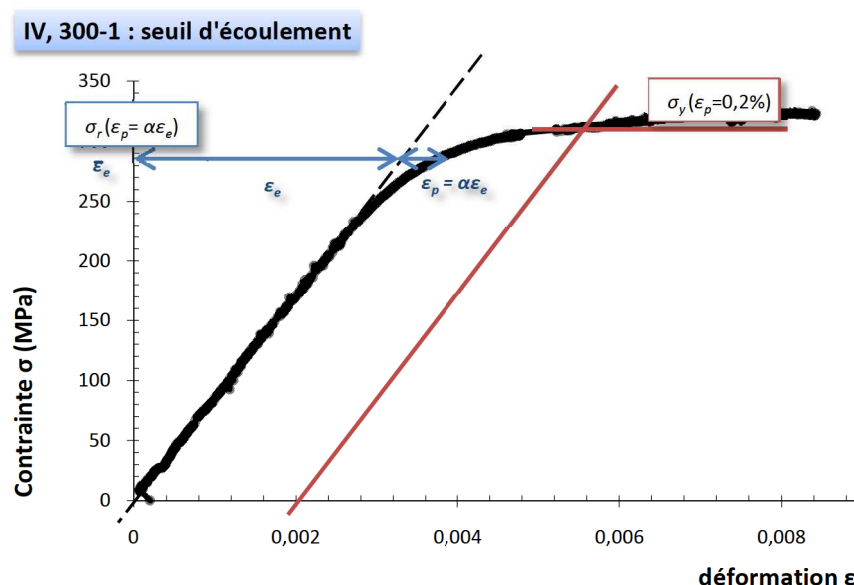


FIG. III3-2 – Présentation d'une définition relative du seuil d'écoulement en considérant non pas une valeur fixe (0,2 %) mais un pourcentage de la déformation élastique. Ainsi, la plasticité est prise en compte dès qu'une déviation atteignant α est enregistrée par rapport à une loi linéaire.

2. une régression logarithmique est effectuée sur la relation $\sigma - \epsilon_p$,
3. le coefficient d'écrouissage est déterminé comme étant le coefficient directeur de la régression effectuée,
4. une mesure redondante de ce paramètre est effectuée à l'aide de l'ordonnée à l'origine y_0 de la régression logarithmique. En effet, la forme de l'équation III3.3 met en évidence la relation suivante : $N \ln \sigma_r = \ln \sigma_r + \ln \alpha - \ln E - y_0$.

Si un écart est constaté entre les deux valeurs de N , l'origine provient généralement du choix de α : le point de la courbe caractéristique correspondant à cette valeur est sur une portion de courbe anormale (bruit, occurrence d'un évènement ponctuel...). Il s'agit alors de recommencer les différentes étapes pour une nouvelle valeur de α . Le degré de liberté offert par ce critère a été particulièrement utile sur les éprouvettes d'aluminium, qui présentent une transition élastoplastique qui n'est pas, localement, modélisable par une loi de type Ramberg-Osgood.

Le graphique III3-3 présente une superposition des points expérimentaux et de la loi de Ramberg-Osgood associée pour une éprouvette d'or spécifique. Toutes les courbes obtenues sur l'or sont également superposées avec l'expression analytique qui en est déduite. La loi de type Ramberg-Osgood est capable de modéliser à la fois la zone de transition entre le domaine élastique et le domaine plastique, et les niveaux de contraintes au voisinage de la contrainte ultime.

TAB. III3 - a – Synthèse des propriétés mécaniques issues des essais de traction sur les films d'or électrolytique représentés en figure III1 - 2 pour une modélisation par le modèle de Ramberg-Osgood. La contrainte représentative σ_r est déterminée pour $\alpha = 1/2$.

Éprouvette	w_u (μm)	E (GPa)	σ_r (MPa)	N
III, 300-2	291	81,8	351	19,6
III, 400-4	399	78,9	318	19,9
IV, 300-1	296	84,8	311	18,5
IV, 300-2	291	76,7	280	16,5
IV, 400-2	398	85,0	301	14,7
IV, 400-4	400	73,5	299	16,6
Moyenne $\bar{X}$		80,1	310	17,7
Incertitude $U(X)$		4,8	25	2,1

IV, 300-2: Modélisation Ramberg-Osgood

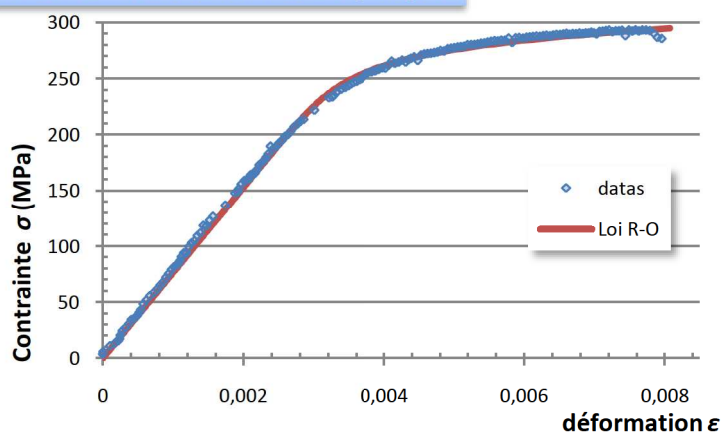


FIG. III3 - 3 – Superposition des points expérimentaux et de la loi Ramberg-Osgood associée sur une éprouvette en or électrolytique (éprouvette IV, 300-2).

Une loi de type Ramberg-Osgood est particulièrement bien adaptée pour représenter le comportement élasto-plastique des éprouvettes en or électrolytique jusqu'à leur contrainte ultime.

III.3.2.2 Aluminium pulvérisé

La loi d'écrouissage des essais de traction, réalisés sur les films autoportants d'aluminium présentés dans la partie précédente, peut s'exprimer selon deux modèles différents : soit à l'aide d'une équation de type Ramberg-Osgood, soit sous la forme simplifiée de Hollomon compte tenu des larges déformations plastiques constatées. Toutefois, la détermination du meilleur modèle pour rendre compte du comportement de ces films constitue une étape délicate : la figure III3 - 4 présente la phase de consolidation d'une éprouvette de section $S = 0,8 \times 400 \mu\text{m}^2$ et les deux lois superposées.

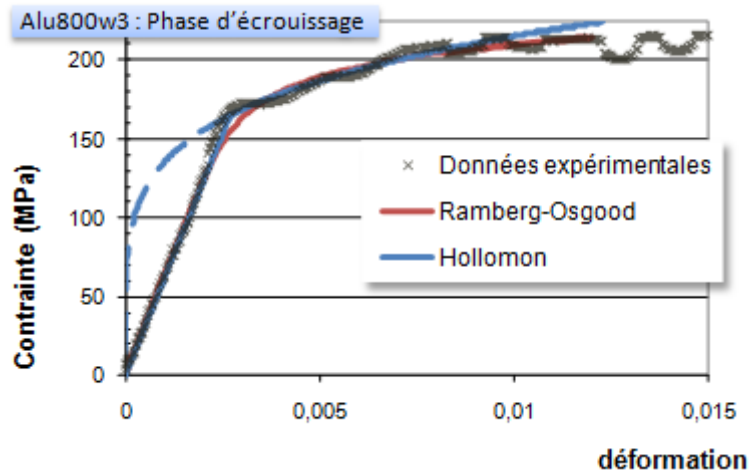


FIG. III3 - 4 – Caractéristique rationnelle de l'essai de traction sur une éprouvette « Alu800w3 » de section $0,8 \times 400 \mu\text{m}^2$ et représentation des deux modèles utilisés ($E = 61,1 \text{ GPa}$; Hollomon : $K_H = 546 \text{ MPa}$ et $n = 0,20$; R-O : $\sigma_r(\alpha = 1) = 196,5 \text{ MPa}$ et $N = 10,8$).

La figure III3 - 5 présente un graphique établi pour tenter de différencier les performances de ces deux modélisations. Il représente, en fonction de la déformation rationnelle, l'aire des trapèzes utilisés pour évaluer une fonction erreur entre les modèles analytiques et la courbe expérimentale, leurs sommes étant utilisées pour comparer les deux modèles selon la formule :

$$A(f) = \sum_{i=1}^n \frac{1}{2} (\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_i) \left[(\sigma_{i+1} - f(\varepsilon_{i+1})) + (\sigma_i - f(\varepsilon_i)) \right] \quad (\text{III3.5})$$

où ε_i et σ_i sont les coordonnées des points expérimentaux obtenus lors de la phase de consolidation, f la fonction choisie (la formule présentée est utilisée dans le cas du modèle de Hollomon. Dans le cas du modèle de Ramberg-Osgood, f est fonction de σ , l'équation est adaptée en conséquence).

Deux zones d'intérêts sont mises en évidence sur le graphique III3 - 5. La première est la zone de transition élastoplastique, tandis que la deuxième est le voisinage de la zone de transition entre la phase de consolidation et la phase de déconsolidation. Il met ainsi en évidence la meilleure corrélation de la loi de type Hollomon pour rendre compte de la transition élastoplastique brutale de l'aluminium, tandis que la loi de type Ramberg-Osgood permet de mieux traduire l'évolution des contraintes à plus forte déformation. Néanmoins, sur l'ensemble de la phase de corrélation, l'erreur cumulée A_{Hollomon} demeure plus faible que l'erreur $A_{\text{R-O}}$ commise avec le modèle de Ramberg-Osgood :

$$A_{\text{Hollomon}} \approx 49 \times 10^{-3} \text{ MPa} < A_{\text{R-O}} \approx 82 \times 10^{-3} \text{ MPa} \quad (\text{III3.6})$$

En raison des meilleures performances du modèle de Ramberg-Osgood pour rendre compte du comportement mécanique au voisinage de la contrainte ultime,

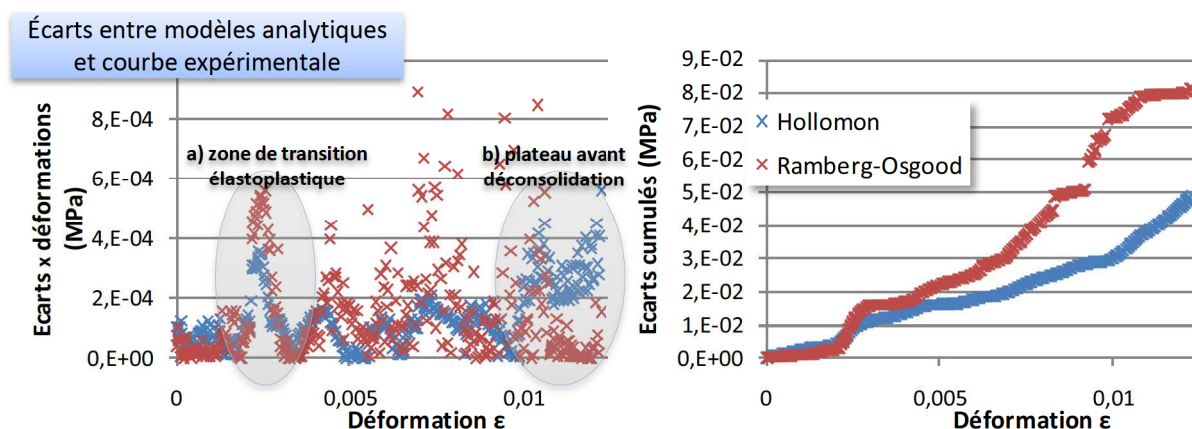


FIG. III3 - 5 – Caractérisation d'un film d'aluminium évaporé (éprouvette Alu800w3) : comparaison des approximations liées au choix d'une loi de type Hollomon ou de type Ramberg-Osgood. Deux zones particulières sont identifiées. La zone de transition élastoplastique est modélisée avec une meilleure précision par une loi de type Hollomon, tandis que la loi de Ramberg-Osgood est mieux adaptée à la description du plateau à charge maximale.

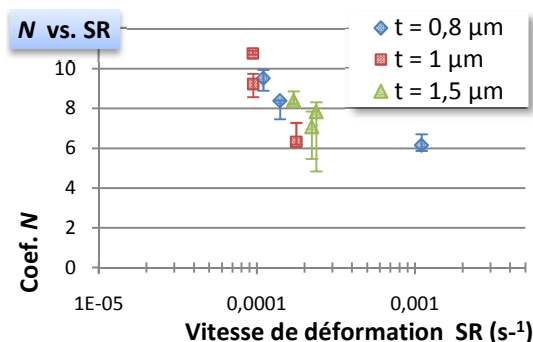


FIG. III3 - 6 – Éprouvettes d'aluminium : dépendance du coefficient d'écrouissage N à la vitesse de déformation. Les barres d'erreur représentent l'incertitude de détermination de N en fonction de la délimitation du domaine de la courbe de consolidation qui est exploité pour la régression logarithmique.

ce modèle nous semble plus à même d'aider au dimensionnement des matériaux qu'une loi de type Hollomon.

L'ensemble des paramètres mécaniques de la loi Ramberg-Osgood est présenté en tables III3 - b(a), (b) et (c).

Il est possible d'observer une corrélation entre la vitesse de sollicitation et le coefficient d'écrouissage, comme le montre le graphique III3 - 6. Le nombre d'essais étant limité, et le domaine de variation des vitesses de sollicitation étant très faible, il est délicat de confirmer cette tendance ou de la considérer comme vraie. Toutefois, nous noterons que ce phénomène d'augmentation du coefficient d'écrouissage lorsque la vitesse de sollicitation diminue est en accord avec ce qui peut être trouvé dans la littérature scientifique à l'échelle macroscopique.

TAB. III3 - b – Synthèse des propriétés mécaniques pour une modélisation par le modèle de Ramberg-Osgood des essais de traction sur les films d'aluminium pulvérisé. La contrainte représentative σ_r est déterminée pour $\alpha = 1$.

(a) Éprouvettes de 800 nm

Éprouvette	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_r (MPa)	N
800w1-1	288	2 787	167	58,0	169	xx
800w1-2	288	2 787	1 100	54,3	272	6,2
800w3-1	380	2 866	140	67,6	191	8,4
800w3-2	480	2 831	110	68,4	170	9,5

(b) Éprouvettes de 1 000 nm

Éprouvette	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_r (MPa)	N
1000w2-1	183	2 736	95	69,5	124	9,2
1000w2-d	278	2 930	177	57,9	169	6,3
1000w2-3	182	2 735	94	65,7	132	10,8

(c) Éprouvettes de 1 500 nm

Éprouvette	w_u (μm)	L_{eq} (μm)	SR (10^{-6} s^{-1})	E (GPa)	σ_r (MPa)	N
1500w2-1	482	2 832	89	74,0	146	8,9
1500w2-2	182	2 735	171	71,9	175	8,4
1500w3-1	186	2 775	237	71,3	159	7,8
1500w3-d	284	2 970	222	69,7	166	7,1

**Absence de corrélation entre l'épaisseur
et le seuil de plasticité**

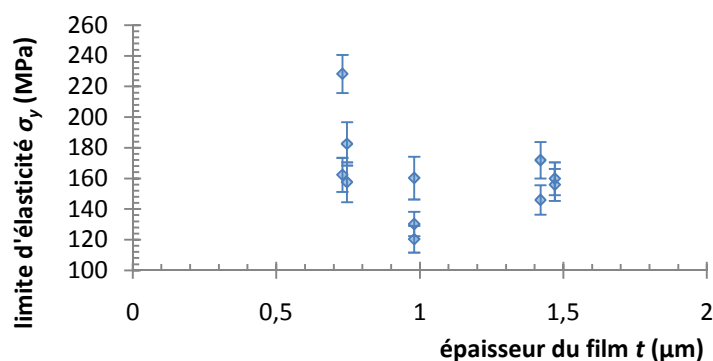


FIG. III3 - 7 – Ensemble des essais réalisés sur les éprouvettes d'aluminium. Aucune corrélation ne se distingue clairement entre la limite d'élasticité et l'épaisseur des films.

Enfin, cette campagne n'a pas permis de mettre en évidence un éventuel effet de taille sur les paramètres mécaniques (illustration avec le graphique III3 - 7 qui présente les limites d'élasticité en fonction de l'épaisseur des films). Cette observation semble à priori contraire à ce qui peut être trouvé dans diverses sources bibliographiques. Une analyse de la microstructure s'avère ici nécessaire pour en déterminer les raisons.

En se référant à des résultats publiés par ailleurs, la campagne d'essais sur les éprouvettes d'aluminium délivre des résultats pertinents, que ce soit sur l'évaluation des différents paramètres mécaniques, sur l'influence du taux de chargement ou encore sur la bonne reproductibilité des essais. Néanmoins, aucun effet de taille n'a jusqu'à maintenant été observé. Compte tenu du faible nombre d'échantillons sollicités, des essais complémentaires s'avèrent nécessaires pour valider ou non ce phénomène.

III.3.3 Homogénéité de la déformation plastique

Une loi de type Hollomon permet d'obtenir un critère sur la propension d'une éprouvette à se déformer localement ou non.

En effet, si l'on considère que le matériau suit une telle loi, c'est à dire que l'expression rationnelle de la caractéristique contrainte-déformation s'écrit selon la forme approchée I2.8, il est possible de déterminer la valeur maximale de la déformation ε_v admissible par un matériau parfaitement homogène avant de rentrer dans un domaine d'instabilité plastique (striction homogène et/ou localisée) :

$$\varepsilon_v = n \quad (\text{III3.7})$$

où n est le coefficient d'écrouissage du matériau considéré au sens de Hollomon (calculs présentés en annexe A.9).

Une certaine densité de défauts, systématiquement présents dans les matériaux réels, tend à localiser l'endommagement dans l'éprouvette, et donc à accélérer l'entrée en

TAB. III3 - c – Calcul du produit $\Pi = N \times \varepsilon_p(\sigma_{max})$ pour les éprouvettes d'or et d'aluminium. Ce produit doit tendre vers 1 pour des matériaux parfaitement homogènes.

Éprouvette	Π ($\times 10^{-3}$)	ε_{Rup}
III, 300-2	xx	xx
III, 400-4	5,94	0,010 7
IV, 300-1	4,40	0,008 4
IV, 300-2	3,84	0,008 0
IV, 400-2	3,26	0,007 6
IV, 400-4	xx	xx

(a) or électrolytique

Éprouvette	Π	ε_{Rup}
800w1-1	xx	0,208
800w1-2	0,107	0,111
800w3-1	0,064	0,117
800w3-2	0,106	0,156
1000w2-1	0,081	0,156
1000w2-2	0,049	xx
1000w2-3	0,315	0,240
1500w2-1	0,109	0,277
1500w2-2	0,090	0,175
1500w3-1	0,120	0,205
1500w3-d	0,085	0,121

(b) aluminium pulvérisé

instabilité plastique. Ainsi, l'étude du rapport $\frac{\varepsilon_v(\sigma_{max})}{n}$ permet de comparer l'homogénéité de différents matériaux.

Une démarche analogue est adoptable avec une loi de type Ramberg-Osgood : à la contrainte maximale, la dérivée par rapport à la déformation est nulle, impliquant une contrainte constante et donc un taux d'accroissement de la déformation élastique nul également ; dans ces conditions, le calcul pour Ramberg-Osgood est identique à celui de Hollomon (seule la déformation plastique intervient ici).

Cette approche a été suivie pour les films minces d'or et d'aluminium, en considérant l'inverse du coefficient N . La table III3 - c récapitule les différentes valeurs obtenues pour l'aluminium et pour l'or, et met ce rapport en regard avec l'allongement à rupture.

Dans le cas de l'or, la corrélation entre l'allongement à rupture et le produit calculé est évidente dans la mesure où il y a une très forte corrélation entre $\varepsilon(\sigma_{max})$ et ε_{Rup} : la rupture intervient presque immédiatement après avoir atteint la contrainte ultime (phase de striction extrêmement réduite).

Dans le cas de l'aluminium, il ne semble pas y avoir de corrélation entre ce produit et une autre donnée mécanique exploitable sur ces courbes. Mis à part une valeur très élevée (éprouvette « 1000w2-3 ») le produit $\Pi = N \times \varepsilon_p(\sigma_{max})$ semble relativement constant, et vaut :

$$\Pi = 0,094 \pm 0,019$$

soit une dispersion d'environ 20 %. Ainsi, dans le cas de l'aluminium :

Dans la mesure où aucune corrélation significative n'a été déterminée avec les paramètres de l'expérience, nous pouvons conclure que l'origine de cette grandeur physique est intrinsèque à la qualité de l'éprouvette. La dispersion associée semble donc traduire directement l'homogénéité de la densité des défauts entre les différentes éprouvettes.

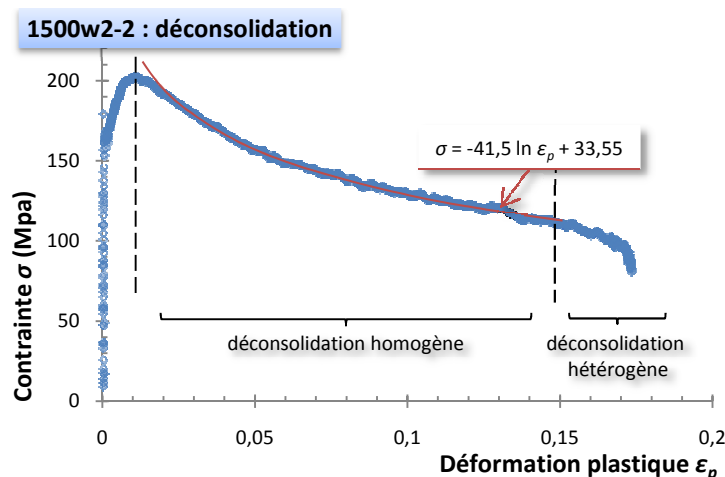


FIG. III3 - 8 – Aluminium, éprouvette « 1500w2-2 ». La déconsolidation plastique se décompose en deux phases : une déconsolidation homogène, jusqu'à 15 % environ d'allongement, puis une déconsolidation hétérogène jusqu'à la rupture finale. La première phase peut s'exprimer analytiquement sous la forme d'une relation logarithmique.

Une étude approfondie de ce paramètre, corrélée avec une étude statistique des défauts observés, pourrait fournir un outil utilisable pour optimiser les procédés de fabrication : un lien direct est établi entre la densité de défauts dans la couche et ses caractéristiques mécaniques.

III.3.4 Déconsolidation de l'aluminium

Comme nous l'avons mentionné précédemment, une longue phase de déconsolidation a été observée de manière systématique sur toutes les éprouvettes d'aluminium, homogène sur l'ensemble de l'éprouvette (observation *in-situ* par microscopie optique) qui s'étend entre 1 % et quelques pourcents avant la rupture finale. On observe alors un point d'inflexion, plus ou moins marqué selon les éprouvettes, qui semble corrélé avec l'apparition d'un phénomène de striction localisée autour du défaut critique sur les observations par microscopie optique. Nous nommerons cette phase ultime de la caractéristique contrainte-déformation par « déconsolidation hétérogène », car localisée sur une section de l'éprouvette, tandis que la première partie de déconsolidation, la plus longue, sera qualifiée de « déconsolidation homogène ». Une courbe typique est présentée sur le schéma III3 - 8.

La meilleure forme pour proposer une expression analytique de cette phase de déconsolidation semble être sous une forme logarithmique :

$$\sigma = d \ln \epsilon_p + \sigma_1 \quad (\text{III3.8})$$

où d est une pression représentative de la déconsolidation issue de la régression logarithmique, nous la nommerons « facteur de déconsolidation ». σ_1 est une constante qui dépend a priori du niveau de la contrainte ultime (pour assurer la continuité de la courbe).

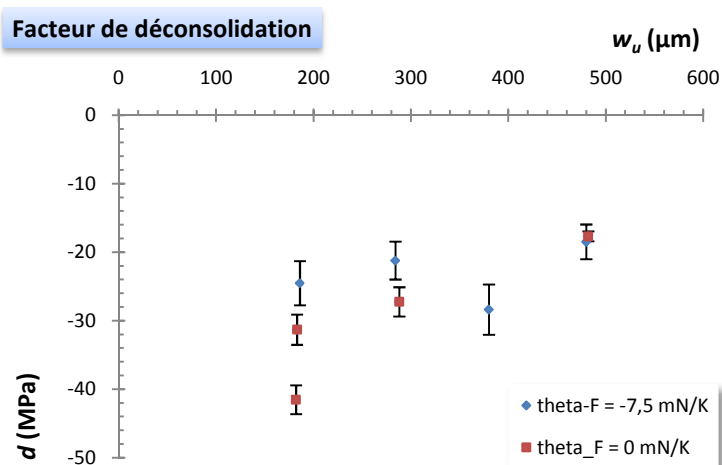


FIG. III3 - 9 – Facteur de déconsolidation en fonction de la largeur des éprouvettes. Les deux entrées dans la légende représentent les essais qui ont un enregistrement associé de la température en continu pour corriger la dérive en température du capteur de force, tandis que la deuxième correspond à tous les essais antérieurs.

La figure III3 - 9 présente l'ensemble des valeurs de d obtenues sur les éprouvettes exploitables. L'incertitude associée est composée à partir des incertitudes sur les niveaux de contrainte et de déformation. La grandeur d est tracée en fonction de w_u , seul paramètre qui semble avoir une influence sur le facteur de déconsolidation.

L'exploitation des données est rendue difficile par le fait que nous avons deux populations distinctes de caractéristiques : celles qui ont été enregistrées avec une correction de la dérive thermique et celles, antérieures, qui n'ont pas été réalisées avec un enregistrement de la température. Ainsi, l'étude de sensibilité est difficile à estimer.

En l'état actuel, toutefois, une régression linéaire sur les trois entrées suivantes : SR (vitesse de déformation), t (épaisseur) et w_u (largeur) indique que le facteur de déconsolidation n'est sensible qu'aux variations de w_u . Plusieurs réserves sont toutefois émises sur ce résultat :

- le faible nombre d'éprouvettes implique de manipuler toute considération statistique avec précaution,
- la prise en compte de la dérive du capteur de force en température n'a pas été effective sur l'ensemble des éprouvettes, induisant une dispersion supplémentaire dans les résultats,
- les largeurs varient entre 180 et 500 μm , une dimension qui est bien supérieure à l'épaisseur. Le caractère critique de ce second paramètre semblerait à première vue plus probable.

Il est nécessaire désormais de multiplier les observations sur un banc de mesure stabilisé en terme de développements techniques pour obtenir un échantillon statistiquement représentatif. De plus, la plage de variation pour les différents paramètres d'entrée sera agrandie pour réussir à confirmer ou non cette approche.

Les observations en microscopie optique sont particulièrement enrichissantes sur l'observation de cette phase de déconsolidation. En effet, nous avons pu identifier tout d'abord l'absence d'endommagement local lors de la phase de déconsolidation homogène, mais également établir une corrélation entre l'apparition d'un point d'inflexion sur la caractéristique contrainte-déformation plastique, et la localisation de la déformation plastique autour d'une zone contenant généralement un défaut de taille critique²⁹.

De plus, ces observations ont mis en évidence l'apparition d'un système de déformation original : la déconsolidation est accompagnée de l'apparition d'une texture progressive sur toute la surface de l'éprouvette. En effet, des bandes apparaissent, inclinées à 45° par rapport à l'axe de traction, et se densifient avec l'augmentation des niveaux de déformation imposés à l'éprouvette.

Nous notons également que le bruit de mesure sur le capteur de force est plus important lors de cette phase de déconsolidation si nous le comparons avec les niveaux enregistrés lors des étapes de consolidation.

L'observation de ces bandes, et la reproductibilité de leur présence, nous ont donc poussé à observer plus en détails la microstructure de ces couches, et ainsi comprendre l'origine physique de tels motifs.

²⁹Aucune éprouvette avec double congé de raccordement n'a été rompue au voisinage de l'encastrement de la couche sollicitée sur le substrat silicium : les concentrations de contraintes liées aux ancrages sont minimisées.

OBSERVATIONS MICROSTRUCTURALES

Les chapitres précédents ont souligné la bonne reproductibilité des essais réalisés à l'aide de la nouvelle platine de microtraction. En particulier, les actions de développements ont non seulement contribué à améliorer la précision des essais, mais également à éliminer d'éventuels biais liés à l'opérateur, à l'environnement ou au moyen (en référence au diagramme 5M référencé II - 1). Désormais, les principales sources d'incertitudes sur les mesures proviennent de la qualité géométrique des éprouvettes, comme l'ont mis en évidence les analyses faites sur les éprouvettes d'or (paragraphe II.3.2.3 et II.3.2.3). Malgré certaines sources d'incertitudes résiduelles, les résultats des caractérisations mécaniques ont montré qu'il est dès à présent possible d'étudier les corrélations entre certains paramètres d'entrée et les propriétés mécaniques des couches minces sollicitées, comme par exemple l'influence de la vitesse de sollicitation sur le coefficient d'écrouissage (chapitre précédent).

L'étude des couches minces — ou plus généralement des « éprouvettes fines » telles que nous les avons définies dans le paragraphe I.2.3.1 — est une étape nécessaire pour développer des micro-technologies performantes³⁰. L'effet de taille associé à de telles structures, au sens large, provient en particulier de la diminution d'au moins une des dimensions du matériau — l'épaisseur t — jusqu'à atteindre le même ordre de grandeur que les dimensions caractéristiques de la microstructure. Les outils de caractérisation que nous avons développés dans le cadre de cette étude fournissent des éléments de compréhension sur la corrélation entre les propriétés mécaniques et les conditions d'élaboration de ces matériaux.

L'objectif de ce chapitre est donc de proposer une première analyse microstructurale : les liens entre la microstructure et les propriétés mécaniques seront ainsi mis en évidence. Sachant d'autre part que les liens entre procédés de fabrication et propriétés microstructurales forment un ensemble de recherches cohérent et dynamique, une telle analyse est la première étape pour tendre vers un modèle efficient de prévision des propriétés mécaniques d'une couche mince en fonction des différentes conditions d'élaboration, comme l'illustre le schéma III4 - 10.

Ce chapitre est décomposé en deux parties distinctes, chacune abordant l'analyse microstructurale des couches minces autoportantes étudiées, à savoir un or électrolytique et un aluminium pulvérisé (structure cubique à faces centrées pour chaque matériaux). Toutes les deux abordent dans un premier temps l'analyse de la microstructure suivant une approche descendante, en sollicitant des techniques d'observation à pouvoir de résolution croissant (microscope optique, puis microscope électronique à émission de champ, et enfin un microscope électronique à transmission). Une discussion est ensuite proposée pour

³⁰Nous rappelons ici que les propriétés mécaniques de matériaux en couches minces diffèrent de celles de leurs homologues massifs.

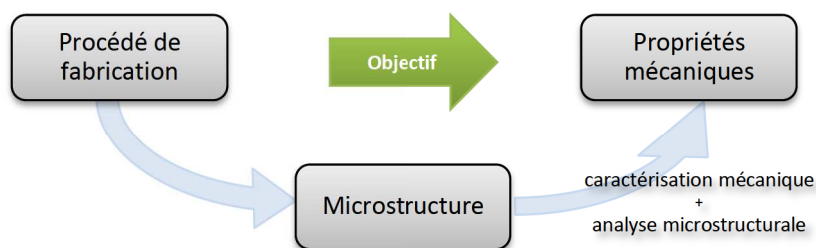


FIG. III4 - 10 – Relation entre procédé de fabrication, microstructure et propriétés mécaniques. La détermination des propriétés mécaniques d'une couche mince à partir des conditions d'élaboration nécessite une étape préalable de compréhension des liens de causalité entre élaboration et microstructure d'une part, puis entre microstructure et propriétés mécaniques d'autre part. Les outils développés dans le cadre de cette thèse sont utilisés pour l'étude de ce deuxième point.

émettre des hypothèses sur les liens entre ces observations et le comportement mécanique des couches minces.

III.4.1 Or électrodéposé

La campagne d'essais réalisée sur les éprouvettes en or délivre une *reproductibilité* relativement bonne (eu égard à l'incertitude élevée induite, entre autres, par la qualité géométrique de l'éprouvette). En revanche, la *justesse* des valeurs des propriétés mécaniques est un thème sur lequel nous ne disposons que de peu d'informations. L'analyse technologique de ces éprouvettes (décrite dans le paragraphe II.3.2.3) a en effet révélé l'influence importante qui peut être attribuée aux imperfections de réalisation de l'éprouvette (défaut de géométrie et défaut d'empilement des sous-couches) sur les biais éventuels.

En conséquence, l'analyse microstructurale, qui fait l'objet des paragraphes suivants, a pour objectif d'étudier la cohérence des résultats obtenus. Elle peut en effet identifier les éléments qui serviront de base à une comparaison avec des résultats publiés par d'autres laboratoires de recherche.

III.4.1.1 Analyse microstructurale

—— Microscopie optique ——

Lors de chaque essai, le microscope Hirox a été utilisé pour réaliser des micrographies à une fréquence fixe. Il est donc possible à posteriori de faire la concordance entre les niveaux de charge appliqués et les prises de vue. Ainsi, la figure III4 - 11 présente une correspondance entre une courbe de traction (exploitée dans les chapitres précédents) et des observations en microscopie optique obtenues à différents taux de déformation.

Nous observons une déformation homogène jusqu'à une elongation de $\varepsilon_v = 0,25\%$. Au delà, nous notons la présence de bandes inclinées. Ces bandes sont localisées, et présentent une orientation d'environ 60° par rapport à l'axe de traction. Avec un incrément de la déformation irréversible, de nouvelles bandes apparaissent, pendant que le contraste

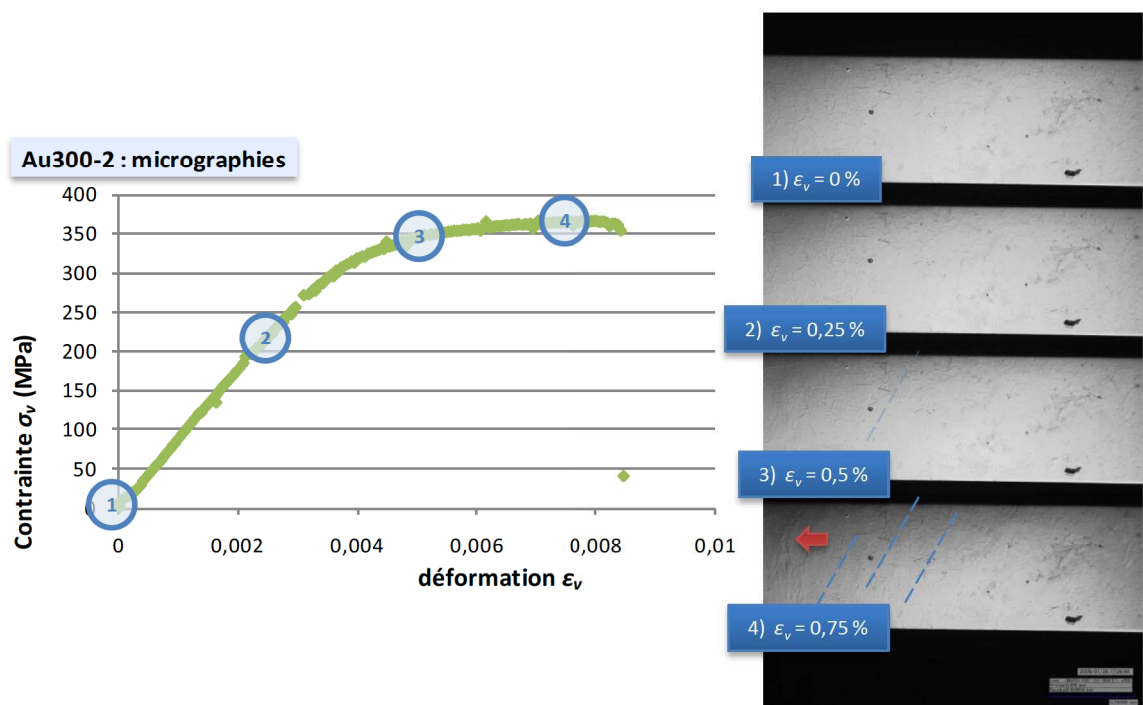


FIG. III4 - 11 – Correspondance entre une courbe de traction et quatre micrographies réalisées à l'aide du microscope *in-situ* (éprouvette Au III300-2). Les bandes pointillées soulignent l'apparition de bandes intragranulaires en plasticité, de manière localisée. La flèche rouge met l'accent sur une zone plus marquée par ces bandes, et qui se situe à moins de 100 μm de la zone de rupture (hors champ, quelques secondes après la dernière prise de vue).



FIG. III4 - 12 – Rupture d'une éprouvette d'or électrodéposé (Au IV 300-1). L'essai de traction a été stoppé avant rupture totale de l'échantillon. On observe une concentration importante de bandes à 60° proche de la rupture, avec une ouverture de celles qui sont traversées par la fissure. La fissure est également inclinée à 60°.

apparent des précédentes se renforce. Des observations réalisées sur plusieurs éprouvettes tendent à mettre en évidence une augmentation de la densité de ces bandes à 60° à proximité de la zone critique où l'éprouvette rompt.

Un exemple d'éprouvette fissurée est présenté en figure III4 - 12. Cette micrographie a été réalisée sur une éprouvette sous tension, avant rupture totale. Un tel état a pu être maintenu pendant plusieurs minutes, avant d'exercer un incrément progressif de déplacement jusqu'à provoquer la rupture totale. Ceci tend à prouver le caractère ductile de la rupture³¹. Nous avons pu observer sur certaines éprouvettes une propagation de fissuration peu rectiligne (au contraire de celle présentée en figure III4 - 12), et qui semble contourner certains grains pour en traverser d'autres. Nous pouvons observer une inclinaison de soixante degrés par rapport à l'axe de traction, que ce soit pour les bandes apparaissant lors de la plasticité ou pour la fissure. Nous observons également que les bandes sont toutes des amorces potentielles de rupture comme l'illustre l'ouverture de ces dernières lorsqu'elles se trouvent traversées par la fissure : la couche d'or est particulièrement fragile dans ces zones.

De plus, l'observation optique des éprouvettes d'or est suffisante dans un premier temps pour identifier une structure colonnaire dans les films d'or. En effet, une première estimation de la taille des grains montre un diamètre qui est de l'ordre de 10 à 20 μm en moyenne. Cette valeur est supérieure à l'épaisseur de la couche. Nous pouvons donc supposer que le film est composé de grains colonnaires, possédant par conséquent deux surfaces libres et une interface dans le plan de l'éprouvette avec les grains voisins.

³¹ Et ce, même si le chemin de la fissure semble a priori rectiligne dans ce cas.

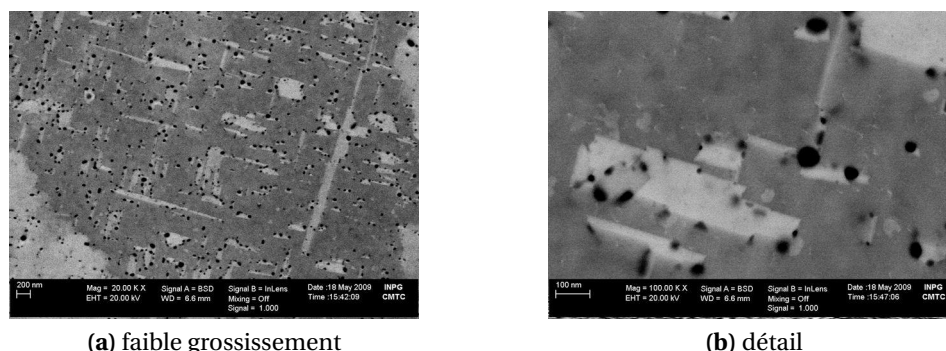


FIG. III4 - 13 – Micrographies MEB-FEG (signal BSD) d'une éprouvette d'or sur une partie de la couche mince supposée non déformée par la traction (ancrage). Les zones circulaires sombres sont des porosités, nombreuses et uniformément réparties sur l'ensemble du champ.

—— Microscopie électronique à balayage avec canon à effet de champ ——

Une observation d'une éprouvette d'or électrodéposé a été réalisée au SIMaP à l'aide d'un microscope électronique à balayage avec un canon à effet de champ (MEB-FEG³²). Elle a été réalisée sur une éprouvette d'or ayant subi une sollicitation uniaxiale jusqu'à rupture.

Deux points ressortent de cette observation. Tout d'abord, une forte porosité est apparente sur les éprouvettes d'or, comme l'illustrent les figures III4 - 13(a) et (b). Cette porosité va avoir tendance à induire un biais dans le calcul des propriétés mécaniques, puisque les niveaux de contrainte sont sous-estimés en raison de la surestimation de la section effective de l'éprouvette. Une analyse de la densité de surface de porosité sera réalisée pour étudier le comportement de la structure en utilisant le formalisme de l'endommagement proposé par Lemaitre [Lemaitre 96].

Les bandes inclinées claires pourraient être des mâcles. Pour confirmer cette hypothèse, une analyse EBSD a été réalisée, dont les résultats sont présentés en figure III4 - 14.

Nous observons principalement deux types de grains. Les premiers (les plus grands) sont de type $\langle 001 \rangle$. Ils se trouvent entourés de grains $\langle 111 \rangle$, nettement plus petits. La figure met également en évidence la présence de mâcles dans le matériau, principalement de type $\Sigma 3$.

III.4.1.2 Discussion

—— Comparaison avec des valeurs bibliographiques ——

Nous rappelons ici que bien que le comportement mécanique caractérisé soit reproductible d'un essai à l'autre, nous manquons de points de repère pour évaluer la justesse de la mesure. Pour s'assurer de la pertinence de nos résultats, il s'avère nécessaire de les comparer avec d'autres résultats publiés par ailleurs. Toutefois, dans la mesure où les propriétés mécaniques demeurent fortement dépendantes des paramètres décrivant la microstructure des couches minces, cette comparaison est dans le cas général relativement difficile à réaliser.

³²FEG pour *Field Effect Gun*.

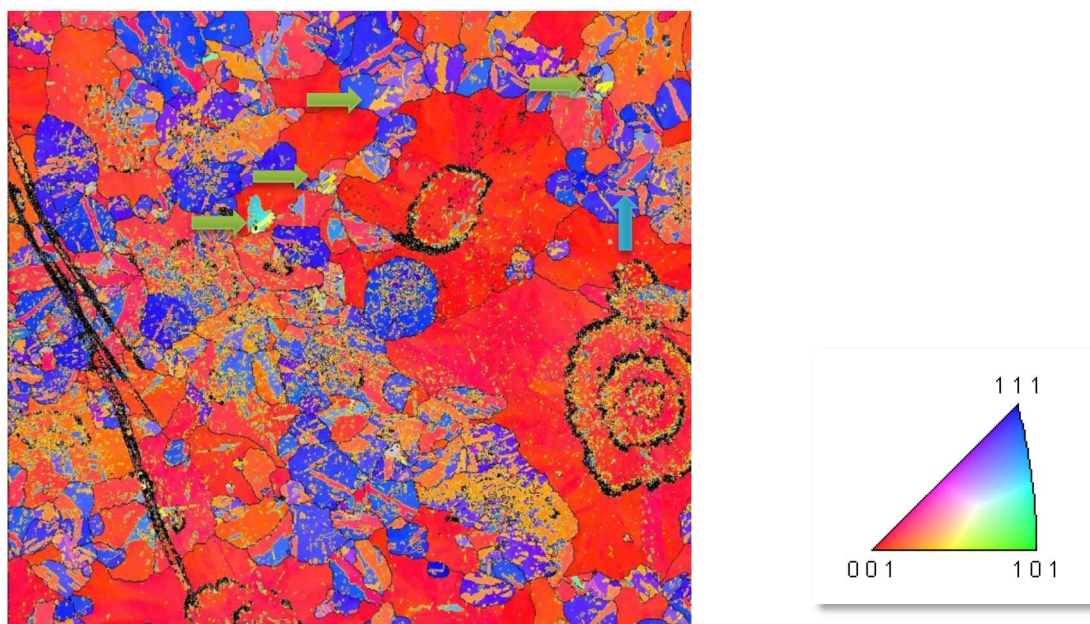


FIG. III4-14 – EBSD réalisé sur une éprouvette d'or déformée jusqu'à rupture. Il s'agit d'une figure de pôle inverse suivant la normale à l'échantillon. Champ observé : $200 \times 180 \mu\text{m}^2$, avec un pas de 200 nm. Les flèches vertes pointent vers des joints de macle ($\Sigma 3$).

Pourtant, la brève analyse microstructurale que nous venons de proposer peut être utilisée pour évaluer quelles sont les grandeurs comparables. Cette approche sous-entend que les publications analysées soient elles-mêmes suffisamment documentées sur la description de la microstructure des couches.

Tout d'abord, les valeurs obtenues sont, pour la plupart, en bon accord avec ce qui peut être trouvé généralement. Nous proposons ici de réaliser une comparaison point à point pour chaque paramètre mécanique.

Module d'élasticité : Le module d'élasticité de l'or massif est traditionnellement considéré comme valant $E = 78 \text{ GPa}$. La valeur moyenne obtenue ($E = 80,1 \pm 4,8 \text{ GPa}$) est ainsi proche de cette valeur.

Toutefois, l'or est connu pour faire preuve d'une forte anisotropie. Ainsi, $E_{\langle 111 \rangle} = 117 \text{ GPa}$ et $E_{\langle 100 \rangle} = 43 \text{ GPa}$ [Courtney 90]. En s'appuyant sur les densités de chaque orientation constatée en EBSD, il est envisageable de considérer une loi des mélanges de type Voigt et Reuss pour déterminer l'intervalle des valeurs admissibles pour la détermination du module.

Si l'on considère les résultats obtenus par différents chercheurs, les valeurs que nous déterminons sont légèrement supérieures. La table III2 - b résume les différentes estimations du module que nous avons pu référencer.

Seuil de plasticité : Cette grandeur dépend de l'historique des sollicitations subies par la couche mince, et de l'état des contraintes résiduelles présentes initialement dans le film.

Une difficulté supplémentaire introduite dans la comparaison de cette valeur avec des références bibliographiques est le choix de la convention adoptée pour rendre compte du seuil de plasticité.

Ainsi, Espinosa, Prorok et Peng [Espinosa 04] ont mis en évidence une forte dépendance de la limite d'élasticité en fonction des dimensions de l'éprouvette (épaisseur et largeur). Ils considèrent « le premier écart à un comportement linéaire » comme critère de plasticité. Pour les éprouvettes avec la section la plus faible ($S = 2,5 \times 0,3 \mu\text{m}^2$), un comportement fragile de l'éprouvette est observé, avec une limite d'élasticité qui vaut 220 MPa. Pour les sections les plus grandes ($S = 20 \times 1 \mu\text{m}^2$), le comportement est ductile, avec l'observation d'une phase de déconsolidation, et la limite d'élasticité vaut 55 MPa.

Dans notre cas, les variations sur la section sont trop faibles pour identifier une tendance. Si l'on considère la même définition que l'auteur pour la détermination de la limite d'élasticité, nous obtenons :

$$\sigma_y = 205 \pm 27 \text{ MPa} \quad (\text{III.4.1})$$

Si l'on exclut la valeur de l'éprouvette « IV, 400-4 », il semblerait effectivement qu'une diminution de la limite d'élasticité avec l'augmentation de la largeur soit possible.

Nous notons par ailleurs que la texture des films caractérisés par Espinosa présente une orientation privilégiée de type $\langle 111 \rangle$, qui s'apparente à notre cas de figure. Néanmoins, les valeurs que nous obtenons sont en moyenne nettement plus élevées, surtout dans l'hypothèse d'une éventuelle influence de la section, puisque les sections sur lesquelles nous avons travaillé sont supérieures à celles d'Espinosa de deux ordres de grandeur.

En revanche, ses éprouvettes possèdent une microstructure avec plusieurs grains dans l'épaisseur des couches (1 à 2 grains pour les structures les plus fines, et jusqu'à 5 à 6 grains pour ses films les plus épais), et se situent donc dans une configuration où un glissement des grains les uns sur les autres est possible. Dans notre cas, avec des grains colonnaires, ce mode de déformation est inexistant. En terme de nombre de grains dans l'épaisseur, nous nous situons donc dans le même cas de figure que les films de $0,3 \mu\text{m}$ d'épaisseur d'Espinosa. Cette fois-ci, les ordres de grandeur de la limite d'élasticité sont comparables (220 GPa contre $205 \pm 27 \text{ GPa}$ dans notre cas).

Par ailleurs, les limites d'élasticité constatées demeurent inférieures aux résultats proposés par Weihs *et al.* [Weihs 88] qui utilisent une technique de microflexion sur des poutres encastrée-libre : il obtient une valeur de 260 MPa pour σ_y (et une dureté plastique mesurée par nanoindentation qui vaut $H = 1,2 \text{ GPa}$, également plus élevée que nos résultats). Néanmoins, aucune information sur la microstructure de ses couches n'est disponible (Au évaporé, moulé, avec une épaisseur de $0,87 \mu\text{m}$). Toutefois, compte tenu des considérations qui viennent d'être évoquées pour comparer nos résultats à ceux d'Espinosa, nous pouvons supposer que les structures de Weihs s'apparentent à notre cas de figure : un seul grain colonnaire dans l'épaisseur.

Le comportement plastique des couches minces d'or est dépendant de la quantité de grains présents dans l'épaisseur. Dans une configuration où un seul grain est présent, nous observons des limites d'élasticité en accord avec ce qui peut être trouvé dans la littérature. La dispersion entre les différents matériaux provient dès lors de la taille et de la sévérité des défauts présents aux interfaces.

Allongement à rupture: Weihs, de part la technique de caractérisation qu'il emploie, ne peut caractériser l'allongement à rupture.

Espinosa *et al.* dénotent pour leur part que quel que soit le type de comportement observé (fragile pour les sections faibles et ductiles pour les plus épaisses), l'allongement à rupture ne dépasse pas 1 %. Sur ce point, nos résultats sont concordants, puisque nous notons un allongement moyen de 0,8 % sur nos éprouvettes.

Toutefois, les raisons à l'origine d'un si faible allongement peuvent être multiples, d'autant plus que les techniques de sollicitation sont fondamentalement différentes : Espinosa travaille sur une platine qui applique une charge perpendiculairement à une structure autoportante. Ainsi, une structure de section constante travaillerait principalement en flexion (réalisation d'un essai de microflexion à l'aide de la pointe d'un nanoindenteur), mais une conception d'éprouvettes avec des sections variables l'aide à réaliser un état de contrainte uniaxial dans une portion de l'éprouvette où l'essai est assimilé à un essai de traction. Toutefois, l'observation de la zone de rupture d'une éprouvette montre que cette dernière s'est rompue à proximité d'un ancrage. Les sollicitations qui sont exercées possèdent nécessairement à proximité des ancrages une composante forte de flexion, qui se traduit par des concentrations de contrainte.

Si la rupture des films, dans le cas des expériences présentées par Espinosa, est extrêmement rapide en raison du dispositif expérimental, l'origine est à rechercher ailleurs dans notre cas. En effet, les essais sur l'aluminium, dont les rigidités sont plus faibles, mettent hors de cause cet effet dans la mesure où des allongements de plus de 30 % ont pu être observés dans certains cas.

L'origine d'une rupture prématurée pourrait être liée, dans notre cas, à la présence d'atomes de cuivre en solution solide dans la couche d'or, comme nous allons maintenant l'étudier.

—— Influence de la couche d'accroche de cuivre ——

Les fortes valeurs obtenues, notamment sur le module d'élasticité E peuvent très certainement s'expliquer par la présence d'une couche d'accroche de cuivre sous l'or. En effet, le cuivre et l'or forment un alliage binaire homogène à très forte miscibilité (diagramme de phase monophasé [Lyman 73]). En conséquence, des atomes issus de la couche d'accroche de cuivre ont diffusé dans la couche mince d'or pour former une solution solide. Un gradient de concentration de cette solution est identifié à l'aide de l'imagerie EDX réalisée sur une coupe FIB (cf. le paragraphe II.3.2.3).

Compte tenu du diagramme de phase, et sans avoir une mesure précise de la concentration en masse du cuivre dans la couche, nous pouvons toutefois affirmer que la structure cristallographique des films minces d'or est un réseau cubique à faces centrées (cfc) avec une solution solide de cuivre dont la concentration tend vers zéro sur la face supérieure et qui peut atteindre une concentration critique en face inférieure pour qu'une phase orthorhombique apparaisse³³.

Si ce renforcement est suffisamment grand, il est dès lors possible de concilier les deux observations antithétiques faites jusqu'à présent : une forte porosité observée à l'aide du microscope électronique d'une part, et des propriétés mécaniques apparentes plus élevées que ce qui peut être trouvé dans la littérature.

En revanche, l'influence du cuivre sur la plasticité limitée de la couche mince d'or électrolytique est très certainement négligeable. En effet, les observations en microscopie optique tendent à montrer que la rupture s'amorce au niveau des joints de grains. Le facteur prépondérant est ainsi supposé être la forte densité de défauts au niveau de ces joints, créant des concentrations de contrainte importantes, ainsi que la coalescence de micro-cavités³⁴ jusqu'à l'obtention d'une taille critique provoquant la ruine du matériau.

Les informations obtenues sur les propriétés mécaniques de cette couche et la corrélation avec des observations microstructurales peuvent dès lors être mises à profit pour 1) optimiser les propriétés mécaniques de la couche et 2) identifier les paramètres prépondérants sur la qualité de la microstructure. En effet, dans la mesure où la formation d'une phase métastable orthorhombique est conditionnée par la concentration du cuivre dans la couche d'or, les phénomènes de diffusion doivent être maîtrisés (contrôle de la température et de la durée des différentes étapes du procédé de fabrication) et les températures atteintes mises en regard avec les températures d'apparition de cette phase (utilisation du diagramme binaire Au-Cu).

Cette approche s'avèrera d'autant plus nécessaire si les paramètres du processus sont fluctuants. La fiabilité des microsystèmes sera donc directement dépendante du contrôle des différentes étapes du procédé de fabrication.

³³L'apparition de cette phase α' est conditionnée par la concentration de cuivre qui a diffusé dans l'or, et par la température atteinte lors des différentes étapes du procédé de fabrication, la diffusion étant un phénomène thermiquement activé. Une analyse complémentaire serait ici nécessaire, avec notamment l'utilisation d'une observation XRD pour déterminer précisément la cristallographie de la couche mince en général, et des mâcles $\Sigma 3$ en particulier.

³⁴Ce phénomène pourrait être à l'origine des bandes observées sur les microscopies d'or.

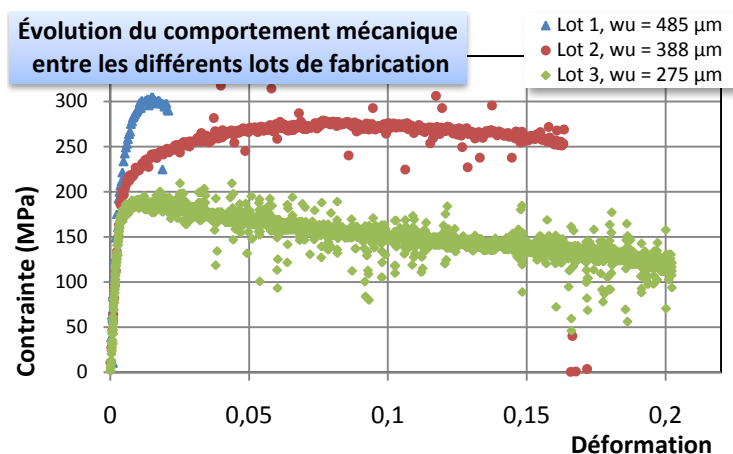


FIG. III4 - 15 – Comparaison des courbes caractéristiques de trois éprouvettes d'aluminium ($t = 1 \mu\text{m}$) issues de trois lots différents. Le comportement mécanique évolue fortement entre les trois lots, que ce soit en terme de contrainte seuil ou d'allongement à rupture. En revanche, le module d'élasticité demeure relativement constant.

III.4.2 Aluminium pulvérisé

La réalisation d'essais de traction sur les éprouvettes d'aluminium pulvérisé a mis en évidence trois phases distinctes dans le comportement mécanique du matériau : une phase d'élasticité linéaire, une consolidation plastique puis une phase de déconsolidation irréversible sur une grande plage de déformation (à partir de 1 % et s'étendant jusqu'à 25 % pour certaines éprouvettes).

Les paragraphes qui suivent se proposent d'analyser les observations réalisées sur différentes éprouvettes pour déterminer les origines physiques d'un tel comportement.

III.4.2.1 Évolution des propriétés des couches d'aluminium

Les éprouvettes d'aluminium dont les résultats ont été présentés dans le chapitre III sont toutes issues de la dernière campagne de fabrication (lot 3). Les résultats obtenus sur les éprouvettes précédentes n'ont pas été exploités jusqu'à maintenant, car bien qu'ils soient dans l'ensemble cohérents avec ceux qui sont présentés, les développements et les transformations des moyens de caractérisation étaient en cours de progression. Une analyse comparative quantitative ne nous a dès lors pas paru cohérente avec l'adoption d'une démarche de maîtrise des incertitudes.

Néanmoins, une comparaison qualitative peut être faite entre le lot 3 (Octobre 2008) et les lots précédents (lots 1, de Novembre 2007 et 2, de Mars 2008). À cette fin, trois courbes caractéristiques obtenues sur des éprouvettes issues de chacun de ces lots sont présentées en figure III4 - 15.

La comparaison des observations faites en microscopie optique sur l'ensemble de ces éprouvettes apporte un premier élément de réponse pour expliquer les modifications

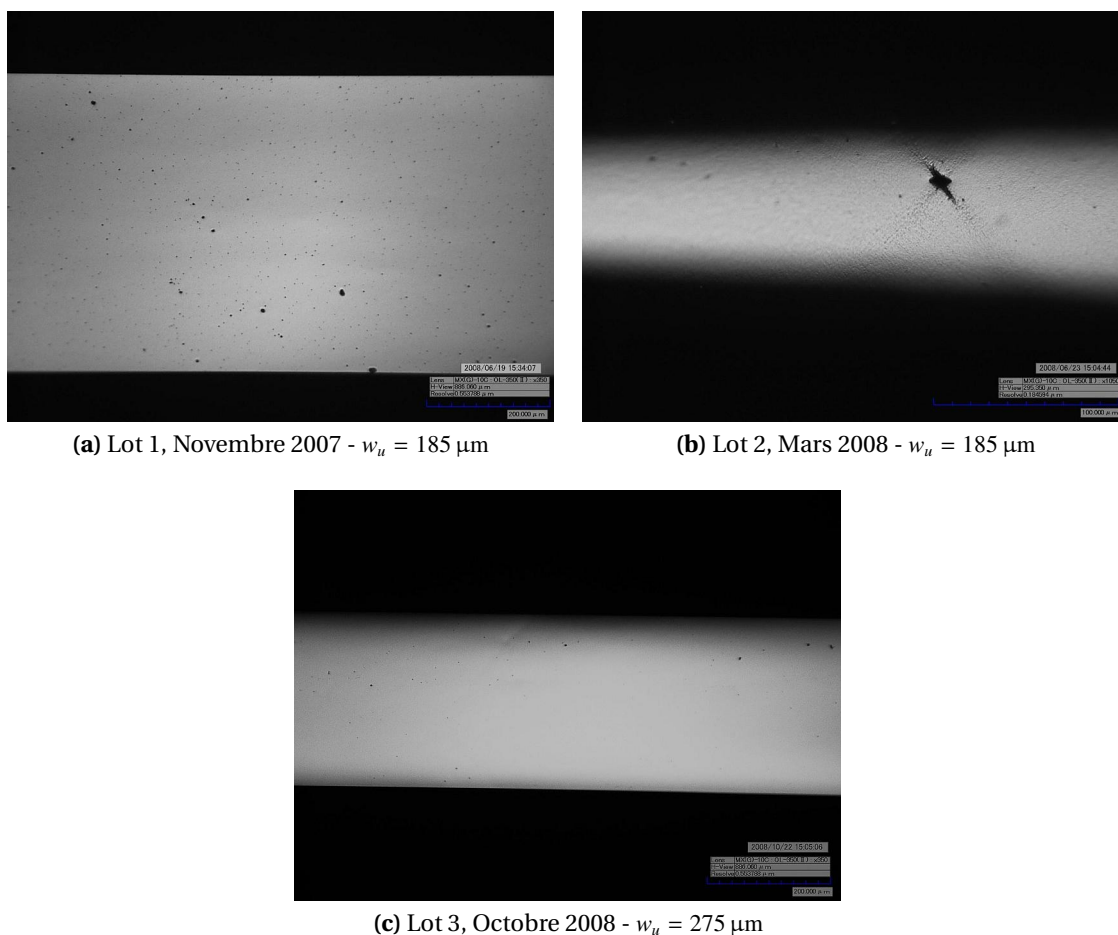


FIG. III4-16 – Comparaison de micrographies d'éprouvettes d'aluminium issues des trois lots différents (épaisseurs égales, $t = 1 \mu\text{m}$). On observe une diminution globale de la densité de défaut, avec une probabilité de défauts isolés de taille critique persistante sur le lot 2. Le lot 3 présente une faible densité de défaut, et l'absence d'hétérogénéités dans l'éprouvette.

fondamentales constatées dans le comportement mécanique³⁵. Ces micrographies sont présentées en figure III4-16(a), (b) et (c). Voici les différentes observations qui peuvent être faites sur l'évolution des propriétés mécaniques d'un lot à l'autre :

- La faible variation du module d'élasticité s'explique par la nature physique de cette grandeur qui en fait un paramètre peu sensible aux variations de la microstructure, puisqu'il quantifie la déformation du réseau cristallin. En revanche, nous notons que dans le cas général, les matériaux en couche mince sont influencés par la texture et la modification des orientations cristallines préférentielles. L'absence de fluctuation importante peut donc être le signe d'une relative stabilité de la texture entre les trois couches d'aluminium.

³⁵Nous noterons que la comparaison ne peut que demeurer qualitative, en raison de l'évolution du banc de mesure qui peut amplifier les différences. À titre d'exemple, l'alignement des deux mors a été une modification importante apportée entre les lots 1 et 2 ; l'absence de réglage pour la caractérisation du premier peut expliquer les ruptures prématurées d'une éprouvette sous sollicitation composite, comprenant flexion et torsion.

- Les contraintes de seuil d'écoulement plastique et les contraintes maximales atteintes dans la couche diminuent pour les lots les plus récents.
- La déformation irréversible critique pour laquelle la contrainte maximale admissible est atteinte ne semble à priori pas obéir à une telle tendance. Dans le premier lot, la consolidation est extrêmement courte, et nettement plus longue pour le deuxième. En revanche, la consolidation des éprouvettes issues du troisième lot est à nouveau réduite, mais l'allongement à rupture est pour sa part en augmentation.
- L'allongement à rupture augmente d'un lot à l'autre. En parallèle, l'observation des microscopies montre une diminution de la densité de défauts d'une part, et la diminution de la probabilité de présence d'un défaut de taille critique dans la couche. La réalisation d'essais sur un plus grand nombre d'éprouvettes permettrait une analyse dite de Weibull sur les liens entre la probabilité de rupture des films d'aluminium et la présence de défauts critiques dans la couche. La relation entre la densité de défaut — et la taille du défaut critique — et l'allongement à rupture semble à priori manifeste.

Enfin, nous noterons une augmentation des niveaux de bruit sur les trois éprouvettes, qui semble associée à la présence d'une phase de déconsolidation importante.

La comparaison des trois lots met en évidence une modification majeure dans le comportement mécanique des films minces d'aluminium. Ces différences, pour des éprouvettes supposées être composées d'un matériau identique, illustrent la grande sensibilité du comportement mécanique des couches minces aux variations et/ou aux fluctuations du procédé d'élaboration.

III.4.2.2 Analyse microstructurale

Cette analyse a été effectuée sur des éprouvettes issues du lot 3. Ces dernières présentent en effet un comportement original, avec une très longue phase de déconsolidation avant rupture. De plus, seules ces éprouvettes ont pu faire l'objet d'une étude approfondie de leurs propriétés mécaniques avec une platine de caractérisation optimisée.

Elle a pour principal objectif l'établissement d'un lien entre la déconsolidation observée et le comportement de la matière.

—— Microscopie optique ——

La majorité des essais mécaniques a été réalisée avec une observation optique d'une partie de l'éprouvette à l'aide d'un microscope numérique. Une acquisition d'image à une fréquence de 3 Hz a alors été programmée.

Les observations sont particulièrement intéressantes, et le même phénomène se produit sur l'ensemble des éprouvettes : **un ensemble de bandes apparaît progressivement à partir du début de la phase de déconsolidation. Elles sont inclinées à 45° par rapport à l'axe de traction, soit selon la direction du cisaillement maximal. De plus, leur répartition est homogène sur l'ensemble de l'éprouvette si aucun défaut critique n'est observé. En présence d'un défaut, nous notons une concentration de ces bandes.**

Les micrographies prises à différents taux de déformation, en figure III4 - 17(a) et (b), illustrent, pour deux éprouvettes différentes ($t = 0,8 \mu\text{m}$ et $t = 1,5 \mu\text{m}$), l'apparition de ces bandes.

De plus, une répartition homogène des bandes dans le champ de mesure est observée. Lors de la rupture, toutefois, nous pouvons constater un accroissement de la densité et du contraste apparent de ces bandes à proximité du lieu de la rupture.

Nous notons également que certaines éprouvettes présentent des bandes avec un contraste plus élevé que d'autre. Pour l'instant, nous n'avons pas identifié la cause d'une telle disparité. En particulier, il pourrait s'agir d'un alignement différent de l'axe optique par rapport au plan de l'éprouvette, si le contraste apparent est sensible à l'angle d'incidence de l'éclairage du microscope. Dans ce cas, cette disparité est purement artificielle et est introduite par l'instrumentation. Toutefois, nous pouvons également observer une disparité dans les taux de décroissance entre les différentes éprouvettes (*cf.* à ce sujet l'exploitation des résultats dans le chapitre III.3.4). Nous n'avons pour l'instant pas eu le temps d'établir la présence d'une corrélation entre les taux de décroissance mesurés sur les caractéristiques contrainte-déformation, et les niveaux de contraste et/ou la densité des bandes sombres sur les éprouvettes.

L'observation par microscopie optique n'est pas suffisante pour comprendre l'origine physique de cette déconsolidation constatée sur le comportement rhéologique ni des bandes de cisaillement qui semblent associées. Nous pouvons toutefois noter que dans la mesure où les couches minces sont des couches métalliques polycristallines, ces bandes ne peuvent être assimilées à des bandes de glissement.

Les paragraphes suivants se proposent donc d'utiliser des outils d'investigations plus précis pour observer en détail la nature de ces bandes de cisaillement.

—— Microscopie électronique à balayage avec canon à effet de champ ——

Ces observations MEB-FEG, faites au laboratoire SIMaP, ont été réalisées sur plusieurs éprouvettes d'aluminium. Une première estimation de la taille moyenne des grains peut être faite : $\varphi \approx 200 \text{ nm}$.

La première campagne d'observation a été réalisée sur une éprouvette de $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur ayant été sollicitée jusqu'à rupture. Une série de grossissements successifs est présentée en figure III4 - 18. À l'aide de ces observations, nous sommes en mesure d'affirmer que les bandes de cisaillement observées à l'échelle macroscopique sont liées à un déplacement relatif de paquets de grains les uns par rapport aux autres. Ces images sont typiques d'un phénomène de glissement coopératif intergranulaire. Les contrastes les plus élevés observés sous forme de bande sont liés à un déchaussement d'ensembles de grains.

La taille des grains est trop faible pour pouvoir réaliser une analyse EBSD sur ces échantillons à l'aide d'un MEB-FEG. C'est pourquoi un microscope électronique en transmission a été sollicité.

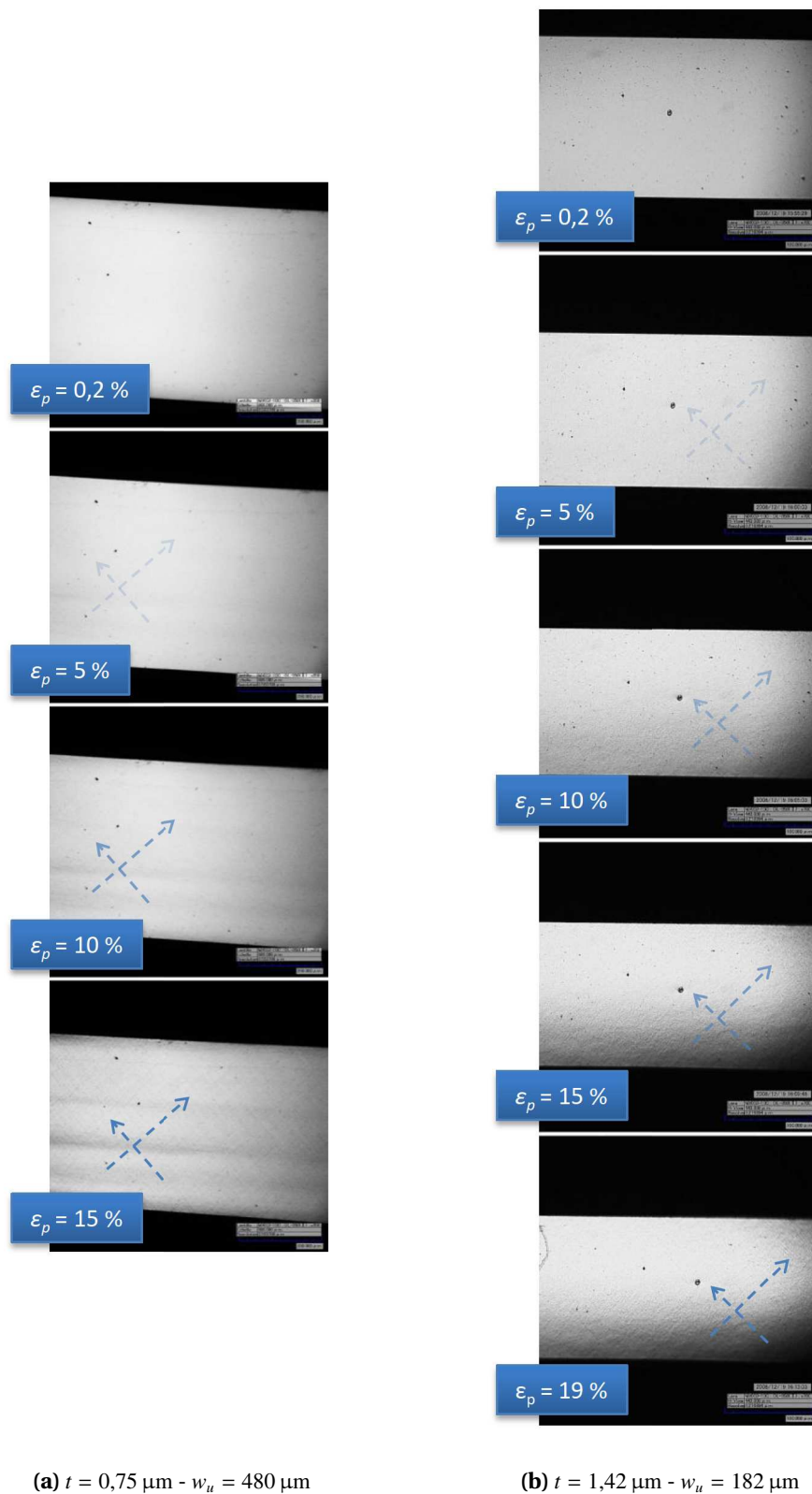
(a) $t = 0,75 \mu\text{m}$ - $w_u = 480 \mu\text{m}$ (b) $t = 1,42 \mu\text{m}$ - $w_u = 182 \mu\text{m}$

FIG. III4-17 – Micrographies de deux éprouvettes prises à différents taux de déformation plastique. La déconsolidation apparaît à partir de $\epsilon_p \approx 0,1$ pour les deux éprouvettes. On observe une apparition progressive de bandes sombres inclinées à 45° par rapport à l'axe de traction.

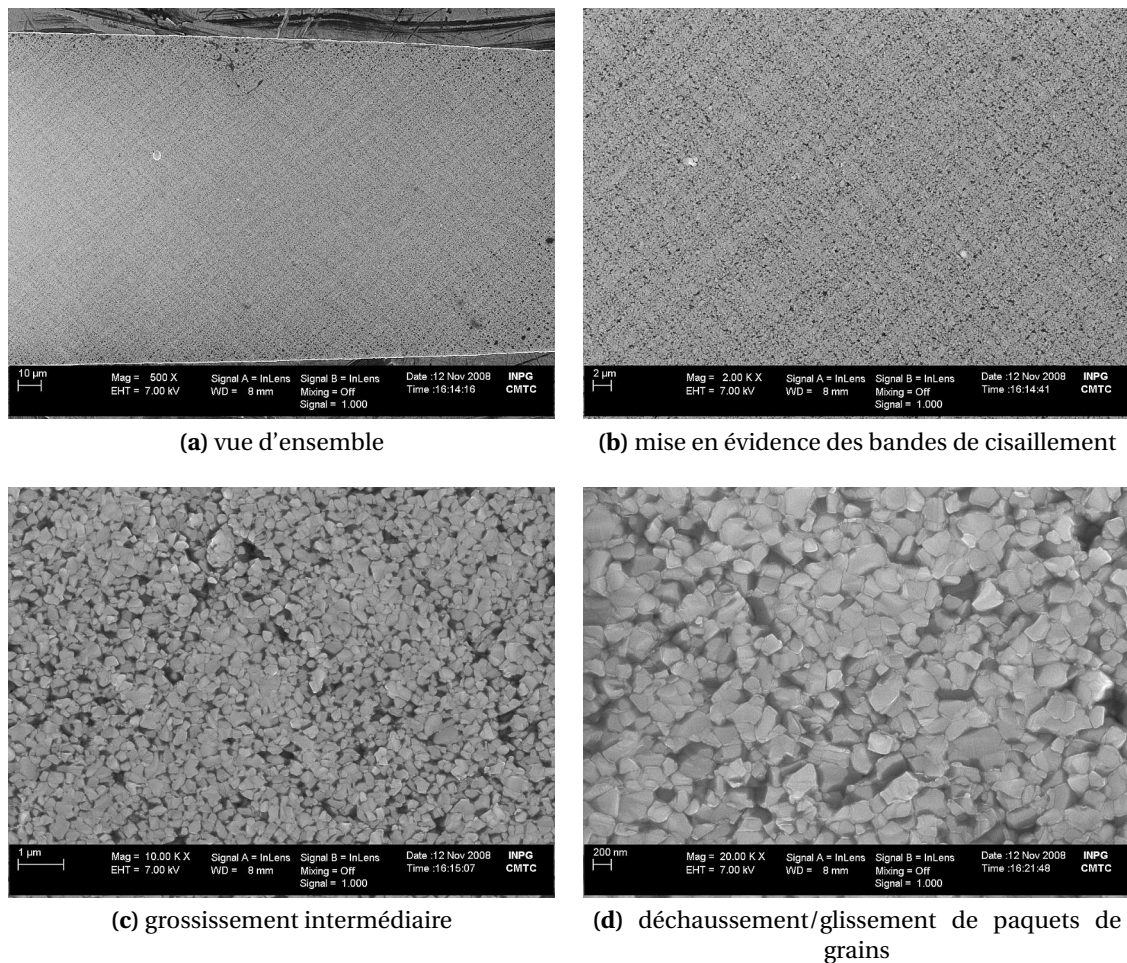


FIG. III4-18 – Éprouvette d'aluminium ayant subi un essai de traction. Les grossissements successifs mettent en évidence la nature des bandes de cisaillement observées à l'échelle macroscopique : on observe un glissement coopératif par paquets de grains le long de direction inclinées de 45° par rapport à l'axe de traction.

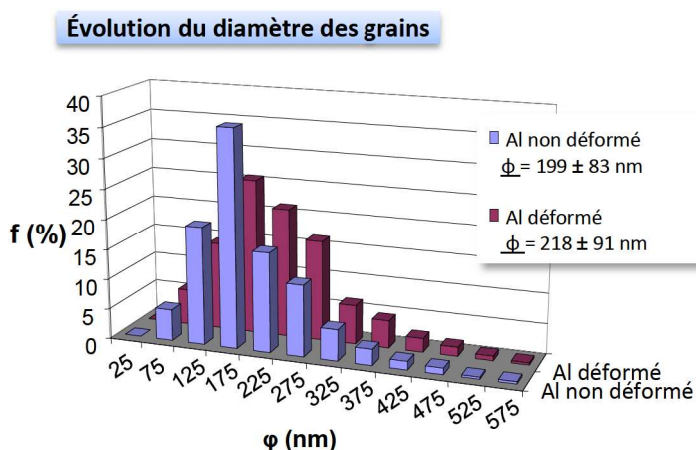


FIG. III4 - 19 – Populations de 550 grains mesurés par microscopie électronique en transmission. Ces deux populations sont représentatives d'un état non déformé et d'un état déformé jusqu'à rupture de l'éprouvette ($\varepsilon_p > 10\%$).

Microscopie électronique en transmission

La réalisation d'une analyse par microscope en transmission est principalement motivée par la volonté d'estimer les orientations préférentielles des grains composant la couche mince d'aluminium.

La figure III4 - 19 présente une comparaison des diamètres des grains entre une zone sise au niveau des ancrages, théoriquement non déformée, et une zone appartenant à la longueur de jauge de l'éprouvette. L'écart type est légèrement supérieur après déformation. La valeur moyenne des diamètres de grains $\bar{\phi}$, pour sa part, est également supérieure à celle du lot non déformé :

$$\begin{aligned}\bar{\phi}_{\text{initial}} &= 199 \pm 83 \text{ nm} \\ \bar{\phi}_{\text{déformé}} &= 218 \pm 91 \text{ nm}\end{aligned}\tag{III4.2}$$

Sur les mêmes zones, une analyse EBSD a été réalisée pour déterminer la répartition des orientations des grains dans la couche d'aluminium. Les résultats sont présentés sur la figure III4 - 20. Notamment, nous pouvons observer une nette majorité de grains orientés selon les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ par rapport à la surface de l'échantillon. Dans les deux cas, l'axe de traction se trouve parallèle à des directions $\langle 110 \rangle$. La seconde orientation $\langle 110 \rangle$ de ces familles de grains se trouve orientée à 45° , à savoir parallèle aux bandes de déformation observées à l'aide du microscope optique.

L'observation MET réalisée sur une éprouvette déformée révèle une augmentation du nombre de grains orientés suivant la direction $\langle 111 \rangle$. De plus, le nombre de grains $\langle 001 \rangle$ a diminué. Cette observation semble confirmer la présence d'un mécanisme de rotation des grains qui les réoriente suivant la direction $\langle 111 \rangle$.

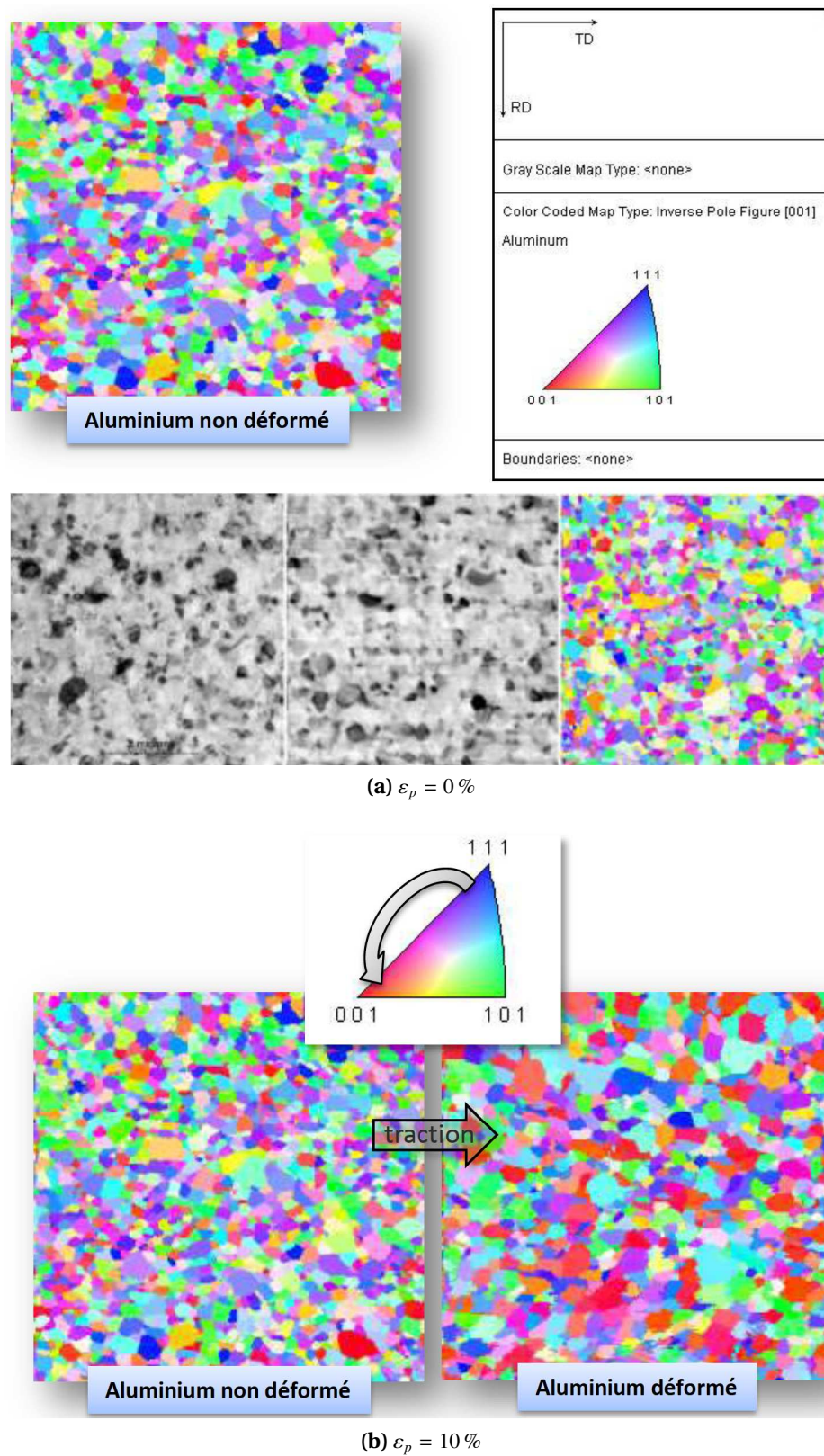


FIG. III4-20 – Répartition des orientations cristallines en fonction du taux de déformation plastique. La figure (a) présente une répartition dominée majoritairement par deux orientations de type $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ par rapport à la surface de l'échantillon. La figure (b) met en évidence une diminution de grains orientés $\langle 111 \rangle$ et une augmentation de grains $\langle 001 \rangle$.

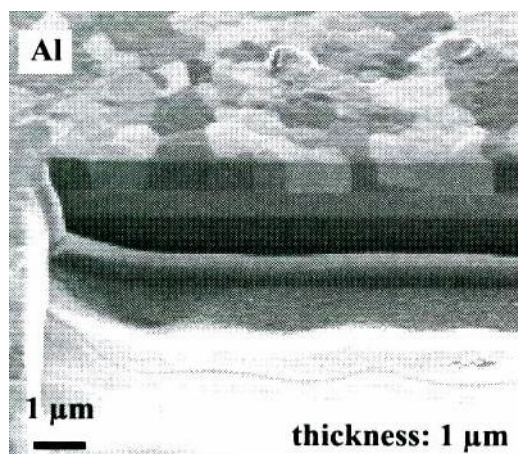


FIG. III4 - 21 – Coupe FIB réalisée dans une éprouvette d'aluminium caractérisée par Cornella [Cornella 99]. Nous observons une microstructure similaire à celle de l'or électrolytique que nous avons étudié.

III.4.2.3 Discussion

L'observation des bandes de cisaillement est quelque chose de relativement nouveau à l'échelle d'une couche mince. En particulier, le suivi *in-situ* de leur génération ouvre des perspectives inédites jusqu'à présent.

L'origine de ces bandes mise en évidence par microscopie électronique révèle une modification de paquets de grains suivant des directions orientées à quarante cinq degré par rapport à l'axe de traction. De plus, la comparaison des textures entre une partie déformée et une surface non déformée révèle un système de réorientation des grains.

Il s'agirait donc de « bandes de Lüders », qui traduisent l'occurrence d'une plasticité discrète liée à l'absorption et la création de dislocations aux joints ; cette accumulation provoque dès lors la rotation et le glissement de systèmes de grains. Cette explication est renforcée par l'augmentation du niveau de bruit enregistré sur le capteur de force lorsque le matériau commence à se déconsolider.

Si l'on compare ces résultats avec ce qui peut être trouvé par ailleurs dans la littérature, deux chercheurs fournissent des éléments de comparaison particulièrement intéressants sur des essais de microtraction :

- Espinosa *et al.* ont caractérisé en détail des éprouvettes d'or, dont la microstructure s'apparente à nos éprouvettes d'aluminium. En particulier, ses éprouvettes les plus épaisses font 1 μm d'épaisseur.
- Cornella [Cornella 99] a pu travailler sur des éprouvettes d'aluminium dont la microstructure colonnaire évoque la microstructure que nous observons sur l'or.

Nous notons que le premier observe, dans une configuration à faible nombre de grains N dans l'épaisseur ($N/t \approx 1$), un comportement fragile qui peut être comparé au comportement observé sur nos éprouvettes d'or. Bien que les largeurs soient extrêmement différentes, les valeurs de limite d'élasticité et d'allongement à rupture sont comparables. Ainsi, nous

pouvons conclure que le facteur critique dans ce cas là est le nombre de grains dans l'épaisseur.

En effet, lorsque l'épaisseur augmente, la microstructure de ses éprouvettes s'apparente à celle constatée dans notre cas sur l'aluminium pulvérisé : elles possèdent jusqu'à 4 ou 5 grains dans l'épaisseur, comparable à notre cas de figure (environ 10 grains dans l'épaisseurs). Il observe alors, bien que ce soit de manière limitée, l'occurrence d'une déconsolidation, fortement bruitée, qu'il identifie à la formation de bandes de Lüders. Le bruit constaté est supérieur à celui que nous avons pu noter en moyenne sur les éprouvettes d'aluminium. Cette observation est cohérente avec le nombre de grains présents dans l'épaisseur. Nous pouvons en effet supposer que plus le rapport N/t est grand, et moins l'influence du glissement d'un ensemble de grains va se faire sentir sur le capteur de force (diminution du rapport entre la taille d'un grain et l'épaisseur).

Tout en conservant théoriquement le même matériau, Espinosa, en faisant varier le rapport taille de grains sur épaisseur, observe une modification du comportement mécanique de ses couches minces. Les microstructures des deux matériaux que nous avons étudiés, l'or électrolytique et l'aluminium pulvérisé, représentent les deux extrêmes des configurations dans lesquelles il évolue. Qualitativement (et quantitativement dans le cas de nos éprouvettes d'or!), nous observons un comportement fragile similaire lorsque $N/t \rightarrow 1$ et un comportement ductile avec une plasticité discrète aux joints de grains lorsque $N/t > 5$.

De même, les éprouvettes d'aluminium fabriquées et caractérisées par Cornella s'apparentent à la structure de l'or électrolytique sur lequel nous avons travaillé, comme l'illustre la figure III4 - 21. Comme pour Espinosa, nous ne pouvons préjuger de la qualité du mécanisme réalisant les sollicitations uniaxiales de traction, donc nous ne pouvons comparer les allongements à rupture (allongement de l'ordre de 1 à 2 % dans son cas). Néanmoins, le comportement observé possède les mêmes caractéristiques que ce que nous pouvons observer sur l'or : un faible niveau de bruit, une rupture immédiate après avoir atteint la contrainte ultime (striction faible et localisée). En revanche, il conserve une transition élastoplastique spécifique à l'aluminium, avec un plateau initial de la contrainte où la contrainte demeure constante avec l'augmentation de déformation plastique (au contraire de l'or qui présente une transition continue).

L'ensemble de ces résultats tend à montrer la présence d'une frontière dans le rapport taille de grain sur épaisseur, où le comportement mécanique peut être radicalement différent. En particulier, lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est voisin de 1, nous assistons à une modification du comportement mécanique des couches. De ductile, la couche mince présente un comportement qui tend vers un comportement fragile : les allongements à rupture sont réduits, et la limite d'élasticité tend à augmenter. Dans des couches minces cubiques à faces centrées composées de plusieurs grains dans l'épaisseur, une phase de déformation irréversible apparaît. Cette étape se caractérise par une déconsolidation. Cette

phase de déconsolidation ductile était, jusqu'à présent, occultée par la présence de défauts dans les différents mécanismes de caractérisation qui induisaient des sollicitations hors axe et/ou des concentrations de contraintes au voisinage des encastrements induisant une rupture prématurée des échantillons.

Avec la configuration optimisée du banc de microtraction que nous avons utilisée dans le cadre de cette étude, nous pouvons désormais étudier plus en détail la plasticité des couches minces. En particulier, nous rechercherons les causes de l'apparition d'un système de déconsolidation ; il pourrait être lié à l'orientation initiale des grains, la texture renforçant éventuellement ce phénomène.

L'objectif à moyen terme est l'intégration de la platine de microtraction dans une chambre de microscope électronique à balayage. La détection des bandes de Lüders par microscopie optique pourra laisser la place à une observation plus détaillée, avec notamment l'étude des taux de formation des bandes ou l'étude de l'origine des disparités entre deux éprouvettes.

Conclusion

La caractérisation mécanique de matériaux en couches minces constitue aujourd'hui un enjeu stratégique dans un contexte industriel en expansion rapide. En effet, avec l'apparition des micro- et nano- technologies, l'utilisation de matériaux en couches minces s'est multipliée. Les matériaux, déposés en couches de quelques centaines de nanomètres à plusieurs micromètres d'épaisseur, sont désormais libérés de leurs supports, et accomplissent des fonctions mécaniques, électriques ou autre. Cette diversité parmi les fonctions, ainsi que les sévères sollicitations associées (déformations cycliques, amplitude thermique, grandes déformations, frottements...) impliquent de se doter d'une connaissance accrue des propriétés mécaniques des matériaux constituant ces microsystèmes pour des problématiques de fiabilité ou de dimensionnement.

Les difficultés rencontrées pour cette entreprise sont pourtant nombreuses. Car il a été prouvé que les propriétés mécaniques d'un matériau, à une telle échelle, évoluent significativement par rapport à leurs homologues massifs. Les dimensions, comme la microstructure, ont une influence de premier ordre sur la qualité des couches minces, sur leur comportement mécanique.

L'obtention de bases de données est pour l'instant difficile en raison de la trop grande diversité des matériaux ou des procédés de mise en forme, mais aussi en raison de l'absence de normalisation sur les techniques de caractérisation mécanique (*cf.* l'annexe A.1). L'utilisation de techniques de caractérisation expérimentales est donc primordiale.

De plus, l'établissement de nouvelles lois de comportement, qui remettent en cause l'approche macro/microscopique s'appuyant sur la mécanique des milieux continus pour considérer la ligne de dislocation comme un élément de référence dans une loi micro/mésoscopique nécessitent également de se doter d'outils adéquats.

Nous avons donc identifié les différents besoins en terme de caractérisation mécanique pour les microsystèmes. Deux techniques principales sont apparues intéressantes pour répondre à une large gamme de besoin : la nanoindentation, qui caractérise des matériaux déposés sur un substrat, et la microtraction, qui, pour sa part, est capable également de caractériser des couches minces autoportantes. Ces deux techniques n'étant pas développées pour l'estimation du coefficient de Poisson, nous avons également proposé une solution technologique satisfaisante pour réaliser des essais de microflexion sur des poutres autoportantes, dont une application indirecte pourrait mener à l'estimation de ce paramètre. Les particularités du banc de traction utilisé associées au concept même de la cinématique retenue : un système mécanique transforme la rotation d'un axe central en un déplacement uniaxial des deux mors, de manière symétrique. La microtraction constitue donc aujourd'hui un outil compact et nomade, qui peut s'adapter dans de multiples environnements.

Si les différents développements théoriques, dans le cas de la microflexion, n'ont pas pu être mis en application en raison d'une qualité d'éprouvette insuffisante, les essais d'indentation et de microtraction ont pu être menés à bien. Les développements que nous avons présentés dans le cadre de cette étude s'articulent autour de l'idée centrale de maîtrise des incertitudes. En effet, actuellement, les travaux menés dans les différents laboratoires se trouvent bien souvent entachés d'erreurs en raison soit d'une mauvaise maîtrise de

l'installation, soit de difficultés expérimentales. De plus, l'absence de normes ou même d'harmonisation entre les différentes techniques rend délicate toute tentative d'implantation d'essais croisés interlaboratoire pour vérifier la qualité des bancs de mesure.

Ainsi, en ce qui concerne la microtraction, nous avons identifié selon une approche rationnelle les différentes sources d'erreurs. Une quantification des imprécisions associées nous amène aujourd'hui à raisonnablement estimer que les mesures de force et de déplacement sont précises à environ 3 % chacune. Sur ces deux niveaux d'incertitudes viennent ensuite se greffer toutes les incertitudes liées aux réalisations technologiques des éprouvettes. Sur ce point précis, bien que nous n'ayons pas réalisé nous-même les éprouvettes de traction, une interaction avec les différents fabricants nous a permis d'améliorer la géométrie des puces.

Bien que le nombre d'éprouvettes que nous avons caractérisées avec la configuration finale du banc d'essai demeure faible, les dispersions des différents résultats sont en adéquation avec l'incertitude estimée précédemment. Cette concordance, si elle se confirme, pourrait indiquer que les mesures sont non seulement reproductibles, mais également justes.

La pertinence des différentes améliorations techniques apportées a pu être jugée au travers d'une campagne d'essais sur des éprouvettes d'or et d'aluminium autoportants. Ces deux matériaux, à priori avec la même structure cristalline (cubique face centrée), possèdent, dans notre cas, des microstructures très différentes. Le premier est un matériau qui a été électrodéposé, et qui présente des grains colonnaires, dont la largeur est jusqu'à 4 fois supérieure à l'épaisseur totale de la couche. L'aluminium, pour sa part, présente une taille de grains nettement plus petite, et environ une dizaine de grains sont présents dans l'épaisseur.

Les résultats sont cohérents, et en accord avec les expériences de nanoindentation. En particulier, le développement de ces deux techniques de caractérisation laissent envisager la réalisation d'une caractérisation croisée qui pourrait mener, moyennant certaines géométries particulières des éprouvettes, à une estimation du coefficient de Poisson. Aujourd'hui, compte tenu des incertitudes actuelles sur les différents dispositifs expérimentaux, cette méthode peut seulement être utilisée comme un éventuel critère de rejet. Si l'écart entre la valeur théorique attendue et l'expérience est supérieure à un certain seuil, alors nous pouvons rejeter l'une des hypothèses faites pour assurer un lien théorique entre les deux techniques de caractérisation. En effet, alors que la microtraction crée une sollicitation homogène, uniaxiale, l'essai d'indentation, pour sa part, exerce un champ de contrainte complexe, en trois dimensions, et qui ne sollicite que localement la matière. Ainsi, les questions de représentativité de l'essai d'indentation pour évaluer les propriétés mécaniques de l'ensemble de la couche mince sont posées. Pourtant, la mise en place d'une telle concordance entre les deux techniques de sollicitation constitue un enjeu important. La validation des techniques de microflexion pourra également être réalisée prochainement sur des éprouvettes spécifiques et optimisées.

Enfin, une comparaison des résultats de traction avec plusieurs résultats publiés ces dernières années est extrêmement encourageante. En effet, si les modules d'élasticité sont en

accord avec les valeurs des équivalents massifs, nous observons également une concordance partielle sur le seuil de plasticité. Le point important ici est le lien que nous pouvons faire avec les microstructures des films étudiés.

Si nous considérons ainsi l'ensemble des résultats que nous obtenons et ceux publiés par ailleurs, nous pouvons mettre en évidence l'apparition d'un critère de seuil s'appuyant sur le rapport entre la taille des grains et l'épaisseur. Il s'avère que lorsqu'une couche mince (cubique face centrée) s'approche d'une structure colonnaire, alors le comportement ductile des couches métalliques devient fragile. La plasticité dans les couches minces constitue ici l'une des prochaines études réalisées à l'aide de cette platine. En effet, à l'aide des différentes améliorations techniques apportées, la ductilité sur de longs domaines de déformation est désormais accessible, sans que le mécanisme ou l'éprouvette n'induisent des concentrations de contrainte menant à la ruine prématurée de l'éprouvette.

Plusieurs autres pistes de développement sont aujourd'hui envisagées. Par exemple, un étage piézoélectrique va pouvoir être monté en série sur les mors actuels. Ces deux actionneurs, montés en opposition, vont être utilisés pour 1) réaliser une caractérisation dynamique des couches minces, et 2) autoriser une régulation fine en boucle fermée entre contrainte et déformation pour pouvoir réaliser des essais de fluage et de relaxation.

Cette étude a donc contribué, entre autres, à la mise en service d'une platine de caractérisation mécanique nomade, pour réaliser des essais de microtraction sans introduire de non linéarités sur de très grandes plages de déformation. Ce n'est donc qu'un début, qui ouvre la porte à de nombreux développements et études, qui je l'espère, apporteront un éclairage original et de qualité sur la mécanique des matériaux en couches minces.

« Que sait du désert celui qui ne regarde qu'un grain de sable ? »

Éric Orsenna

Bibliographie

RÉFÉRENCES

- [Arzt 98] E. Arzt. *Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints : a comparative review*. Acta materialia, vol. 46, no. 16, pages 5611–5626, 1998. 20, 21, 27, 37, 68
- [Ashby 99] M.F. Ashby. *Material selection in mechanical design*. Butterworth Heinemann, Oxford, 1999. 21, 185
- [Baek 05] Chang-Wook Baek, Yong-Kweon Kim, Yoomin Ahn & Yong-Hyup Kim. *Measurement of the mechanical properties of electroplated gold thin films using micromachined beam structures*. Sensors & Actuators : A. Physical, vol. 117, no. 1, pages 17–27, 2005. 185
- [Besson 06] Jacques Besson, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon & Jean-Marc Haudin. *Matériaux pour l'ingénieur, chapitre XIII, Mécanismes physiques de la déformation*. Les Presses - Mines Paris, 2006. 16
- [Bishop 45] R.F. Bishop, R. Hill & N.F. Mott. *The theory of indentation and hardness tests*. Proceedings of the Physical Society, vol. 57, pages 147–159, 1945. 48
- [Bolshakov 98] A. Bolshakov & GM Pharr. *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*. Journal of materials research, vol. 13, no. 4, pages 1049–1058, 1998. 46
- [Boresi 93] A.P. Boresi, R.J. Schmidt & O.M. SideBottom. *Advanced mechanics of materials*. John Wiley & Sons, New York, fifth edition, 1993. 86
- [Boussinesq 85] Joseph V. Boussinesq. *Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques*. Gauthier-Villard, 1885. 43
- [Bucaille 03] JL Bucaille, S. Stauss, E. Felder & J. Michler. *Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters*. Acta Materialia, vol. 51, no. 6, pages 1663–1678, 2003. 47, 51
- [Buckingham 14] Edgar Buckingham. *On Physically Similar Systems ; Illustrations of the Use of Dimensional Equations*. Physical Review, vol. 4, no. 4, pages 345–376, 1914. 50
- [Bulychev 75] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.H. Shorshorov, A.P. Ternovskii & G.D. Shnyrev. *Determining Young's Modulus From the Indentor Penetration Diagram*. Ind. Lab., vol. 41, no. 9, pages 1409–1412, 1975. 45
- [Carlton 07] C.E. Carlton & P.J. Ferreira. *What is behind the inverse Hall–Petch effect in nanocrystalline materials ?* Acta Materialia, vol. 55, no. 11, pages 3749–3756, 2007. 68

- [Casals 05] O. Casals & J. Alcalá. *The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments*. Acta Materialia, vol. 53, no. 13, pages 3545–3561, 2005. 51
- [CEA 08] CEA. *CEA Techno(s) no 74*, 2008. consulté le 12 Octobre 2008, http://www.cea-technologies.com/pdf/article_401.pdf. 38
- [Charleux 06] Ludovic Charleux. *Micromécanique de l'essai d'indentation : expériences et simulations*. PhD thesis, INP Grenoble, Décembre 2006. Laboratoires GPM2 et LTPCM. 47, 182
- [Chen 01] Xi Chen & Joost J. Vlassak. *Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation*. Journal of Materials Research, vol. 16, no. 10, pages 2974–2982, 2001. 52
- [Cheng 98] Yang-Tse Cheng & Che-Min Cheng. *Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening*. Journal of Applied Physics, vol. 84, page 1284, 1998. 50, 255
- [Cheng 02] Yang-Tse Cheng, Zhiyong Li & Che-Min Cheng. *Scaling relationships for indentation measurements*. Philosophical magazine. A. Physics of condensed matter. Structure, defects and mechanical properties, vol. 82, no. 10, pages 1821–1829, 2002. 257
- [Cheng 04] Yang-Tse Cheng & Che-Min Cheng. *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements*. Materials Science & Engineering R, vol. 44, no. 4-5, pages 91–149, 2004. 46, 52, 96
- [Chu 86] T.C. Chu, W.F. Ranson, M.A. Sutton & W.H. Peters. *Application of Digital-Image-Correlation Techniques to Experimental Mechanics*. Experimental Mechanics, vol. 25, pages 232–244, 1986. 73
- [Conrad 00] H. Conrad & J. Narayan. *On the grain size softening in nanocrystalline materials*. Scripta materialia, vol. 42, no. 11, pages 1025–1030, 2000. 68
- [Cornella 99] Guido Cornella. *Monotonic and Cyclic testing of thin film materials for MEMS applications*. PhD thesis, Stanford University, Juillet 1999. Dpt. of materials science and engineering. 131, 186, 224, 247
- [Courtney 90] T.H. Courtney. *Mechanical behavior of materials*. McGraw-Hill New York, 1990. 181, 185, 186, 212
- [Dao 01] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh & S. Suresh. *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 3899–3918, 2001. 51
- [Dieter 88] George E. Dieter. *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill, New-York, 1988. 21, 24, 28, 32
- [Doerner 86a] Mary F. Doerner & William D. Nix. *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*. Journal of Materials Research, vol. 1, no. 4, pages 601–609, 1986. 46

- [Doerner 86b] M.F. Doerner, D.S. Gardner, W.D. Nix *et al.* *Plastic properties of thin films on substrates as measured by submicron indentation hardness and substrate curvature techniques.* Journal of Materials Research, vol. 1, no. 6, pages 845–851, 1986. 28
- [Ehrfeld 98] W. Ehrfeld, F. Götze, D. Münchmeyer, W. Schelb & D. Schmidt. *LIGA Process : Sensor Construction techniques via x-ray Lithography.* In IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop, pages 1–4, Hilton Head, 1998. 12
- [ENV 99] NF ENV. *norme NF ENV 13005, (1999).* Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure. Paris (France) : AFNOR, page 113, 1999. 78, 156
- [Esashi 08] Masayoshi Esashi. *Wafer level packaging of MEMS.* Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 18, page 073001, 2008. 15
- [Espinosa 03] H.D. Espinosa, B.C. Prorok & M. Fischer. *A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 51, no. 1, pages 47–67, 2003. 186
- [Espinosa 04] H.D. Espinosa, B.C. Prorok & B. Peng. *Plasticity size effects in free-standing submicron polycrystalline FCC films subjected to pure tension.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 52, no. 3, pages 667–689, 2004. 185, 213
- [Every 02] A.G. Every. *Measurement of the near-surface elastic properties of solids and thin supported films.* Measurement Science and Technology, vol. 13, no. 5, pages R21–R39, May 2002. 32
- [Fan 89] L.-S. Fan, Y.-C. Tai & R.S. Muller. *IC-processed electrostatic micromotors.* Sensors and Actuators, vol. 20, pages 41–47, 1989. 14
- [Felder 05] Éric Felder. *Dureté des corps et analyse qualitative.* Techniques de l'ingénieur, 2005. Dossier : M4154. 41
- [Freund 03] L.B. Freund & S. Suresh. *Thin film materials : stress, defect formation, and surface evolution.* Cambridge University Press, 2003. 13
- [Fung 01] Y.C Fung & Ping Tong. *Classical and computational solid mechanics.* World scientific, Singapore, 2001. 21
- [Galvin 98] Ben Galvin, Brendan Mccane, Kevin Novins, David Mason & Steven Mills. *Recovering motion fields : An evaluation of eight optical flow algorithms.* In British Machine Vision Conference, pages 195–204, 1998. 72
- [Gao 92] H. Gao, C.-H. Chiu & J. Lee. *Elastic Contact Versus Indentation Modeling of Multi-Layered Materials.* International journal of Solids and Structures, vol. 29, pages 2471–2492, 1992. 53

- [Garcia 01] Dorian Garcia. *Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréo-corrélation d'images*. PhD thesis, INP Toulouse, Décembre 2001. 73
- [Gerberich 02] W.W. Gerberich, N.I. Tymiak, J.C. Grunlan, M.F. Horstemeyer & M.I. Baskes. *Interpretations of indentation size effects : Nanomechanics of surfaces and interfaces*. Journal of applied mechanics, vol. 69, no. 4, pages 433–442, 2002. 166
- [Giannakopoulos 94] A.E. Giannakopoulos, P.L. Larsson & R. Vestergaard. *Analysis of vickers indentation*. International journal of solids and structures, vol. 31, no. 19, pages 2679–2708, 1994. 49
- [Goudeau 04] P. Goudeau, S. Rigo, T. Masri, J.A. Petit, J.M. Desmarres & N. Tamura. *Cartographie par diffraction des rayons X à l'échelle du micromètre des contraintes intragranulaires et des orientations cristallines d'un film d'or déposé sur une micro-poutre en silicium*. Matériaux et techniques, vol. 92, no. 3-4, pages 46–50, 2004. 70
- [Haque 02] M.A. Haque & M.T. A Saif. *Mechanical behavior of 30–50 nm thick aluminum films under uniaxial tension*. Scripta Materialia, vol. 47, no. 12, pages 863–867, 2002. 186
- [Haque 04] M.A. Haque & M.T.A. Saif. *Deformation mechanisms in free-standing nanoscale thin films : A quantitative in situ transmission electron microscope study*. Proceedings of the National Academy of Sciences, vol. 101, no. 17, pages 6335–6340, 2004. 68, 70
- [Hemker 07] K.J. Hemker & W.N. Sharpe Jr. *Microscale characterization of mechanical properties*. Annual Review of Materials Research, vol. 37, pages 93–126, 2007. 72, 244
- [Hertz 82] Heinrich R. Hertz. *Über die berührung fester elastische körper and über die harte (On the contact of rigid elastic solids and on hardness)*, 1882. 43
- [Higo 00] Yakichi Higo, Kasuki Takashima, Masayuki Shimojo, Shinsuke Sugiura, Bruno Pfister & Michael V. Swain. *Fatigue testing machine of micro-sized specimens for MEMS applications*. In Material Research Society Symposium Proceeding, volume 605, pages 241–246, 2000. 75
- [Hill 50] Rodney Hill. *The mathematical theory of plasticity*. Oxford Press, 1950. 42
- [Hochestetter 99] G. Hochestetter, A. Jimenez & J.-L. Loubet. *Strain-Rate Effects on Hardness of Glassy Polymers in the Nanoscale Range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements*. Journal of Macromolecular Science, Part B, vol. 38, no. 5, pages 681–692, 1999. 157

- [Hochstetter 03] G. Hochstetter, A. Jimenez, JP Cano & E. Felder. *An attempt to determine the true stress-strain curves of amorphous polymers by nanoindentation*. Tribology International, vol. 36, no. 12, pages 973–985, 2003. 49
- [Hommel 01] M. Hommel & O. Kraft. *Deformation behavior of thin copper films on deformable substrates*. Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 3935–3947, 2001. 68
- [Hong 90] S. Hong, T.P. Weihs, J.C. Bravman & W.D. Nix. *Measuring stiffnesses and residual stresses of silicon nitride thin films*. Journal of Electronic Materials, vol. 19, no. 9, pages 903–909, 1990. 80
- [Hopcroft 02] M.A. Hopcroft. *MAT-Test : A new method for thin film materials characterization*. Engineering Dpt, Cambridge University MPhil Dissertation, 2002. M.Phil. Thesis. 82
- [Huber 02] N. Huber, W.D. Nix & H. Gao. *Identification of elastic-plastic material parameters from pyramidal indentation of thin films*. Proceeding of the Royal Society of London A, vol. 458, pages 1593–1620, 2002. 53
- [Ignat 96a] Michel Ignat. *Mechanical response of multilayers submitted to in-situ experiments*. Key Engineering Materials, vol. 116-117, pages 279–290, 1996. 105
- [Ignat 96b] Michel Ignat, Laurent Debove & Charles Josserond. *Description d'un dispositif d'essais mécaniques dans un microscope*. Bulletin SFME, vol. 14, pages 10–13, 1996. 104, 105
- [Ignat 01] Michel Ignat. Surface engineering series, volume 2 : Chemical Vapor Deposition, chapitre 3, Stresses and mechanical stability, pages 45–80. American Society of Metals, 2001. 105
- [Isono 06] Yoshitada Isono, Takahiro Namazu & Nobuyuki Terayama. *Development of AFM Tensile Test Technique for Evaluating Mechanical Properties of Sub-Micron Thick DLC Films*. Journal of Microelectromechanical systems, vol. 15, no. 1, pages 169–180, 2006. 75
- [Jensen 01] B.D. Jensen, M.L. de Boer, N.D. Masters, F. Bitsie & D.A. La Van. *Interferometry of Actuated Microcantilevers to Determine Material properties and Test Structure Non idealitiies in MEMS*. Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 10, no. 3, pages 336–346, 2001. 29
- [Johnson 70] K.L. Johnson. *Correlation of indentation experiments*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 18, no. 2, pages 115–126, 1970. 48
- [Kellermann 09] Kellermann & Klein. *Formule de Kellermann et Klein*, 2009. consulté le 7 Avril 2009, http://fr.wikipedia.org/wiki/Calcul_de_vis_d'assemblage. 271

- [Kermouche 05] Guillaume Kermouche. *Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lyon, E.D. MEGA, Décembre 2005. 51
- [Kobrinisky 00] M.J. Kobrinisky, E.R. Deutsch & S.D. Senturia. *Effect of support compliance and residual stress on the shape of doubly supported surface-micromachined beams*. Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 9, no. 3, pages 361–369, 2000. 30
- [Krenk 01] S. Krenk. *Mechanics and analysis of beams, columns, and cables*. Springer, Berlin, 2001. 62
- [Latella 04] Bruno A. Latella, Michel Ignat, Christophe J. Barbe, David J. Cassidy & H. Li. *Cracking and decohesion of sol-gel hybrid coatings on metallic substrates*. Journal of Sol-Gel Science and Technology, vol. 31, no. 1-3, pages 143–149, 2004. 105
- [Laval 95] Philippe Laval. *Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus. Application à la caractérisation de la rhéologie et de la tenue mécanique des films minces*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995. 49
- [Lawn 81] B.R. Lawn & V.R. Howes. *Elastic recovery at hardness indentations*. Journal of Materials Science, vol. 16, no. 10, pages 2745–2752, 1981. 257
- [Lemaitre 96] J. Lemaitre. *A course on damage mechanics*. Springer New York, 1996. 23, 211
- [Lemaitre 06] Jean Lemaitre & Jean-Louis Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Cours, Sciences Sup. DUNOD, 2nd edition, Juin 2006. 23, 24, 64, 65
- [Lin 72] S.C.H. Lin & I. Pugacz-Muraszkiewicz. *Local Stress Measurement in Thin Thermal SiO Films on Si Substrates*. Journal of Applied Physics, vol. 43, page 119, 1972. 26
- [Lobontiu 05] Nicolae Lobontiu & Ephrahim Garcia. *Mechanics of microelectromechanical systems*. Kluwer Academic Publishers, 2005. 29, 58
- [Lockett 63] F.J. Lockett. *Indentation of a rigid/plastic material by a conical indenter*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 11, pages 161–175, 1963. 42, 47
- [Loubet 84] J.L. Loubet, J.M. Georges, O. Marchesini & G. Meille. *Vickers indentation curves of magnesium oxide(MgO)*. Journal of lubrication technology, vol. 106, no. 1, pages 43–48, 1984. 257
- [Love 39] Augustus Love. *Boussinesq's problem for a rigid cone*. Quaterly Journal of Mathematics, vol. 10, 1939. 44

- [Lyman 73] Taylor Lyman, éditeur. Metals handbook, volume 8, Metallography, structures and phase diagrams. American Society for metals, 8 édition, 1973. 214
- [Madou 02] Marc J. Madou. Fundamentals of microfabrication : the science of miniaturization. CRC press, 2002. 10
- [Malhaire 07] C. Malhaire, M. Ignat, K. Dogheche, S. Brida, C. Josserond & L. Debove. *Realization of Thin Film Specimens for Micro Tensile Tests*. In Proc. of Transducers'07 June 10-14, Lyon, France, 2007. 132
- [Malhaire 09] C. Malhaire, C. Seguneau, M. Ignat, C. Josserond, L. Debove, S. Brida, J.M. Desmarres & X. Lafontan. *Experimental setup and realization of thin film specimens for microtensile tests*. Review of Scientific Instruments, vol. 80, page 023901, 2009. 132
- [Malzbender 00] J. Malzbender & G. de With. *Energy dissipation, fracture toughness and the indentation load–displacement curve of coated materials*. Surface & Coatings Technology, vol. 135, no. 1, pages 60–68, 2000. 52
- [Marsh 64] D.M. Marsh. *Plastic Flow in Glass*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences (1934-1990), vol. 279, no. 1378, pages 420–435, 1964. 48
- [Martins 09] Paolo Martins. *Caractérisation mécanique des matériaux pour les micro/nanosystèmes. Procédés applicables aux épaisseurs submicroniques*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Janvier 2009. ED Electronique Electrotechnique Automatique de Lyon. 156, 165, 184
- [Matweb 09] Matweb. <http://www.matweb.com>, 2009. consulté le 2 Mai 2009. 185, 186
- [McCarthy 02] Brian McCarthy, Georges G. Adams, Nicol E. McGruer & David Potter. *A dynamic model, including contact bounce, of an electrostatically actuated microswitch*. Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 11, pages 276–283, Juin 2002. 265
- [McWorther 09] Paul McWorther, 2009. consulté le 4 Janvier 2009, <http://www.memx.com/technology.htm>. 6
- [Mencík 94] J. Mencík & M.V. Swain. *Micro-indentation tests with pointed indenters*. In Materials forum(Rushcutters Bay), volume 18, pages 277–288. Institute of Metals and Materials Australasia, 1994. 257
- [Mencík 99] J. Mencík & E. Quandt. *Determination of elastic modulus of thin films and small specimens using beam bending methods*. Journal of Materials Research, vol. 14, no. 5, pages 2152–2161, 1999. 81
- [Meng 93] Q. Meng, M. Mehregany & R.L. Mullen. *Theoretical modeling of microfabricated beams with elastically restrained supports*. Journal of Microelectromechanical systems, vol. 2, no. 3, pages 128–137, 1993. 88

- [Mohs 09] Mohs. *Echelle de Mohs*, 2009. consulté le 25 Mars 2009, http://fr.wikipedia.org/wiki/echelle_de_Mohs. 40
- [Muldavin 02] Jeremy Muldavin, Rene Boisvert, Carl Bozler, Steve Rabe & Craig Keast. *Power Handling and Linearity of MEM Capacitive Series Switches*. In *Microwave Symposium Digest*, 2003 IEEE MTT-S International, volume 3, pages 1915–1918, 2002. 265
- [Murakami 79] Masanori Murakami. *Thermal Strain in Thin Lead Films. III.– Dependences of the Strain on Film Thickness and on Grain Size*. *Thin Solid Films*, vol. 59, no. 1, pages 105–116, 1979. 68
- [NASA 09] NASA. *Technology Readiness Level - définition de la NASA*, 2009. consulté le 21 Mars 2009, http://fr.wikipedia.org/wiki/Technology_Readiness_Level. 6
- [Neugebauer 60] CA Neugebauer. *Tensile properties of thin, evaporated gold films*. *Journal of Applied Physics*, vol. 31, pages 1096–1101, 1960. 185
- [Nix 89] W.D. Nix. *Mechanical properties of thin films*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 20, no. 11, pages 2217–2245, 1989. 185
- [Nix 98] W.D. Nix & H. Gao. *Indentation size effects in crystalline materials : a law for strain gradient plasticity*. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 46, no. 3, pages 411–425, 1998. 166
- [Oliver 92] Warren C. Oliver & Georges M. Pharr. *improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. *Journal of Materials Research*, vol. 7, no. 6, pages 1564–1583, 1992. 43, 46, 256
- [Oliver 04] Warren C. Oliver & Georges M. Pharr. *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology*. *Journal of materials research*, vol. 19, no. 1, pages 3–20, 2004. 46, 179
- [Osterberg 97] P.M. Osterberg & S.D. Senturia. *M-TEST : a test chip for MEMS material property measurement using electrostatically actuated test structures*. *Journal of Micro ElectroMechanical Systems*, vol. 6, pages 107–118, 1997. 61
- [Pothier 03] Arnaud Pothier. *Conception, réalisation et test de microcommutateurs micro-electromécaniques et application aux circuits hyperfréquences reconfigurables*. PhD thesis, Université de Limoges, Décembre 2003. 266
- [Pruessner 03] Marcel W. Pruessner, Todd T. King, Daniel P. Kelly, Rohit Grover, Lynn C. Calhoun & Reza Ghodssi. *Mechanical property measurements of InP-based MEMS for optical communications*. *Sensors and Actuators A*, vol. 105, pages 190–200, 2003. 61

- [Pérez-Prado 02] M.T. Pérez-Prado & J.J. Vlassak. *Microstructural evolution in electroplated Cu thin films*. Scripta Materialia, vol. 47, no. 12, pages 817–823, 2002. 13
- [Radant 09] Radant, 2009. consulté le 4 Janvier 2009, <http://www.radantmems.com>. 267
- [Ramberg 43] W. Ramberg & W.R. Osgood. Description of stress-strain curves by three parameters. National Advisory Committee for Aeronautics, 1943. 24
- [Rebeiz 03] Gabriel M. Rebeiz. Rf mems : theory, design and technology. Wiley interscience, 2003. 265
- [Rigo 02] Sébastien Rigo, Jean-Michel Desmarres, Talal Masri & Jacques-Alain Petit. *Measurement of the residual stresses of the handling structures used in MEMS*. In Proceedings of SPIE – Volume 4755 Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS, volume 4755, pages 704–713, 2002. 80
- [Rigo 03] Sébastien Rigo. *Microcaractérisation des matériaux et structures issus des technologies microsystemes*. PhD thesis, INP Toulouse, Septembre 2003. 80, 184
- [Saotome 00] Yasunori Saotome, Y Nakazawa & S Kinuta. *Microfactory cells for in-situ micromaterials and microstructures testing*. In Proceeding of the 2nd International Workshop on Microfact., pages 99–102, Fribourg, Switzerland, October 2000. 75
- [Sato 98] Kazuo Sato, Tetsuo Yoshioka, Taeko Ando, Mitsuhiro Shikida & T Kawabata. *Tensile testing of silicon film having different crystallographic orientations carried out on a silicon chip*. Sensors and Actuators, vol. A 70, pages 148–152, 1998. 75
- [Schreier 00] Hubert W. Schreier, Joachim R. Braasch & Michael A. Sutton. *Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation*. Optical Engineering, vol. 39, pages 2915–2921, November 2000. 73
- [Seguineau 06] Cédric Seguineau, Jean-Michel Desmarres, Xavier Lanfontan, Jeremie Dhennin & Michel Ignat. *MEMS Reliability : accurate measurements of beam stiffness using nanoindentation techniques*. In Proceedings of CANEUS 2006, 2006. 95
- [Senturia 00] S.D. Senturia. *Microsystem design*. Kluwer Academic Publishers, Boston, 2000. 61, 62
- [Serre 99] C. Serre, A. Perez-Rodriguez, JR Morante, P. Gorostiza & J. Esteve. *Determination of micromechanical properties of thin films by beam bending measurements with an atomic force microscope*. Sensors & Actuators : A. Physical, vol. 74, no. 1-3, pages 134–138, 1999. 94

- [Sharpe 97] William N. Jr Sharpe, B. Yuan & Edwards R.L. *A new technique for measuring the mechanical properties of thin films.* journal of microelectromechanical systems, vol. 6, no. 3, pages 193–199, 1997. 29
- [Sharpe 08] William N. Jr Sharpe. *A Review of Tension Test Methods for Thin Films.* In Mater. Res. Soc. Symp. Proc., Microelectromechanical Systems - Materials and Devices, volume 1052, pages 3–14, 2008. 31, 74, 75, 110
- [Sneddon 65] Ian N. Sneddon. *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile.* International Journal of Engineering Science, vol. 3, pages 47–57, 1965. 45
- [Spolenak 03] R. Spolenak, W. L. Brown, N. Tamura, A. A. MacDowell, R. S. Celestre, H. A. Padmore, B. Valek, J. C. Bravman, T. Marieb, H. Fujimoto, B. W. Batterman & J. R. Patel. *Local Plasticity of Al Thin Films as Revealed by X-Ray Microdiffraction.* Phys. Rev. Lett., vol. 90, no. 9, pages 096102–096106, 2003. 70
- [Srikar 02] V.T. Srikar & S.D. Senturia. *The Reliability of Microelectromechanical Systems in Shock Environments.* Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 11, no. 3, pages 206–214, 2002. 32
- [Srikar 03] V.T. Srikar & S.M. Spearing. *A critical Review of Microscale Mechanical Testing Methods Used in the Design of Microelectromechanical Systems.* Experimental Mechanics, vol. 43, no. 7, pages 238–247, September 2003. 21, 27, 35
- [Stoney 09] George Gerald Stoney. *The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis.* In Proceedings of the Royal Society of London. Series A, pages 172–175. The Royal Society, 1909. 31
- [Sutton 00] Michael A. Sutton, Stephen R. McNeill, Jeffrey D Helm & Hubert W Schreier. *Computer vision applied to shape and deformation measurement.* In International Conference on Trends in optical Nondestructive Testing and Inspection, pages 571–589, Lugano (Suisse), mai 2000. Elsevier Science. 73
- [Tabata 08] Osamu Tabata & Toshiyuki Tsuchiya, editeurs. Reliability of mems, volume 6 of *Advanced Micro and Nanosystems.* WILEY-VCH Verlag GmbH and Co, 2008. 16, 28, 39
- [Tabor 48] David Tabor. *A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness.* In The Royal Society of London, volume 192 of *A, Mathematical and Physical Sciences*, pages 247–274, 1948. 47
- [Tabor 70] David Tabor. *The hardness of solids.* Reviews of Physics in Technology,, vol. 1, no. 3, pages 145–179, 1970. 41
- [Teravicta 09] Teravicta, 2009. consulté le 4 Janvier 2009, <http://austin.bizjournals.com/austin/stories/2008/03/03/story6.html>. 267

- [Thompson 00] C.V. Thompson. *Structure evolution during processing of polycrystalline films*. Annual Review of Materials Science, vol. 30, no. 1, pages 159–190, 2000. 13
- [Tie Bie 01] Robert Tie Bie, Nicolas Bretagne & Jean-Christophe Dupré. *Mesures par suivi de marqueurs et thermographie infrarouge de paramètres thermomécaniques*. In Colloque PhotoMécanique 2001. GAMAC, 2001. 72
- [Timoshenko 59] S.P. Timoshenko & S. Woinowski-Krieger. *Theory of plates and shells*. McGraw-Hill, 1959. 80
- [Tsuchiya 98] Toshiyuki Tsuchiya, Osamu Tabata, Jiro Sakata & Yasunori Taga. *Specimen size effect on tensile strength of surface micromachined polycrystalline silicon thin films*. Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 7, pages 106–113, 1998. 19, 38, 74, 75, 78
- [van Spengen 02] W.Merlijn van Spengen, Robert Puers & Ingrid De Wolf. *A physical model to predict stiction in MEMS*. Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 12, no. 5, pages 702–713, 2002. 15
- [Van Spengen 03] W.Merlijn Van Spengen, Robert Puers & Ingrid De Wolf. *The prediction of stiction failures in MEMS*. IEEE Transactions on Device and Materials Reliability, vol. 3, no. 4, pages 167–172, 2003. 15
- [Violettes 05] Pierre Violettes. *Simulation numérique et expérimentale du comportement mécanique des ballons pressurisés stratosphériques*. PhD thesis, ENSAE, Décembre 2005. 73
- [Weihs 88] T.P. Weihs, S. Hong, J.C. Bravman & W.D. Nix. *Mechanical deflection of cantilever microbeams : a new technique for testing the mechanical properties of thin films*. Journal of Materials Research, vol. 3, pages 931–942, 1988. ISSN 0884-2914. 82, 94, 185, 213
- [Wispry 09] Wispry, 2009. consulté le 4 Janvier 2009, <http://www.wispry.com>. 267
- [Yoshii 83] K. Yoshii, H. Takagi, M. Umeno & H. Kawabe. *A tensile testing machine for evaporated thin metal films*. Journal of Physics E : Scientific Instruments, vol. 16, pages 127–130, 1983. 69
- [Young 02] W.C. Young & R.G. Budynas. *Roark's formulas for stress and strain*. McGraw Hill, New York, 7 edition, 2002. 59, 86
- [Yu 90] H.Y. Yu, S.C. Sanday & B.B. Rath. *The effect of substrate on the elastic properties of films determined by the indentation test-axisymmetric Boussinesq problem*. Journal of the Mechanics and Physics of solids, vol. 38, no. 6, pages 745–764, 1990. 53
- [Zhang 06] Y. Zhang & Y. Zhao. *An effective method of determining the residual stress gradients in a micro-cantilever*. Microsystem Technologies, vol. 12, no. 4, pages 357–364, 2006. 35

Liste des figures

TABLE DES FIGURES

I1 - 1	Micrographie d'un résonateur électromagnétique réalisée à l'IEMN. . . .	6
I1 - 2	Étapes d'un micro-usinage en volume.	8
I1 - 3	Exemples de motifs réalisables à l'aide d'un micro-usinage en volume. . .	9
I1 - 4	Capteur de pression micro-usiné.	9
I1 - 5	Principe d'une gravure ionique réactive profonde.	10
I1 - 6	Gravure DRIE : structure en brin d'herbe.	11
I1 - 7	Étapes d'un micro-usinage en surface.	11
I1 - 8	Premier moteur électrostatique.	14
I1 - 9	Exemple de collage par stiction.	15
I2 - 1	Illustrations de lois de comportement simples (élasticité et plasticité). . .	25
I2 - 2	Gradient de contrainte dans des poutres encastrées-libres.	26
I2 - 3	Techniques de caractérisation mécanique utilisées.	36
I2 - 4	Mesures inter-laboratoires de la contrainte à rupture du polysilicium. . .	39
I3 - 1	Caractéristique charge-déplacement d'un essai de nanoindentation. . . .	42
I3 - 2	Contact entre une éprouvette et un poinçon axisymétrique.	45
I3 - 3	Formation d'un bourrelet plastique.	47
I3 - 4	Expansion d'une cavité sphérique durant l'essai d'indentation.	48
I3 - 5	Transfert de la caractéristique de nanoindentation vers la loi de comportement.	48
I3 - 6	Nanoindentation sur une couche mince, bourrelet et tassement.	53
I3 - 7	Microflexion d'une poutre encastrée-libre à l'aide d'un nanoindenteur. .	55
I3 - 8	Résistance des matériaux, notations et conventions.	55
I3 - 9	Caractéristique charge-déplacement d'un essai de microflexion.	56
I3 - 10	Représentation des deux types de chargement étudiés par microflexion. .	57
I3 - 11	Poutres de Timoshenko, prise en compte du cisaillement en microflexion.	60
I3 - 12	Principe d'un essai de traction.	65
I3 - 13	Microtraction d'une couche mince, extraction des paramètres mécaniques.	66
I3 - 14	Exemple d'un motif photolithographié à la surface d'une éprouvette pour réaliser une mesure locale de l'allongement longitudinal et de la contraction transverse [Hemker 07].	72
I3 - 15	Principe de la corrélation d'image.	73
I3 - 16	Exemples d'éprouvettes de microtraction réalisées sur un substrat silicium.	75
II - 1	Diagramme « 5M » représentant les diverses sources d'incertitudes pouvant perturber la mesure lors d'un essai de microtraction. Le développement des techniques de caractérisation utilisées dans cette thèse s'appuie sur cette segmentation.	79

III - 1	Simulation par éléments finis illustrant l'apparition d'une courbure anticlastique lors de l'application d'une charge ponctuelle sur une poutre encastrée-libre.	81
III - 2	Comparaison entre les courbes caractéristiques d'un essai d'indentation et d'un essai de microflexion.	83
III - 3	Torsion d'une poutre autoportante.	85
III - 4	Torsion d'une poutre, simulation par éléments finis.	87
III - 5	Ancrage d'une poutre en or issue d'un microinterrupteur capacitif radiofréquence commercial.	88
III - 6	Modélisation des ancrages à l'aide d'un portique plan.	89
III - 7	Réalisation technologique d'un encastrement, simulation par éléments finis.	91
III - 8	Application d'une charge excentrée sur une poutre bi-encastrée.	92
III - 9	Simulation (éléments finis) de la réponse d'une poutre à un écart de positionnement.	93
III - 10	Positionnement d'une éprouvette sous la colonne d'indentation.	95
III - 11	Exemples d'utilisation de la table de positionnement piézoélectrique. . .	96
III - 12	Déroulement d'un essai de microflexion.	99
III - 13	Localisation indirecte du centre géométrique d'une structure autoportante.	100
III - 14	Exemple de courbe caractéristique obtenues lors de la caractérisation électromécanique d'un microcontact.	102
II2 - 1	Cinématique d'un essai de microtraction symétrique.	105
II2 - 2	Premier prototype d'une platine de microtraction (SIMaP).	106
II2 - 3	Distinction entre « axe de traction » et « axe de l'éprouvette ».	107
II2 - 4	Exemple d'exploitation d'une analyse par corrélation d'image.	109
II2 - 5	Minimisation des écarts entre mors.	113
II2 - 6	Défaut de coaxialité et flexion parasite.	114
II2 - 7	Mesure d'un défaut d'alignement entre les mors.	114
II2 - 8	Simulation par éléments finis (ANSYS) d'un essai de traction.	115
II2 - 9	Schématisme d'un essai de microtraction.	116
II2 - 10	Rigidité du bâti pour la mesure de déplacement embarquée.	117
II2 - 11	Mesure de rigidité effectuée avec le capteur de force 40 N.	118
II2 - 12	Rigidité du bâti pour la mesure de déplacement par interférométrie. . .	120
II2 - 13	Instrumentation du caisson avec des thermocouples.	122
II2 - 14	Variations de la mesure de déplacement en fonction de la température. .	124
II2 - 15	Dérive thermique du capteur de force 1,5 N.	126
II3 - 1	Exemple d'éprouvette encadrée pour un essai de microtraction.	132
II3 - 2	Double congé pour une réduction des concentrations de contrainte au voisinage des encastres.	132
II3 - 3	Concentration de contraintes dans une configuration avec double congé de raccordement.	133

II3 - 4	Influence des congés de raccordement sur la mesure du module d'élasticité.	135
II3 - 5	Caractérisation géométrique des éprouvettes de cuivre déposé sur polymère.	137
II3 - 6	Définition des notations pour les dépôts de cuivre sur polymère.	138
II3 - 7	Prévision par éléments finis de la déformation des ancrages des éprouvettes cuivre+polymère.	139
II3 - 8	Procédé de fabrication par gravure humide des éprouvettes de microtraction.	141
II3 - 9	Exemples de réalisation d'éprouvettes par gravure humide.	142
II3 - 10	Procédé de fabrication avec gravure DRIE des éprouvettes de micro-traction.	144
II3 - 11	Géométrie des éprouvettes réalisées par gravure ionique réactive profonde.	145
II3 - 12	Masques pour la réalisation des éprouvettes avec gravure DRIE.	146
II3 - 13	Irrégularités dans l'épaisseur des éprouvettes en or autoportant.	147
II3 - 14	Section des éprouvettes électrolytiques.	148
II3 - 15	Empilement entre l'or et le substrat silicium.	149
II3 - 16	Simulation par éléments finis d'un essai de microtraction sur un film mince sans adhérence.	150
II3 - 17	Profil EDX d'une éprouvette en or électrolytique.	151
III1 - 1	Nanoindentation sur film d'or (éprouvette Au300-L4).	158
III1 - 2	Caractéristiques contrainte-déformation des éprouvettes en or électrolytique.	159
III1 - 3	Essais de flexion réalisés sur l'éprouvette « IV,f-500-1 ».	163
III1 - 4	Récapitulatif des mesures de raideur réalisées sur des poutres en or autoportantes bi-encastées.	163
III1 - 5	Mise en évidence de la non linéarité de la mesure de raideur pour des flèches supérieures à l'épaisseur de la couche.	164
III1 - 6	Nanoindentation sur film d'aluminium (éprouvette 1500w2-1).	166
III1 - 7	Courbe charge-déplacement typique d'un essai d'indentation sur l'aluminium.	167
III1 - 8	Exemple de caractéristique de microtraction sur aluminium autoportant.	169
III1 - 9	Niveau du bruit sur les mesures de contraintes en fonction de la section des éprouvettes.	170
III1 - 10	Application d'un filtre numérique à réponse impulsionnelle finie.	173
III1 - 11	Micrographie d'un encastrement droit sur une éprouvette d'aluminium.	174
III1 - 12	Validation expérimentale de la prise en compte des congés de raccordement sur l'estimation des propriétés mécaniques.	174
III1 - 13	Influence de la vitesse de sollicitation sur la mesure des niveaux de contraintes.	175

III1 - 14	Influence de la vitesse de sollicitation sur la contrainte maximale et sur le module d'élasticité.	176
III2 - 15	Nanoindentation sur aluminium « 1500w2-1 » : module réduit E_{eq}	180
III2 - 16	Nanoindentation sur or « 300-4 » : module réduit E_{eq}	180
III2 - 17	Contact de Hertz : rôle de la rugosité.	183
III2 - 18	Aluminium : évolution du module d'élasticité en fonction de l'épaisseur de la couche.	187
III3 - 1	Évolution des propriétés mécaniques mesurées par nanoindentation. . .	193
III3 - 2	Définition du seuil d'écoulement plastique au sens de Ramberg-Osgood. .	197
III3 - 3	Superposition des points expérimentaux et de la loi Ramberg-Osgood associée sur une éprouvette en or électrolytique (éprouvette IV, 300-2). . .	198
III3 - 4	Loi de type Hollomon et de type Ramberg-Osgood : comparaison sur « Alu800w3-1 ».	199
III3 - 5	Loi de type Hollomon et de type Ramberg-Osgood : comparaison des erreurs commises.	200
III3 - 6	Aluminium pulvérisé : corrélation entre le coefficient d'écrouissage N et la vitesse de déformation.	200
III3 - 7	Absence de corrélation entre la limite d'élasticité et l'épaisseur des films d'aluminium.	202
III3 - 8	Déconsolidation homogène et hétérogène des éprouvettes d'aluminium. .	204
III3 - 9	Facteur de déconsolidation en fonction de la largeur des éprouvettes. . .	205
III4 - 10	Relation entre procédé de fabrication, microstructure et propriétés mécaniques.	208
III4 - 11	Micrographies d'une éprouvette d'or à différents taux de déformation. . .	209
III4 - 12	Or électrodéposé : concentration des bandes de déformation à proximité de la zone de rupture.	210
III4 - 13	Micrographies MEB-FEG d'une éprouvette d'or sur une surface non déformée.	211
III4 - 14	Analyse EBSD réalisée sur une éprouvette d'or déformée jusqu'à rupture. .	212
III4 - 15	Comparaison des courbes caractéristiques contrainte-déformation de trois lots différents d'éprouvettes d'aluminium.	216
III4 - 16	Comparaison de micrographies d'éprouvettes d'aluminium issues des trois lots différents d'aluminium.	217
III4 - 17	Micrographies de deux éprouvettes prises à différents taux de déformation plastique.	220
III4 - 18	Apparition des bandes de cisaillement sur une éprouvette d'aluminium. .	221
III4 - 19	Évaluation de la taille des grains d'aluminium avant et après déformation. .	222
III4 - 20	Répartition des orientations cristallines en fonction du taux de déformation plastique.	223
III4 - 21	Coupe FIB réalisée dans une éprouvette d'aluminium caractérisée par Cornella [Cornella 99].	224

A3 - 1	Modélisation des ancrages d'une poutre encastrée-libre.	258
A3 - 2	Microflexion : application d'une charge au centre d'une éprouvette biencastée.	259
A3 - 3	Microflexion : application excentrée d'une charge.	264
A4 - 4	Utilisation de la microflexion pour la caractérisation électrique d'un contact ohmique.	266
A4 - 5	Schéma de principe d'un microinterrupteur développé par le laboratoire XLIM.	266
A6 - 1	Système de préhension des éprouvettes de microtraction.	271
A6 - 2	Géométrie d'éprouvette à double congé de raccordement.	272
A6 - 3	Évaluation de la fonction $\Gamma(w_u, n)$	273
A6 - 4	Approximation polynômiale de la fonction $\Gamma(w_u, 1)$	274
A6 - 5	Calcul de l'erreur de mesure entre d et d_r	274
A7 - 6	Caractérisation thermique n°1 – Profil thermique d'une journée de travail. 276	
A7 - 7	Caractérisation thermique n°2 – Cycles thermiques dans l'enceinte. . . .	277
A7 - 8	Caractérisation thermique n°3 – Profil thermique d'un essai de microtraction.	277
A8 - 1	Tracé des valeurs de E en fonction du coefficient de corrélation linéaire r^2 . (éprouvette 1500w3-1).	279

LISTE DES TABLEAUX

I3 - a	Caractéristiques technologiques de différentes platines de microtraction.	75
II1 - a	Simulation par éléments finis d'une flexion de micropoutre idéale.	82
II2 - a	Introduction de défauts d'alignement et d'adhérence dans une simulation par éléments finis.	115
II3 - a	Valeurs numériques des coefficients du polynôme G.	134
II3 - b	Caractérisation géométrique des éprouvettes cuivre sur polymère.	138
II3 - c	Estimation de l'épaisseur des éprouvettes d'aluminium à l'aide d'une coupe FIB.	142
III1 - a	Or électrodéposé : grandeurs caractéristiques issues d'essais de microtraction.	160
III1 - b	Or électrolytique : incertitude sur les niveaux de contrainte.	162
III1 - c	Gonflement de membrane réalisés à l'INL sur les éprouvettes en or électrolytiques.	165
III1 - d	Aluminium pulvérisé : grandeurs caractéristiques issues d'essais de microtraction.	168
III1 - e	Aluminium pulvérisé : incertitude sur les niveaux de contrainte.	171
III2 - a	Récapitulatif des estimations du module d'élasticité E par nanoindentation.	181
III2 - b	Films minces en or : Relevé bibliographique de différentes valeurs du module d'élasticité.	185
III3 - a	Modélisation de type Ramberg-Osgood sur les éprouvettes en or électrolytique.	198
III3 - b	Aluminium pulvérisé : modélisation analytique par une loi de type Ramberg-Osgood.	201
III3 - c	Homogénéité de la déformation plastique.	203
A6 - a	Rappel des valeurs numériques des coefficients du polynôme G.	274
A8 - a	Coefficients numériques du filtre RIF.	278
A8 - b	Coefficient de Student.	280

Annexes

NORMALISATIONS INTERNATIONALES

Pendant longtemps, il a été communément admis qu'il était impossible de réaliser une activité de normalisation de l'industrie microsystème en raison de la trop grande diversité des techniques de fabrication ou bien même des géométries des MEMS. La mesure des propriétés mécaniques est absolument cruciale pour la conception et l'évaluation des performances d'un MEMS, y compris en terme de fiabilité. C'est pourquoi un nouvel effort a récemment été apporté à une tentative de normalisation des essais mécaniques, qui permettrait entre autre de s'assurer de la fiabilité des outils de mesure. Ainsi, l'effort de normalisation ne porte plus tant sur les systèmes eux-mêmes que sur les techniques de caractérisation de leurs différentes propriétés. Différentes activités sont menées en parallèle :

- l'IEC (pour *International Electrotechnical Commission*) est une association en charge de l'activité de normalisation dans l'industrie électronique. Un comité spécifique (Technical Committee on Semiconductor Devices) a créé un groupe de travail dédié aux MEMS. Trois normes ont été publiées jusqu'à présent (IEC62047-1), et trois projets sont en cours de préparation. La première, parue en 2005, concerne la mise en place d'une terminologie tandis que les deuxième et troisième concernent plus précisément les essais de traction uni-axiaux pour couches minces. Les projets en cours de discussion concernent les définitions générales, les interrupteurs radio-fréquence et les méthodes de tests de fatigue. Les japonais et les coréens sont particulièrement actifs dans ce groupe de travail.
- l'ASTM International est une organisation développant des normes techniques, principalement pour les matériaux. Un groupe de travail (E08.05.03) travaille sur l'élaboration de standards pour les couches structurales et les matériaux de l'électronique utilisées dans les applications micromécaniques. Trois normes ont été publiées (E2244-06, E2245-06 et E2246-06), concernant respectivement les mesures, dans le plan, de distances, de déformations résiduelles et de gradients de contrainte.
- le SEMI est une association d'industriels principalement dans le domaine de la fabrication de semi-conducteurs. Ici aussi, trois normes ont été publiées (MS1-0307, MS2-0307 et MS3-0307) intitulées respectivement « *Guide to Specifying Wafer-Wafer Bonding Alignment Targets* », « *Test Method for Step-height Measurements of Thin, Reflecting Films Using an Optical Interferometer* » et « *Terminology for MEMS Technology* ».
- le « *Micromachine Center* » (MMC) est une association à but non lucratif japonaise se focalisant sur l'aide à la mise en place de bases technologiques pour l'élaboration de nouveaux MEMS. Plusieurs rapports techniques ont été publiés sur la terminologie employée ou sur les méthodes d'évaluation des propriétés des matériaux. Ils ont en particulier alimenté les normes publiées par l'IEC.

La norme IEC 62047-2 s'applique aux films dont l'épaisseur est inférieure à 10 μm et dont les dimensions latérales sont inférieures à 1 mm. Les spécifications pour l'échantillon, la machine de test et les conditions de l'essai sont décrites, mais aucune méthode spécifique n'est requise. La technique de préhension des éprouvettes est soulignée comme étant un élément essentiel, et quelques techniques sont décrites en détail en annexe. La section 5 concerne plus précisément les échantillons et la tolérance géométrique de leur fabrication.

La norme IEC 62047-3 propose un échantillon de test étalon pour qualifier la précision et la répétabilité d'une machine de micro-traction. Le matériau recommandé est un monocristal de silicium. Ces deux normes sont le résultat de la campagne croisée présentée dans la table I3 - a.

Il est important de noter que le projet de norme sur les essais de fatigue fera une distinction entre les matériaux dits « massifs » et les couches minces.

ANALYSE DIMENSIONNELLE

A.2.1 Théorème de Vaschy-Buckingham

Voici l'énoncé du théorème de Vaschy-Buckingham :

Les équations régissant un problème physique s'écrivent sous la forme générale

$$f(q_1, \dots, q_n) = 0 \quad (\text{A2.1})$$

où les q_i représentent n grandeurs physiques *choisies* pour décrire le phénomène, exprimées en terme de k unités physiques indépendantes. Ces équations peuvent se réécrire sous la forme :

$$F(\Pi_1, \dots, \Pi_p) = 0 \quad (\text{A2.2})$$

où les Π_i sont des grandeurs adimensionnées et construites à partir des q_i par $p = n_k$ équations de la forme :

$$\Pi_i = q_1^{m_1} q_2^{m_2} \dots q_n^{m_n} \quad (\text{A2.3})$$

Les m_i sont des constantes.

A.2.2 Analyse dimensionnelle d'un essai d'indentation instrumenté

La démarche s'effectue en plusieurs étapes. Les hypothèses sont les suivantes :

- Le poinçon est élastique, homogène et isotrope. Il se caractérise par le couple (E_i, ν_i) . Le matériau sollicité est supposé être élastoplastique isotrope et homogène. Tandis que l'élasticité se caractérise par le couple (E, ν) , la seule hypothèse faite sur la plasticité est son comportement local de manière à la définir de manière adimensionnelle³⁶. En particulier, le nombre de paramètres adimensionnels x_i décrivant la plasticité n'est pas déterminé. La transition entre la déformation élastique et la déformation plastique est caractérisée par la limite d'élasticité σ_y (ou la limite d'élasticité en déformation ε_y reliée à σ_y par la loi de Hooke).
- L'influence du coefficient de Poisson est entièrement décrite par l'écriture du module réduit E_{eq} tel que défini en I3.3.
- les dimensions de l'éprouvette sont très grandes devant celles de l'essai. L'éprouvette est ainsi assimilée à un demi-espace qui n'est décrit par aucune grandeur particulière.

³⁶Il s'agit ici d'une hypothèse qui peut être invalidée expérimentalement. Elle traduit le fait que la déformation en un point est fonction uniquement de l'état des contraintes en ce point et de l'historique de la déformation subie par ce point.

A.2.2.1 Paramètres d'entrée

La charge appliquée F , mesurée avec la caractéristique charge-déplacement obtenue lors d'un essai d'indentation, dépend de plusieurs paramètres physiques. La première étape consiste donc à évaluer quels sont les paramètres influents, et leur dimension physique. Il s'agit :

- du déplacement du poinçon h , avec $[h] = \text{m}$,

Les propriétés mécaniques du matériau régissent bien entendu la réponse à une sollicitation d'indentation. La charge F est donc sensible aux paramètres suivants :

- le module réduit E_{eq} avec $[E_{eq}] = \text{Pa} = \text{N/m}^2$,
- le seuil de plasticité σ_y avec $[\sigma_y] = \text{Pa}$,
- des grandeurs adimensionnelles représentatives de la plasticité x_i avec $\forall i, [x_i] = \emptyset$,

Enfin, les conditions géométriques du chargement interviennent également, à savoir :

- la géométrie du poinçon diédrique³⁷, décrite par un ensemble d'angles ψ_j (avec $\forall j, [\psi_j] = \emptyset$).

À ce stade, une distinction doit être faite entre charge et décharge. En effet, cette seconde étape, pour être correctement décrite, nécessite l'utilisation d'un paramètre supplémentaire : la profondeur initiale du poinçon, à savoir h_m (comme illustré sur le schéma I3 - 1). D'un point de vue dimensionnel, les études de la charge et de la décharge doivent donc se faire de manière séparée.

A.2.2.2 Analyse dimensionnelle

Pour la phase de charge comme pour la décharge, le nombre de dimensions physiques indépendantes parmi les paramètres d'entrée est de deux (unité de longueur et unité de pression). La dimension de la sortie, à savoir la force appliquée F , peut physiquement s'exprimer par : $[F] = \text{m}^2\text{Pa}$.

Selon le paragraphe précédent, dans le cas de la phase de charge, la force F^c est fonction des paramètres suivants :

$$F^c = f(h, E_{eq}, \sigma_y, x_i, \psi_j) \quad (\text{A2.4})$$

Cette équation, en application du théorème de Vaschy-Buckingham, peut se réécrire de manière adimensionnelle sous la forme :

$$\frac{F^c}{E_{eq}h^2} = \Pi_1 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, x_i, \psi_j \right) \quad (\text{A2.5})$$

L'équation A2.5 indique donc que le rapport F^c/h^2 est indépendant de la profondeur d'indentation. La charge F^c s'exprime donc comme une fonction parabolique du déplacement du poinçon h . La solution décrite par la solution de Love (cf. paragraphe I.3.1.2)

³⁷En effet, selon les hypothèses émises précédemment, la géométrie du poinçon est suffisante pour décrire celle de l'essai. L'intérêt d'une indentation à l'aide d'un poinçon diédrique prend ici toute sa force, car sa géométrie n'est décrite que par un ensemble d'angles adimensionnels. Toute autre forme de pointe fait appel à des grandeurs physiques dimensionnées.

s'avère donc être bien plus générale et s'applique à tout matériau élastoplastique dont la plasticité peut être décrite de manière locale.

De la même manière, il est possible d'évaluer la profondeur de contact h_c à partir du déplacement du poinçon h . Sans faire d'hypothèse sur la nature de la déformation de la matière autour de l'empreinte (comme l'ont fait Oliver et Pharr pour l'établissement de l'équation I3.10), il est possible d'affirmer que dans le cas général, h_c dépend, comme F , de l'ensemble des paramètres indépendants listés dans le paragraphe précédent. Dans ce cas, l'utilisation du théorème Pi permet d'affirmer l'existence d'une relation adimensionnelle de la forme :

$$\frac{h_c}{h} = \Pi_2 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, x_i, \psi_j \right) \quad (\text{A2.6})$$

Cette deuxième relation adimensionnelle permet de mettre en évidence une relation linéaire entre la profondeur de contact h_c et le déplacement de l'indenteur h . De plus, elle permet de mettre en exergue que la formation éventuelle d'un bourrelet autour de l'empreinte dépend non pas des propriétés E_{eq} , σ_y et les x_i (dans le cas le plus simple, $i = 1$ et $x_1 = n$) ; mais de seulement σ_y/E_{eq} et x_i . En combinant les deux équations adimensionnelles A2.5 et A2.6, il est possible d'exprimer la dureté, dans le cas d'un poinçon pointu axisymétrique de demi-angle au sommet ψ :

$$\frac{H}{E_{eq}} = \frac{F^c}{E_{eq}A_c} = \frac{1}{\pi \tan^2 \psi} \frac{\Pi_1}{\Pi_2^2} \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, x_i, \psi \right) \quad (\text{A2.7})$$

Cette relation demeure vraie pour des relations entre l'aire de contact et la profondeur de contact différentes (poinçons pyramidaux par exemple) mais respectant toujours $A_c = A_c(h_c^2)$. En notant $\varepsilon_e = Y/E_{eq}$, la relation entre la dureté H et le seuil de plasticité σ_y peut donc s'écrire sous la forme :

$$\frac{H}{\sigma_y} = \frac{1}{\pi \tan^2 \psi} \frac{\Pi_1}{\varepsilon_e \Pi_2} (\varepsilon_e, x_i, \psi) \quad (\text{A2.8})$$

Dans le cas d'essais réalisés à l'aide d'un poinçon pointu, la dureté H est nécessairement indépendante de la profondeur d'indentation h . En revanche, il apparaît clairement qu'il ne s'agit pas d'une propriété mécanique intrinsèque du matériau, puisque la description de la géométrie de la pointe intervient dans l'équation A2.7. Mise sous la forme A2.8, cette équation permet d'identifier la structure de la contrainte représentative telle qu'introduite par Tabor (eq. I3.13). Notamment, elle dépend donc de l'écrouissage du matériau, de la géométrie de l'indenteur, et de la déformation élastique subie par le matériau au seuil de plasticité. Dans le cas de matériaux avec un rapport σ_y/E élevé, Cheng et Cheng ont mené une analyse par éléments finis [Cheng 98] qui montre que la sensibilité de H à n devient particulièrement réduite. En particulier, pour $\nu = 0,3$ et $\psi = 68^\circ$ ils démontrent que :

$$\sigma_y/E \rightarrow 0,1 \quad \Rightarrow \quad H \approx 1,7\sigma_y \quad (\text{A2.9})$$

En fait, toutes les conclusions que nous venons de formuler, à savoir :

1. la charge F^c est une fonction parabolique du déplacement du poinçon h , la courbure C de cette parabole étant une fonction des propriétés mécaniques du matériau (pour une géométrie de pointe donnée),
2. le comportement du matériau autour de l'empreinte dépend uniquement du rapport σ_y/E_{eq} et du coefficient d'écrouissage n ,
3. la dureté H est indépendante de la profondeur d'indentation h_c

ne sont vraies que dans la mesure où la condition d'autosimilarité est vérifiée, ou, ce qui est équivalent, qu'aucune longueur n'intervienne dans la description géométrique de l'essai.

Ainsi, dans le cas d'une pointe non idéale (l'extrémité est nécessairement émoussée, et se trouve assimilée à une portion de sphère de rayon R), ou dans le cas des couches minces d'épaisseur t qui devient du même ordre de grandeur que la profondeur d'indentation, ces conclusions ont de grandes chances de ne plus être valables. L'analyse dimensionnelle reprendra alors la même démarche que dans le cas de la décharge, où le paramètre h_m intervient nécessairement pour décrire l'expression de la caractéristique $F^d(h)$.

Dans le cas de la décharge, les fonctions adimensionnelles dépendent donc d'un paramètre supplémentaire, le rapport h/h_m , rendant cette courbe potentiellement porteuse d'une nouvelle information. Par exemple, c'est en considérant que le régime de déformation lors des premiers instants de la décharge est purement élastique, qu'Oliver et Pharr ont établi leur procédure [Oliver 92]. Sans faire d'hypothèse sur la nature des déformations se produisant lors de la décharge, La force F^d s'exprime de manière générale, à l'aide d'une nouvelle fonction adimensionnelle :

$$F^d = E_{eq} h^2 \Pi_3 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, \frac{h}{h_m}, x_i, \psi_j \right) \quad (A2.10)$$

C'est-à-dire que, quel que soit le comportement du matériau à la décharge (purement élastique ou élasto-plastique), la force ne dépend plus du carré du déplacement.

Si l'on considère la profondeur résiduelle h_f , correspondant à l'enfoncement du poinçon pour lequel la force mesurée est nulle, l'application de l'équation A2.10 permet d'écrire :

$$\Pi_3 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, \frac{h_f}{h_m}, x_i, \psi_j \right) = 0 \quad (A2.11)$$

Le rapport de la profondeur finale d'indentation sur la profondeur maximale, h_f/h_m dépend donc uniquement des paramètres matériaux et de la géométrie de pointe. Pour une pointe donnée, ce rapport est donc caractéristique du matériau sollicité.

D'autre part, la raideur en début de décharge $S = \left. \frac{dF^d}{dh} \right|_{h=h_m}$ s'exprime en dérivant l'équation A2.10 par rapport au déplacement du poinçon, et en appliquant la fonction au

point h_m :

$$S = E_{eq} h_m \left[\Pi'_3 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, 1, x_i, \psi_j \right) + 2 \Pi_3 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, 1, x_i, \psi_j \right) \right] = E_{eq} h_m \Pi_4 \left(\frac{\sigma_y}{E_{eq}}, x_i, \psi_j \right) \quad (\text{A2.12})$$

Cette équation est cohérente avec l'équation de Sneddon modifiée I3.9.

Charleux, en s'appuyant sur la modélisation analytique de la décharge faite par Oliver et Pharr ($F^d = b(h - h_f)^m$, avec b et m deux paramètres « ajustables »³⁸), propose d'exprimer la force à la décharge de la manière suivante :

$$F^d = F^d(h_m) \left(\frac{h - h_f}{h_m - h_f} \right)^m \quad (\text{A2.13})$$

où h_f est la profondeur résiduelle d'indentation, m l'exposant de la loi puissance régissant la décharge. Cette équation, si on la dérive par rapport à h , est en accord avec la formulation générale A2.12 exprimée par Cheng et Cheng.

Enfin, l'analyse dimensionnelle et une simulation par éléments finis permettent à Cheng, Li et Cheng [Cheng 02] de mettre en évidence une relation linéaire entre le rapport h_f/h_m et le rapport W_{irr}/W_{tot} (avec W_{tot} le travail d'indentation et W_{irr} l'énergie dissipée lors de l'essai³⁹) lorsque $h_f/h_m > 0,4$:

$$\frac{W_{irr}}{W_{tot}} = (1 + \gamma) \frac{h_f}{h_m} - \gamma \quad (\text{A2.14})$$

avec $\gamma = 0,27$. Une relation de même nature entre les deux ratios a également été démontrée par plusieurs autres auteurs, comme Lawn et Howes [Lawn 81], Loubet *et al.* [Loubet 84] ou Menčík et Swain [Menčík 94].

³⁸À ce propos, la nature de ces paramètres — purement numérique ou dépendant des matériaux indentés — est discutée selon les auteurs. Classiquement, le coefficient m est compris entre 1,2 et 1,7

³⁹se reporter au schéma I3 - 1 pour une illustration graphique

Annexe 3

FLEXION DE MICROPOUTRES

Cette annexe regroupe les différents calculs effectués pour mesurer la raideur d'une poutre encastrée-libre et encastrée-encastrée.

A.3.1 Poutre encastrée-libre

A.3.1.1 Déformation des ancrages

Dans le cas d'une poutre encastrée-libre, cette approche est facilement réalisable, au contraire du cas de la poutre bi-encastrée.

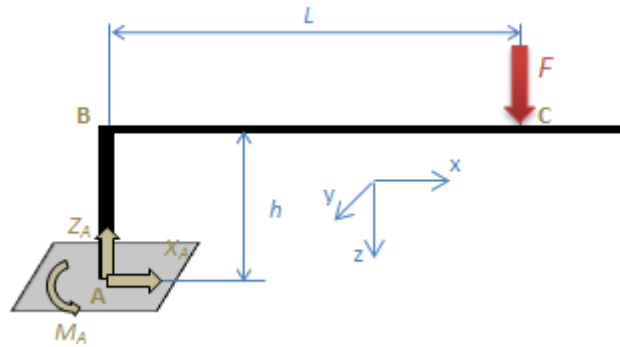


FIG. A3 - 1 – Prise en compte de la déformation de l'ancrage d'une micropoutre encastrée-libre à l'aide d'un portique console. La poutre est de dimension $L \times w \times t$, et l'ancrage de dimension $h \times w \times t_s$. Il est assimilé à une poutre courte.

La partie (AB) est considérée comme une poutre courte, tandis que la partie (BC) est quant à elle considérée comme une poutre d'Euler-Bernoulli. L'indice « s » sera utilisé pour désigner le moment d'inertie et la section de l'ancrage support (partie (AB)) : J_s et S_s .

Le système étant isostatique, le calcul des efforts intérieurs permet l'évaluation directe de l'énergie interne de déformation :

$$W = \frac{hF^2}{2ES_s} + \frac{L^2hF^2}{2EJ_s} + \frac{L^3F^2}{6EJ} \quad (\text{A3.1})$$

Le théorème de Castigliano permet de calculer la flèche au point d'application de la charge en dérivant l'équation A3.1 :

$$d = \frac{FL^3}{3EJ} \left(1 + \frac{3hJ}{L^3S_s} + \frac{3hJ}{LJ_s} \right) \quad (\text{A3.2})$$

Dans le cas de cette étude, les sections sont rectangulaires, ce qui permet d'écrire :

$$J = wt^3/12$$

$$J_s = wt_s^3/12$$

$$S_s = wt_s$$

ce qui permet de réécrire l'équation A3.2 sous la forme suivante :

$$d = 4 \frac{FL^3}{Ewt^3} \left[1 + \frac{ht}{Lt_s} \left(3 \left(\frac{t}{t_s} \right)^2 + \frac{t^2}{4L^2} \right) \right] \quad (\text{A3.3})$$

L'erreur faite sur le module d'élasticité lorsque la déformation du support est négligée vaut donc, dans ce cas précis :

$$\delta E|_s = \frac{E - E_a}{E} = \frac{u_s}{d} = \frac{3 \left(\frac{t}{t_s} \right)^2 + \frac{t^2}{4L^2}}{\frac{Lt_s}{ht} + 3 \left(\frac{t}{t_s} \right)^2 + \frac{t^2}{4L^2}} \quad (\text{A3.4})$$

A.3.2 Poutre encastrée-encastrée

A.3.2.1 Application d'une charge au centre de la structure

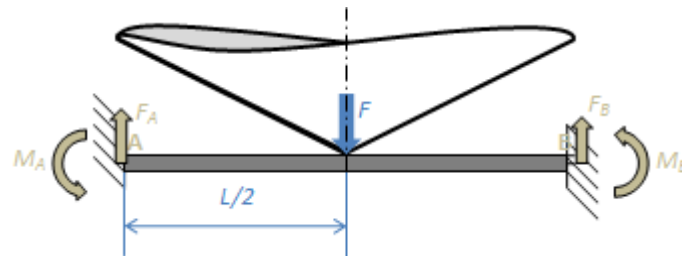


FIG. A3-2 – schéma représentant l'application d'une charge F au centre d'une éprouvette doublement encastrée de dimension $L \times w \times t$.

La présence des deux encastremets induit théoriquement une hyperstaticité d'ordre 2.

—— Équations de la statique ——

Les équations présentées ici traduisent l'équilibre de la structure, réduit au point B :

$$\begin{cases} F_A + F_B - F & = 0 \\ M_A + M_B + \frac{FL}{2} - F_AL & = 0 \end{cases} \quad (\text{A3.5})$$

Néanmoins, la symétrie du chargement implique nécessairement l'égalité entre F_A et F_B , ce qui permet de ramener le système à un système hyperstatique d'ordre 1 (M_A est choisie

comme inconnue hyperstatique) :

$$\begin{cases} F_A = F_B = -\frac{F}{2} \\ M_B = -M_A \end{cases} \quad (\text{A3.6})$$

—— Efforts internes ——

L'effort tranchant T et le moment fléchissant M_f valent donc :

$$0 < x \leq \frac{L}{2} : \begin{cases} T = -\frac{F}{2} \\ M_f = \frac{F}{2}x - M_A \end{cases} \quad (\text{A3.7})$$

$$\frac{L}{2} < x \leq L : \begin{cases} T = \frac{F}{2} \\ M_f = \frac{F}{2}(L - x) - M_A \end{cases} \quad (\text{A3.8})$$

—— Énergie interne de déformation (hypothèse d'Euler-Bernoulli) ——

Dans le cas de l'approximation d'Euler-Bernoulli (on néglige le cisaillement induit par l'effort tranchant T), l'énergie interne de déformation vaut :

$$W = \frac{1}{2} \int_0^L \frac{M_f^2}{EJ} dx = \frac{1}{2EJ} \left(\frac{F^2 L^3}{48} - \frac{L^2 F M_A}{4} + L M_A^2 \right) \quad (\text{A3.9})$$

où J est le moment d'inertie de la poutre et E son module d'élasticité.

—— Levée de l'hyperstaticité ——

Les efforts de liaison inconnus minimisent l'énergie interne de déformation :

$$\frac{\partial W}{\partial M_A} = 0 \quad \Rightarrow \quad M_A = \frac{FL}{8} \quad (\text{A3.10})$$

L'énergie interne de déformation W vaut donc :

$$W = \frac{F^2 L^3}{384 EJ} \quad (\text{A3.11})$$

—— Estimation de la flèche résultante ——

Le théorème de Castigliano permet de prévoir le déplacement résultant u_z du point d'application de la charge F en dérivant l'équation A3.11 :

$$u_z = \frac{\partial W}{\partial F_z} \Rightarrow u = \frac{FL^3}{192 EJ} \quad (\text{A3.12})$$

La raideur mesurée f vaut donc dans le cas d'une poutre bi-encastrée chargée en son milieu :

$$f = \frac{F}{u_z} = 192 E \times \frac{J}{L^3} \quad (\text{A3.13})$$

Dans le cas d'une section rectangulaire, $J = wt^3/12$, et l'équation A3.13 devient :

$$f = 16 E \times \frac{wt^3}{L^3} \quad (\text{A3.14})$$

—— Poutres de Timoshenko ——

Dans le cas des poutres de Timoshenko, le terme de cisaillement dans l'expression de l'énergie interne de déformation est également pris en compte :

$$W = \frac{1}{2} \int_L \frac{M_f^2}{EJ} + \frac{T^2}{GS_2} dl \quad (\text{A3.15})$$

Le nouveau terme ne modifie pas l'expression du moment M_A . L'énergie de déformation W vaut donc dans ce cas :

$$W = \frac{F^2}{2} \left(\frac{L^3}{192 EJ} + \frac{L}{4GS_2} \right) \quad (\text{A3.16})$$

La raideur f mesurée par la pointe est donc égale à :

$$f = \frac{F}{u_z} = 192 \frac{EJ}{L^3} \left(1 + \frac{96(1+\nu)J}{S_2 L^2} \right)^{-1} \quad (\text{A3.17})$$

Dans le cas d'une section rectangulaire de section $w \times t$, le moment d'inertie de la section droite vaut $J = wt^3/12$ et la section réduite d'effort tranchant vaut : $S_2 = 5S/6 = 5wt/6$. Dans ce cas, la raideur mesurée vaut donc :

$$f = \frac{F}{u_z} = 16 E \frac{wt^3}{L^3 \left(1 + \frac{48}{5} (1+\nu) \frac{t^2}{L^2} \right)} \quad (\text{A3.18})$$

A.3.2.2 Insertion d'un défaut de positionnement longitudinal

Cette fois-ci, les mêmes étapes de calcul sont répétées en introduisant un défaut de positionnement ε_x le long de l'axe de la poutre. Le système est hyperstatique d'ordre 2 (il n'y a plus de symétrie pour se ramener à une seule inconnue). On choisit donc arbitrairement 2 inconnues de liaison, à savoir dans notre cas F_A et M_A :

—— Équations de la statique ——

$$\begin{aligned} F_B &= F - F_A \\ M_B &= F_A L - F \left(\frac{L}{2} - \varepsilon \right) - M_A \end{aligned} \quad (\text{A3.19})$$

—— Efforts internes ——

On calcule ici l'effort tranchant T et le moment fléchissant M_f .

$$0 < x \leq \frac{L}{2} + \varepsilon_x : \begin{cases} T &= -F_A \\ M_f &= x F_A - M_A \end{cases} \quad (\text{A3.20})$$

$$\frac{L}{2} + \varepsilon_x < x \leq L : \begin{cases} T &= -F_A + F \\ M_f &= x (F_A - F) + F \left(\frac{L}{2} + \varepsilon_x \right) - M_A \end{cases} \quad (\text{A3.21})$$

—— Énergie de déformation ——

On néglige ici l'influence du cisaillement sur l'énergie interne de déformation.

$$W = \frac{1}{2} \int_0^L \frac{M_f^2}{EJ} dx = \frac{1}{2EJ} \left[\int_0^{\frac{L}{2} + \varepsilon_x} M_f^2 dx + \int_{\frac{L}{2} + \varepsilon_x}^L M_f^2 dx \right] \quad (\text{A3.22})$$

Le développement de cette intégrale permet d'exprimer W en fonction de F et des deux inconnues de liaison choisies, à savoir M_A et F_A :

$$\begin{aligned} 2EJW &= F_A F \left(\frac{-5L^3}{24} + \frac{3L^2 \varepsilon_x}{4} - \frac{L \varepsilon_x^2}{2} - \frac{\varepsilon_x^3}{3} \right) + F^2 \left(\frac{L^3}{24} - \frac{L^2 \varepsilon_x}{4} + \frac{L \varepsilon_x^2}{2} - \frac{\varepsilon_x^3}{3} \right) \\ &\quad + F_A^2 \left(\frac{L^3}{3} \right) + F M_A \left(\frac{L^2}{4} - L^2 \varepsilon_x + \varepsilon_x^2 \right) + M_A^2 (L) + F_A M_A (-L^2) \end{aligned} \quad (\text{A3.23})$$

——— Levée de l'hyperstatisticité ———

Les inconnues de liaison minimisent l'énergie de déformation interne ; on détermine donc les inconnues de liaison en dérivant l'équation A3.23 :

$$\frac{\partial W}{\partial F_A} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial W}{\partial M_A} = 0 \quad (\text{A3.24})$$

Les inconnues de liaison valent :

$$\begin{aligned} M_A &= F \left(\frac{L}{8} - \frac{\varepsilon_x}{4} - \frac{\varepsilon_x^2}{2L} + \frac{\varepsilon_x^3}{L^2} \right) \\ F_A &= F \left(\frac{1}{2} - \frac{3\varepsilon_x}{2L} + \frac{2\varepsilon_x^3}{L^3} \right) \end{aligned} \quad (\text{A3.25})$$

Compte tenu du fait que $\varepsilon_x \ll L$, on peut simplifier les équations A3.25 :

$$\begin{aligned} M_A &= F \left(\frac{L}{8} - \frac{\varepsilon_x}{4} \right) \\ F_A &= F \left(\frac{1}{2} - \frac{3\varepsilon_x}{2L} \right) \end{aligned} \quad (\text{A3.26})$$

L'énergie interne vaut donc, en utilisant les équations A3.23 et A3.26 :

$$W = \frac{F^2}{2EJ} \left[\frac{L^3}{192} - \frac{L\varepsilon_x^2}{16} \right] \quad (\text{A3.27})$$

——— théorème de Castigliano – calcul de la flèche ———

Enfin, le théorème de Castigliano permet de calculer la flèche à partir de l'énergie interne :

$$d = \frac{\partial W}{\partial F} = \frac{F}{EJ} \left(\frac{L^3}{192} - \frac{L\varepsilon_x^2}{16} \right) \quad (\text{A3.28})$$

Au final, la raideur mesurée f vaut donc :

$$f = \frac{192 EJ}{L^3 - 12 L\varepsilon_x^2} \quad (\text{A3.29})$$

Dans le cas d'une poutre de section rectangulaire $w \times t$:

$$f = 16 E \frac{wt^3}{L^3 \left(1 - 12 \frac{\varepsilon_x^2}{L^2} \right)} \quad (\text{A3.30})$$

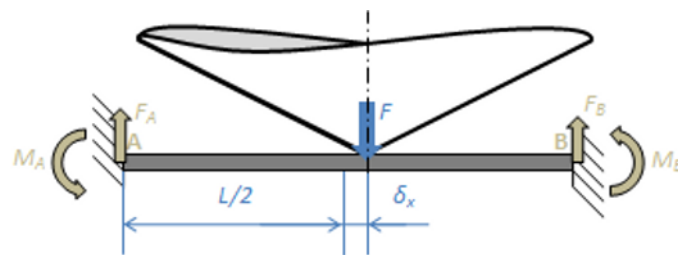


FIG. A3 - 3 – Schéma représentant l'application d'une charge F à une distance ε_x du centre d'une éprouvette doublement encastree de dimension $L \times w \times t$.

APPLICATION DE LA MICROFLEXION À LA CARACTÉRISATION ÉLECTROMÉCANIQUE DE MICRO-INTERRUPTEURS

A.4.1 Principe

La microflexion constitue un outil adapté à la mesure de la raideur de structures suspendues. Outre l'intérêt purement mécanique d'une telle technique, il est possible d'envisager le développement d'un outil dédié à la caractérisation spécifique de certaines catégories de MEMS : les micro-interrupteurs (ou *microswitches* en anglais). Ces derniers constituent en effet un sous-ensemble important des MEMS, avec un domaine d'applications potentielles extrêmement vaste.

Le principe de fonctionnement de ces interrupteurs est présenté en figure A4 - 4. La structure suspendue, mobile, est déformée jusqu'à venir en contact avec le substrat fixe. La force d'actionnement est volumique, d'origine électrostatique, magnétique, thermique ou encore piézoélectrique. La fonction d'interrupteur est assurée par le contact entre la partie mobile et une ligne électrique déposée sur le substrat. Une distinction est faite entre les contacteurs ohmiques (métal - métal) et les contacteurs capacitifs (métal - diélectrique - métal). Si l'on considère d'autre part que ces interrupteurs peuvent être utilisés en série ou en parallèle dans les circuits électriques (en particulier dans les circuits radiofréquence pour lesquels ils sont spécialement conçus), et que le déplacement de l'électrode mobile peut être soit latéral soit vertical, on obtient déjà un ensemble de $4 \times 2 \times 2 \times 2 = 32$ configurations possibles [Rebeiz 03]. La configuration la plus répandue reste toutefois le micro-commutateur à actionnement électrostatique.

Pour cette raison, la partie présentée ici s'appuie sur un tel micro-interrupteur à contact ohmique. D'autres exemples de réalisations technologiques peuvent être trouvés par ailleurs [Muldavin 02, McCarthy 02]. Un tel actionnement nécessite l'insertion d'un diélectrique entre l'électrode mobile et l'électrode d'actionnement de manière à assurer l'absence de transfert de charge entre elles⁴⁰.

A.4.2 Actionnement électrostatique

Voici les équations illustrant le principe d'un actionnement électrostatique. La force provoquant le déplacement de l'électrode mobile est l'attraction coulombienne ayant lieu entre charges électriques de signes opposés. La génération de la force est liée à l'énergie stockée W_e , déduite de la capacité C :

$$W_e = \frac{CV^2}{2} \quad \text{et} \quad F_{\text{élec}} = -\nabla W_e \quad (\text{A4.1})$$

où V est la différence de potentiel appliquée entre les deux électrodes. Pour obtenir des forces exploitables sans avoir à appliquer des tensions de plusieurs centaines de volts, la distance

⁴⁰Ce diélectrique peut être une couche d'air si la conception de l'interrupteur interdit physiquement tout contact entre ces deux électrodes.

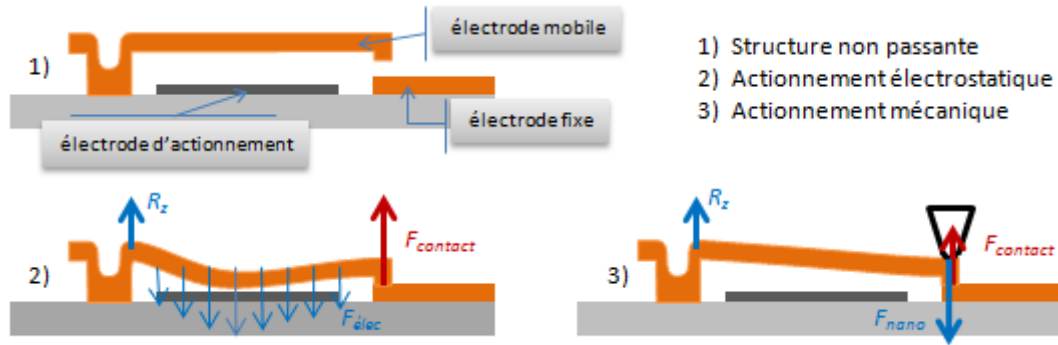


FIG. A4 - 4 – Principe de l'utilisation d'un essai de microflexion pour la caractérisation électrique d'un micro-contact ohmique entre une électrode mobile (poutre encastree-libre) et une électrode fixe.

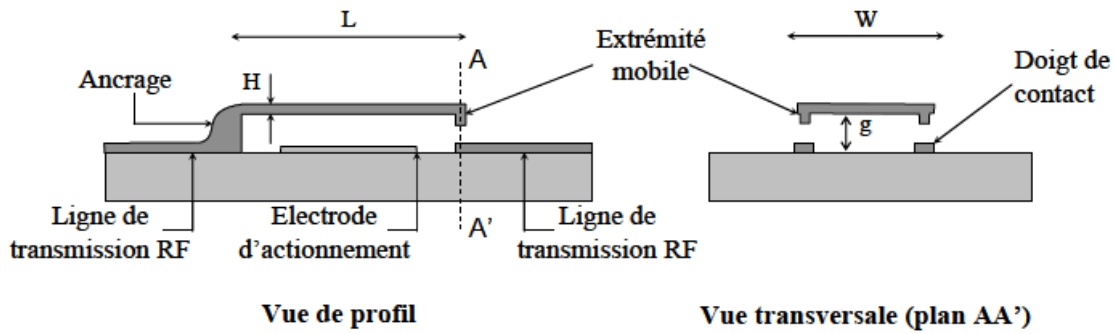


FIG. A4 - 5 – Schéma de principe d'un microinterrupteur développé par le laboratoire XLIM. l'électrode d'actionnement permet de créer une force d'attraction sur la partie suspendue qui provoque un contact électrique sur la ligne intitulée « ligne de transmission RF » (ce microsysteme est développé pour des applications radio-fréquence) [Pothier 03]

entre les deux électrodes doit être extrêmement faible. Toutefois, une distance minimale est à respecter, donnée par le champ de claquage du milieu séparant les deux électrodes. S'il s'agit de l'air, ce champ est estimé à 1×10^6 V/cm pour des distances inférieures à 500 μ m.

Lorsque les deux électrodes sont en vis-à-vis, la capacité C , qui est inversement proportionnelle à la distance entre les deux électrodes, s'exprime par la relation suivante :

$$C = \varepsilon \frac{S}{d - x} \quad (\text{A4.2})$$

où ε est la permittivité du milieu séparant les deux électrodes, S la surface en regard et $(d - x)$ la distance les séparant. La force $F_{\text{elec}}(x)$ exercée sur l'électrode mobile est donc, en combinant les équations A4.1 et A4.2 :

$$F_{\text{elec}}(x) = \frac{\varepsilon S V^2}{2(d - x)^2} \quad (\text{A4.3})$$

Pour obtenir un ordre de grandeur des forces en jeu, considérons le microinterrupteur ohmique développé par le laboratoire XLIM dont le schéma de fonctionnement est présenté en figure A4 - 5. Dans ce cas, il y aura contact mécanique si la force électrostatique devient supérieure à la force nécessaire pour imposer une flèche au cantilever égale à la hauteur au repos de la structure⁴¹. Dans une configuration actionnée, la distance entre les deux électrodes est minorée par l'épaisseur du diélectrique. Pour une épaisseur de cette couche de diélectrique de 300 nm, la force électrostatique exercée sur une surface représentative de $200 \times 50 \mu\text{m}^2$ par une différence de potentiel « raisonnable » de $V = 30 \text{ V}$ sera d'environ $F_{\text{elec}} = 440 \mu\text{N}$.

D'autre part, plusieurs études ont montré qu'un micro-interrupteur présente un fonctionnement optimal pour des raideurs apparentes comprises entre 20 et 40 N/m au niveau du contact électrique. Ainsi, si l'on considère une raideur $k = 30 \text{ N/m}$, pour une flèche $d_z = 2 \mu\text{m}$ à l'extrémité de l'électrode suspendue, la force de rappel induite par cette raideur sera : $R_z = kd_z \approx 60 \mu\text{N}$.

Avec l'équilibre de la structure suspendue, il est alors possible d'obtenir la valeur de la force de contact appliquée sur les aspérités :

$$F_{\text{elec}} + R_z + F_{\text{contact}} = 0 \quad \Rightarrow \quad F_{\text{contact}} \approx 380 \mu\text{N}$$

L'équation A4.3 est toutefois très loin de rendre compte de la réalité technologique du microinterrupteur, et ne permet qu'un premier dimensionnement de la structure. En effet, il est tout d'abord extrêmement difficile d'assurer le parallélisme des deux électrodes, la distance ($d - x$) étant alors variable. Cette distance dépend également de la déformée de la structure mobile, qui elle-même est fortement dépendante de la qualité de l'encastrement et de la hauteur d'éventuels plots de contact. De plus, le diélectrique placé entre les deux électrodes se charge progressivement lorsque le microsystème est activé, induisant des dérives dans la permittivité ε . La complexité du système réel est illustré avec le schéma A4 - 4-2.

A.4.3 La force de contact, un paramètre difficilement maîtrisable

Ces remarques sur la complexité du mécanisme régissant les forces de contact demeurent vraies quelle que soit la nature des forces d'actionnement utilisées. En réalité, la qualité et la fiabilité du contact électrique constituent encore deux verrous technologiques, ce qui explique la très faible quantité de micro-interrupteurs opérationnels disponibles commercialement [Radant 09, Wispry 09]. Des solutions techniques trop onéreuses ne peuvent être rentables sur le long terme, comme l'illustre la faillite récente de la société Teravicta [Teravicta 09].

⁴¹Avoir un contact mécanique n'implique pas nécessairement un contact électrique. En effet, les aires de contact peuvent être trop faibles, donc la résistivité trop importante pour avoir un transfert de charges électriques entre les deux aspérités de contact. Il sera alors nécessaire d'augmenter la force d'actionnement pour avoir des pressions suffisantes pour agrandir, par déformation des aspérités, l'aire effective de contact et donc pour diminuer sa résistivité électrique.

Parmi les difficultés de caractérisation de ces interrupteurs, on peut citer la mauvaise maîtrise des forces de contact, qui, de plus, restent bien souvent limitées à quelques centaines de microNewtons. Une telle force ne permet pas d'assurer une aire de contact suffisante à la bonne propagation des électrons entre les deux électrodes. En conséquence, les résistances de contact effectives sont en général bien plus élevées que celles prédites, induisant des pertes importantes dans le signal électrique, et l'activation de mécanismes de défaillance plus sévères que prévu (échauffement par effet Joule, fluage des aspérités, soudure des électrodes par arc électrique,...).

Deux actions sont donc nécessaires pour optimiser la conception des micro-interrupteurs :

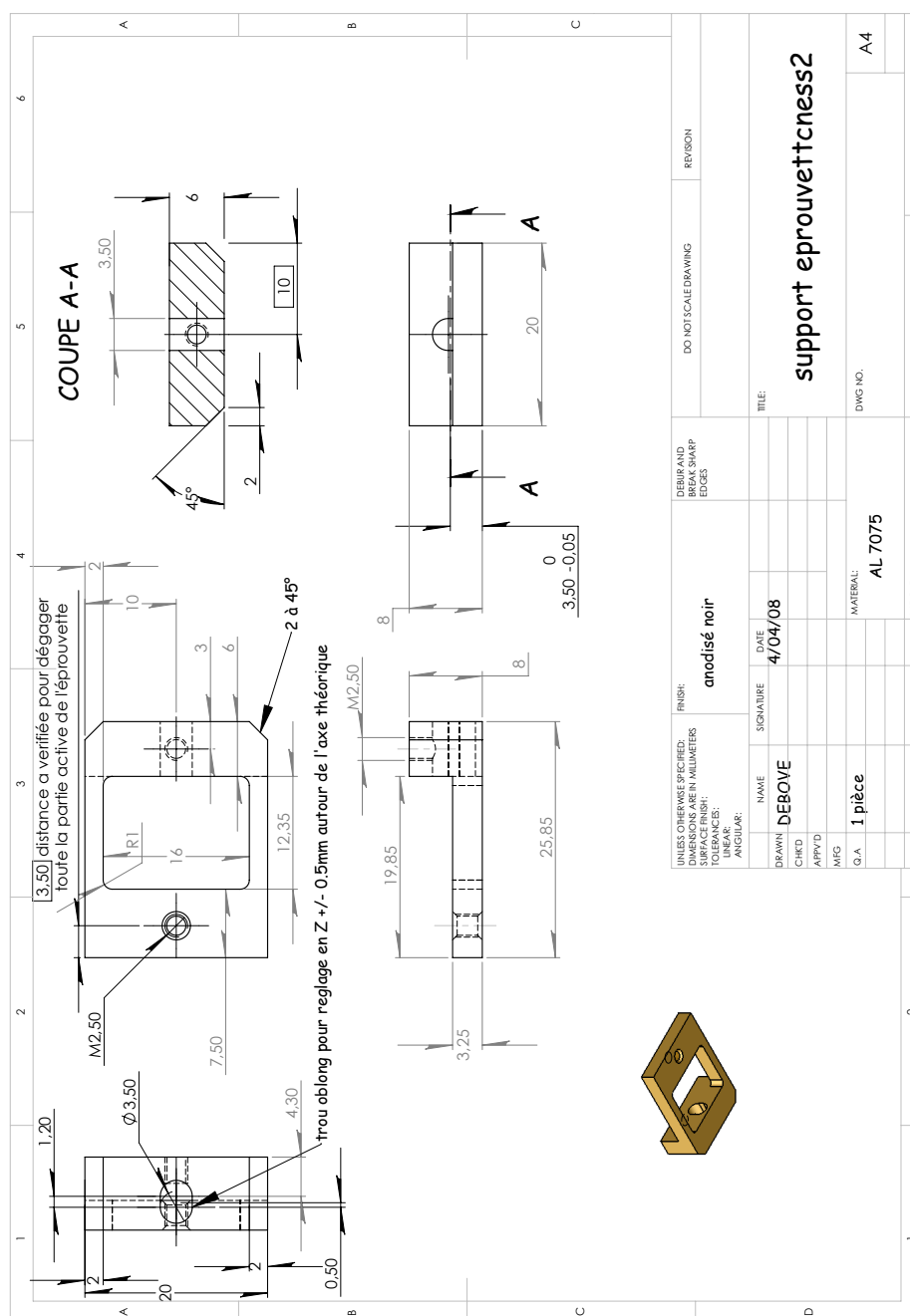
1. une meilleure détermination de la force de contact disponible en fonction du type d'actionnement choisi. En particulier, les hypothèses de la résistance des matériaux classique se trouvent bien souvent mises en défaut, et une simulation par éléments finis s'avère nécessaire,
2. une étude précise du comportement du contact, comportant en particulier une étude des phénomènes physiques entrant en jeu et l'obtention de la résistance électrique en fonction de l'intensité du courant électrique et de la force appliquée $R_c = f(I, F_{\text{contact}})$.

A.4.4 La microflexion comme outil de caractérisation de la structure suspendue

La caractéristique $R_c = f(I, F)$ demeure actuellement difficilement prévisible en raison du rôle fondamental joué par la taille et le nombre des aspérités de contact. Ces dernières dépendent de la rugosité initiale du contact lors des premiers cycles, et très vite de la nature des matériaux et des conditions dans lesquelles a été actionné l'interrupteur lors des cycles précédents. Pour toutes ces raisons, il s'avère aujourd'hui nécessaire de disposer d'un outil de caractérisation expérimental donnant accès, de manière précise, à la mesure de cette caractéristique.

L'utilisation de la pointe du nanoindenteur comme d'un actionneur mécanique pour venir appliquer une charge connue, et reproductible, sur le contact électrique permet ainsi de décorrélérer l'étude du contact à proprement parler des problèmes de transmission de la force d'actionnement à la zone de contact électrique. Cette technique de caractérisation permet donc de venir étudier les caractéristiques du contact électrique en fonction de la force d'actionnement, comme illustré en figure A4 - 4. De plus, elle permet la réalisation d'une mesure précise de la raideur apparente de la structure suspendue, qui est primordiale pour déterminer la relation entre la force d'actionnement et la force appliquée sur le contact électrique. Ce dernier point permet de tracer non plus $R_c(I, F_{\text{contact}})$ mais directement $R_c = f(I, F_{\text{actionnement}})$.

DESSINS DE DÉFINITION DES MORS OPTIMISÉS POUR LA MICROTRACTION



ESSAI DE TRACTION : MAÎTRISE DES MESURES DE DÉPLACEMENT

Cette annexe présente les différentes solutions retenues pour prendre en compte des éventuels déplacements parasites dans la mesure de déplacement réalisée à l'aide des interféromètres laser, et les erreurs pouvant être commises sur une mesure d'extensométrie optique.

Un premier calcul présente la limitation des risques d'un glissement dans les mors, un protocole expérimental adapté pour détecter la présence d'un éventuel défaut dans le montage de l'éprouvette sur le banc de traction est ensuite exposé. Un calcul analytique est présenté pour la prise en compte des déformations de la partie non-utile de l'éprouvette.

Enfin, l'utilisation d'une mesure locale de déplacement à l'aide d'un extensomètre optique peut également s'accompagner d'erreurs sur l'évaluation du champ des déformations.

A.6.1 Limitation du risque de glissement

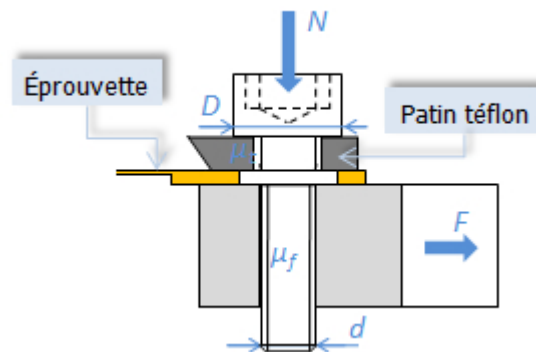


FIG. A6 - 1 – Schéma illustrant le système de préhension actuel des éprouvettes sur la platine de microtraction développée dans le cadre de cette étude (représentation d'un mors et d'une demi-éprouvette).

Le système de serrage utilisé sur la platine développée dans le cadre de ce projet utilise deux patins en téflon pour assurer la préhension mécanique des éprouvettes, comme présenté en figure A6 - 1. Typiquement, un contact métal/téflon possède un coefficient de frottement $f = 0,05$. Dans ce cas, en appliquant simplement la loi de Coulomb, l'adhérence dans les mors est assurée tant que la tangente de l'angle φ (c'est-à-dire le rapport de l'effort normal N sur la force de traction F , tangentielle) n'excède pas f :

$$\tan(\varphi) = \frac{F}{N} \leq f \Rightarrow N \geq \frac{F}{f} \quad (\text{A6.1})$$

Soit, si l'on considère $F = 20 \text{ N}$ – la force maximale admissible par la platine dans son état actuel – l'effort minimal de serrage à appliquer vaut $N = 400 \text{ N}$. Si l'on considère la formule semi-empirique de Kellerman et Klein [Kellermann 09], il est possible de calculer le couple de

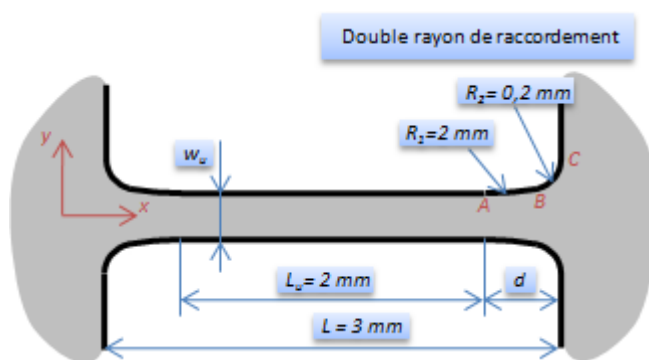


FIG. A6 - 2 – Géométrie d'éprouvette à double congé de raccordement. R_1 et R_2 sont les rayons des congés de raccordement, x_B est l'abscisse du point de raccordement B, d est la longueur de transition. w_u et L_u sont respectivement la largeur et la longueur de la partie utile. La longueur totale L vaut : $L = L_u + 2d$.

serrage C_s correspondant à cet effort normal de serrage, en prenant en compte les frottements dans le filet μ_f et sous la tête de la vis μ_t (considérés ici égaux à f) :

$$C_s = \left(\frac{\text{pas}}{2\pi} + 0,583 d \mu_f + \frac{D \mu_t}{2} \right) \cdot N \Rightarrow C_s \approx 0,1 \text{ N m}$$

où d est le diamètre nominal de la vis de serrage et D son diamètre sous tête. Même si la mesure exacte du couple de serrage n'a pas été effectuée, il est raisonnable de penser qu'un tel couple, qui nécessite l'application d'une force de 10 N avec un bras de levier de 1 cm (longueur correspondant à la configuration de serrage avec une clé à six pans creux) est très largement atteint lors de la mise en place de l'éprouvette. Ainsi, le glissement dans les mors ne constitue plus un problème majeur lors d'essais de traction sur couches minces, d'autant plus que les forces appliquées lors d'essais réalisés sur des couches minces autoportantes sont en général au moins trois ordres de grandeur plus faibles.

Si des systèmes bicouches {cuivre ; polymère} ont présenté une force ultime de 15 N ($e_{\text{Cu}} = 8,5 \mu\text{m}$ et $e_{\text{Poly}} = 50 \mu\text{m}$), la rupture des éprouvettes autoportantes en aluminium ($e_{\text{Al}} = 0,5 \mu\text{m}$) n'a nécessité qu'une force de 0,035 N.

A.6.2 Déformation des parties non-utiles : modélisation analytique

Les équations suivantes présentent la méthode ayant mené à l'estimation de la fonction Γ permettant de calculer la longueur équivalente L_{eq} utilisée dans l'expression de la loi de Ramberg-Osgood (chapitre II.3.1.2).

Compte tenu de la symétrie, nous considérons une demi-éprouvette : la fonction $w(x)$ s'exprime ainsi ($x = 0$ en A, *confer* figure A6 - 2) :

$$w(x) = \begin{cases} w_u & \text{pour } -\frac{L_u}{2} \leq x < 0 \\ w_u + 2 \left(R_1 - \sqrt{R_1^2 - x^2} \right) & \text{pour } 0 \leq x < x_B \\ w_u + 2 \left(y_1 + y_2 - \sqrt{(d-x)(x-d+2R_2)} \right) & \text{pour } x \geq x_B \end{cases} \quad (\text{A6.2})$$

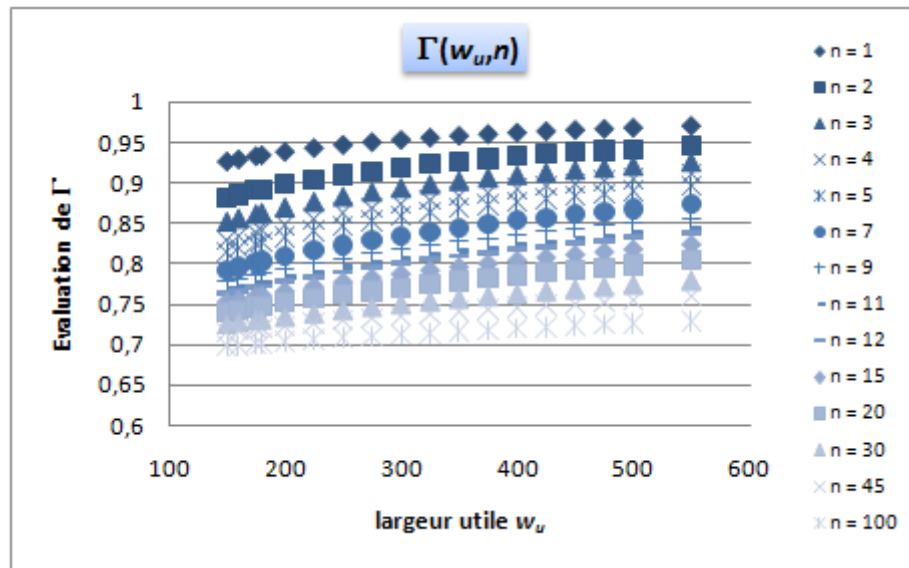


FIG. A6 - 3 – Évaluation de la fonction $\Gamma(w_u, n)$ pour différentes valeurs de la largeur utile et du coefficient d'écroutissage. Lorsque $\Gamma = 1$, $L_{eq} = L$.

avec x_B , y_1 et y_2 trois constantes qui valent :

$$x_B = R_1 \frac{R_1 - R_2}{d - R_2}$$

$$y_1 = R_1 - R_1 \sqrt{1 - \frac{(d - R_2)^2}{(R_1 - R_2)^2}}$$

$$y_2 = \frac{R_2}{R_1 - R_2} \sqrt{(R_1 - d)(d + R_1 - 2R_2)}$$

L'équation II3.3 se décompose donc en une somme d'une constante – la partie utile – et de deux intégrales, pour chacun des deux rayons R_1 et R_2 .

Le calcul de cette intégrale ne présentant pas de solution analytique simple, l'évaluation de $\Gamma(w_u, n)$ a été faite pour plusieurs largeurs w_u et pour plusieurs valeurs de n à l'aide de la méthode des rectangles. La fonction $w(x, w_u)$ étant monotone suivant x , l'erreur commise par l'approximation numérique peut être bornée en faisant un calcul approché par rectangle inférieur d'une part, et par rectangle supérieur d'autre part. En prenant un pas constant de 0,1 μm , l'erreur ainsi commise ne dépasse pas 0,05 %. L'évaluation de la fonction est présentée en figure A6 - 3.

L'équation II3.4 montre qu'une longueur équivalente L_{eq} peut être considérée pour extraire les propriétés mécaniques de la caractéristique force-allongement mesurée par microtraction. Dans le cas où la déformation résiduelle est suffisante, la longueur équivalente $L_{eq} = L\Gamma(w_u, 1)$ peut être prise pour la contrainte représentative σ_r considérée telle que $\varepsilon_e = \varepsilon_p$. Un polynôme $G(w_u)$ de degré 3 constitue une très bonne estimation de $\Gamma(w_u, 1)$ pour w_u variant entre 150 μm et 550 μm , comme illustré en figure A6 - 4. Les valeurs détaillées des coefficients de $G(w_u)$ sont présentées dans la table A6 - a :

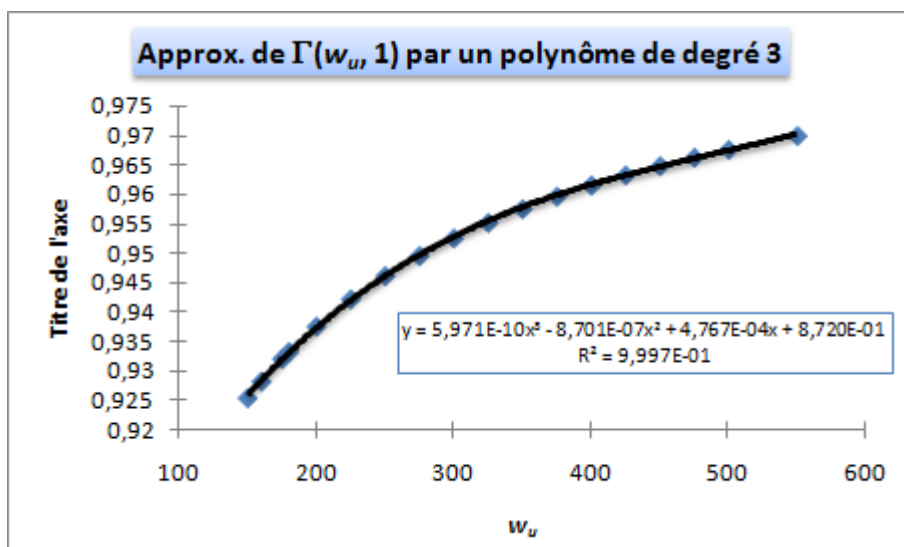


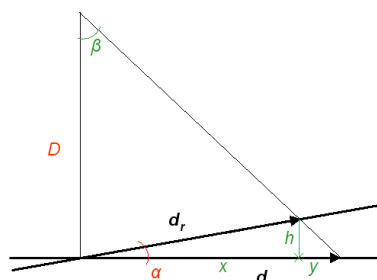
FIG. A6 - 4 – Approximation de la fonction $\Gamma(w_u, 1)$ par un polynôme de degré 3, et coefficients associés.

TAB. A6 - a – Valeurs numériques des coefficients du polynôme $G(w_u) = a w_u^3 + b w_u^2 + c w_u + d$

a	$5,971\ 173\ 747 \times 10^{-10}$	c	$4,767\ 125\ 735 \times 10^{-4}$
b	$-8,700\ 866\ 782 \times 10^{-7}$	d	$0,871\ 965\ 246\ 4$

A.6.3 Extensométrie optique : erreur de parallaxe

FIG. A6 - 5 – Calcul de l'erreur de mesure entre d et d_r



Pour calculer l'erreur introduite par un angle α dans la mesure de déplacement, un calcul trigonométrique permet d'obtenir la relation entre l'erreur de mesure et l'angle α , la distance de travail D entre le système optique et l'objet, et la longueur mesurée d_r , illustrée sur la figure A6 - 5.

On pose $d = x + y$ avec $x = d_r \cos \alpha$ et $y = d_r \sin \alpha \tan \beta$. D'autre part, $\tan \beta = d/D$ et donc :

$$d = f(d_r) = g(d_r, \alpha, D) = d_r \times \frac{\cos \alpha}{1 - \frac{d_r}{D} \sin \alpha} \quad (\text{A6.3})$$

Dans le cas du système HIROX (modèle KH-7700, équipé d'une lentille OL-350 (II)) utilisé pour l'observation des éprouvettes de microtraction développées dans le cadre de ce projet, il est possible d'estimer l'erreur introduite sur la mesure de distance par un angle parasite.

La mesure s'effectue avec un grossissement $\times 350$. Dans cette configuration, la distance de travail D vaut 11 mm et la distance maximale mesurable d_r est limitée par le diamètre du champ observable, à savoir dans ce cas 880 μm . La détermination de l'erreur angulaire peut être estimée à l'aide de la profondeur de champ h . En effet, il est possible d'utiliser comme critère angulaire le fait d'avoir une image nette sur l'ensemble du champ — critère qui est utilisé effectivement lors de la mise en oeuvre des essais. Cette profondeur, estimée expérimentalement à 35 μm , peut introduire une erreur angulaire d'environ $2,5^\circ$. Dans ce cas, l'erreur maximale commise sur la mesure de distance, en bord de champ, vaut approximativement 0,25 %.

Pour une mesure de déformation, la dérivée partielle de l'équation A6.3 permet d'estimer l'erreur faite sur la déformation ε en utilisant un développement de Taylor au premier ordre :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = \frac{f'(d_r)}{f(d_r)} \Delta d_r \quad \Rightarrow \quad \frac{\varepsilon}{\varepsilon_r} = \frac{f'(d_r)}{f(d_r)} d_r \quad (\text{A6.4})$$

Ce qui permet d'avoir :

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_r} = \left[d_r \left(1 - \frac{d_r}{D} \sin \alpha \right) \right]^{-1} = \frac{d}{d_r} \cos \alpha \quad (\text{A6.5})$$

Dans le cadre des erreurs angulaires admissibles lors de l'essai ($\alpha \leq 2,5^\circ$), l'erreur sur les déformations est égale celle commise sur les distances, à savoir ici 0,25 %.

Concernant le module d'élasticité, la loi de Hooke (équation I3.34) permet d'écrire :

$$\frac{dE}{E} = -\frac{d\varepsilon}{\varepsilon}$$

L'estimation du module d'élasticité se verra affectée d'une erreur de 0,25 %.

Annexe 7

ESSAI DE TRACTION : CARACTÉRISATION THERMIQUE

Cette annexe regroupe les différents graphiques issus de la campagne de caractérisation thermique du banc de microtraction. Cinq thermocouples ont été introduits dans l'enceinte pour évaluer les températures de l'éprouvette, du capteur de force, des températures au niveau des têtes interférométriques.

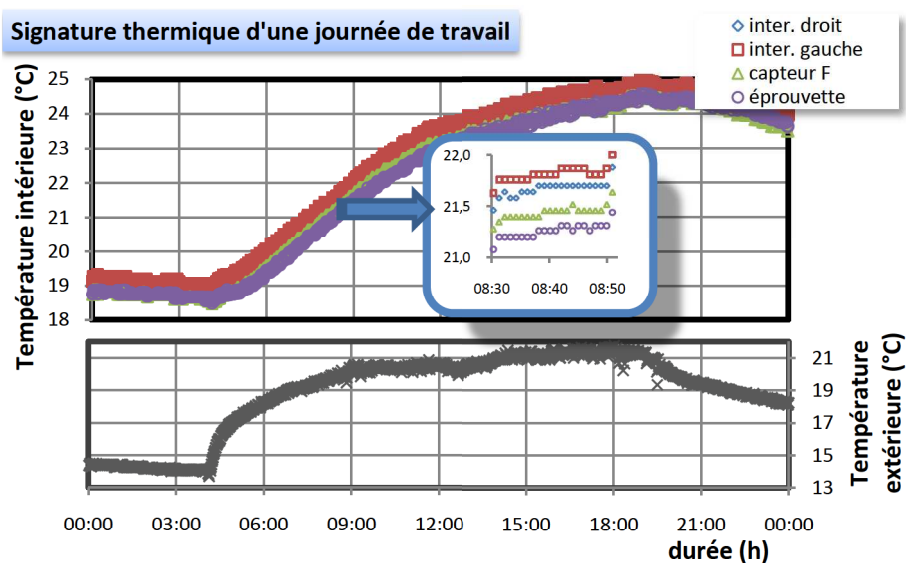


FIG. A7 - 6 – Caractérisation thermique n°1 – Enregistrement de la température au cours d'une journée de travail représentative.

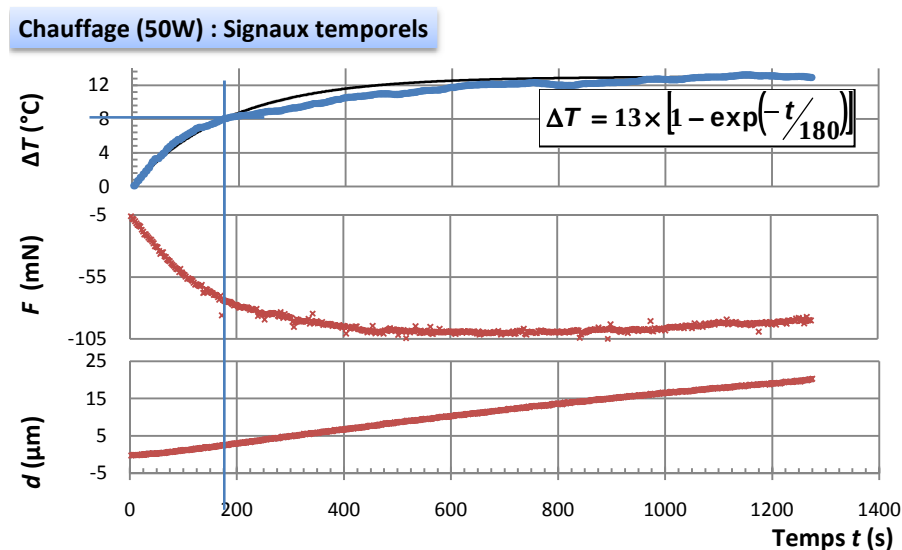


FIG. A7-7 – Caractérisation thermique n°2 – Cycles thermiques dans l'enceinte (représentation de la deuxième rampe de charge) et influence sur les capteurs de force et de déplacement. L'échauffement peut être assimilé à une fonction exponentielle « classique », de la forme $\Delta T = A (1 - \exp(-\frac{t}{\tau}))$, au contraire des réponses des deux capteurs.

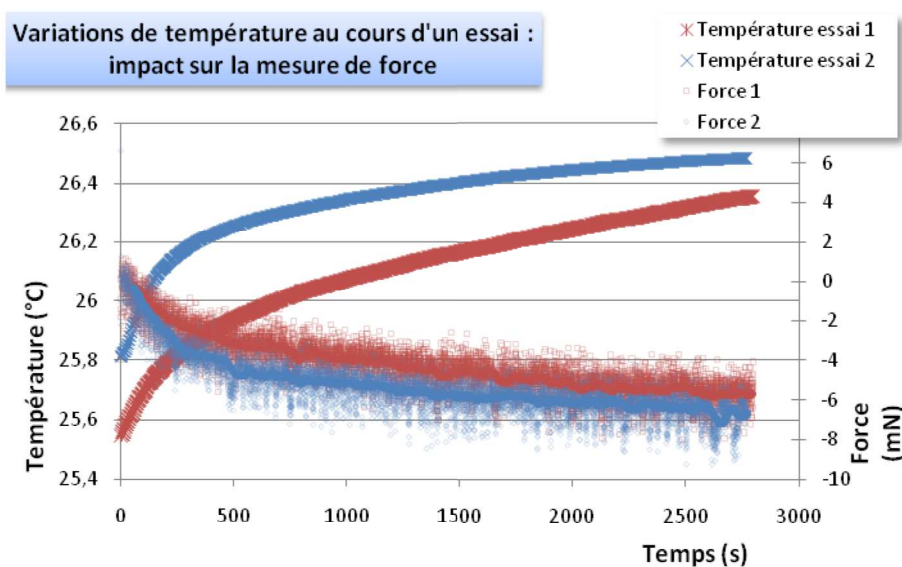


FIG. A7-8 – Caractérisation thermique n°3 – Variations enregistrées lors d'un essai de microtraction (à vide). Impact des variations de température sur les niveaux de force et comparaison avec bruit de mesure.

MICROTRACTION : TRAITEMENT DES DONNÉES

A.8.1 Filtre à réponse impulsionnelle finie

Cette annexe présente les caractéristiques du filtre numérique appliqué sur les données issues des essais de microtraction réalisés sur les éprouvettes d'aluminium. En effet, les niveaux de force enregistrés ne dépassent pas 8 % de l'amplitude du capteur de force, et les signaux sont en conséquence fortement bruités.

Le filtre est appliqué sur les mesures brutes du canal de force, après l'étape de recalage des courbes. Le domaine élastique et la transition élastoplastique sont tout d'abord identifiés, puis le filtre est appliqué à partir du début de la déconsolidation.

La structure du filtre numérique est un filtre à réponse impulsionnelle finie (filtre RIF), non causal, utilisant un ensemble $N = 80$ échantillons.

L'expression du canal de force filtré est la suivante :

$$\forall i \in [14, n_{tot}], F_i = c_0 _f_i + \sum_{j=1}^{N/2-1} c_j (_f_{i-j} + _f_{i+j}) \quad (\text{A8.1})$$

où les c_j sont les coefficients présentés dans la table A8 - a et les $_f_i$ sont les points du canal de force non filtré.

TAB. A8 - a – Coefficients numériques du filtre RIF.

c_0	c_1	c_2	c_3	c_4
0,021 206 642	0,021 184 846	0,021 119 541	0,021 010 966	0,020 859 525
c_5	c_6	c_7	c_8	c_9
0,020 665 775	0,020 430 433	0,020 154 365	0,019 838 588	0,019 484 263
c_{10}	c_{11}	c_{12}	c_{13}	c_{14}
0,019 092 689	0,018 665 298	0,018 203 652	0,017 709 43	0,017 184 425
c_{15}	c_{16}	c_{17}	c_{18}	c_{19}
0,016 630 536	0,016 049 759	0,015 444 178	0,014 815 955	0,014 167 322
c_{20}	c_{21}	c_{22}	c_{23}	c_{24}
0,013 500 575	0,012 818 055	0,012 122 146	0,011 415 264	0,010 699 843
c_{25}	c_{26}	c_{27}	c_{28}	c_{29}
0,009 978 325	0,009 253 156	0,008 526 766	0,007 801 569	0,007 079 945
c_{30}	c_{31}	c_{32}	c_{33}	c_{34}
0,006 364 234	0,005 656 725	0,004 959 651	0,004 275 172	0,003 605 373
c_{35}	c_{36}	c_{37}	c_{38}	c_{39}
0,002 952 256	0,002 317 727	0,001 703 593	0,001 111 556	0,000 543 202

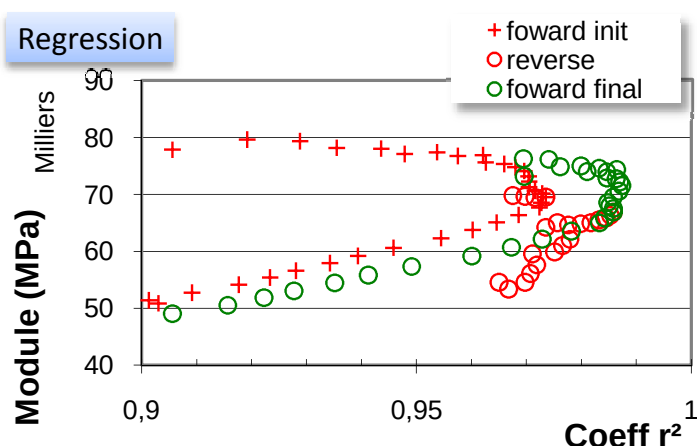


FIG. A8 - 1 – Tracé des valeurs de E en fonction du coefficient de corrélation linéaire r^2 . (éprouvette 1500w3-1).

A.8.2 Incertitudes de type B sur les régressions linéaires

Les déterminations du module d'élasticité et du coefficient d'écrouissage nécessitent la réalisation d'une régression sur une portion de la courbe caractéristique. Le choix de cette portion représentative induit une modification dans l'estimation du paramètre. Cette régression permet l'obtention d'une estimation de la grandeur X (notée $\bar{X}$) et d'une incertitude-type notée $\varsigma(X)$.

Nous proposons ici une méthode qualitative pour fournir une estimation de l'incertitude de type B liée à une telle détermination de la grandeur X : la plage est sélectionnée pour maximiser le coefficient de régression linéaire r^2 . Le graphique A8 - 1 présente ce coefficient en fonction de la valeur du coefficient directeur $\bar{X}$ de la régression. En d'autre terme, il présente la vraisemblance des différentes valeurs possibles prises par $\bar{X}$ en fonction de la plage de données considérée. La plage d'incertitude est déterminée de manière graphique, soit à partir d'un point d'inflexion ou d'un extrémum local de $\bar{X}(r^2)$.

L'incertitude de type B totale $U_b(X)$ retenue pour le calcul de l'incertitude composée élargie finale est la moyenne de ces incertitudes déterminées sur chacun des essais.

A.8.3 Méthode de Student

La détermination de l'incertitude statistique (incertitude de type A) de mesure sur un faible nombre d'échantillons nécessite un élargissement de l'incertitude type. Nous utilisons la méthode de Student, qui propose une estimation de cette incertitude élargie sous la forme suivante :

$$U_a(X) = k_{\%} \frac{\varsigma(X)}{\sqrt{N}} \quad (\text{A8.2})$$

où $\varsigma(X)$ est l'écart-type mesuré, N le nombre d'échantillon et $k_{\%}$ un coefficient qui évolue en fonction du pourcentage de confiance voulu et du nombre d'échantillon. Les différentes valeurs possibles pour ce paramètres sont données dans le tableau A8 - b.

TAB. A8 - b – Coefficient $k_{\%}$ en fonction du nombre d'échantillons disponibles et de l'intervalle de confiance désiré.

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
t_{95}	12,7	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,31	2,26
t_{99}	63,7	9,93	5,84	4,60	4,03	3,71	3,50	3,36	3,25
n	12	14	16	18	20	30	50	100	∞
t_{95}	2,20	2,16	2,13	2,11	2,09	2,04	2,01	1,98	1,96
t_{99}	3,11	3,01	2,95	2,90	2,86	2,76	2,68	2,63	2,57
q_{99}	0,28	0,24	0,21	0,19	0,18	0,12			

Ainsi, l'incertitude totale ΔX sur la mesure d'une grandeur X vaut :

$$\Delta X = \sqrt{U_a(X)^2 + U_b(X)^2} \quad (\text{A8.3})$$

LOI DE HOLLOMON : DÉFORMATION MAXIMALE AVANT UNE INSTABILITÉ PLASTIQUE

La loi de Hollomon peut s'écrire sous la forme⁴² :

$$\sigma_v = K_H \varepsilon_v^n \quad (\text{A9.1})$$

où K_H est une constante possédant la dimension d'une pression, et n le coefficient d'écrouissage. σ_v et ε_v sont la contrainte et la déformation dites rationnelles de la caractéristique issue de l'essai de traction :

$$\begin{aligned} \varepsilon_v &= \ln(1 + \varepsilon) \\ \sigma_v &= (1 + \varepsilon) \sigma \end{aligned} \quad (\text{A9.2})$$

Ainsi, si l'on considère le point de contrainte maximale $(\varepsilon_m, \sigma_m)$ atteint avant l'occurrence d'une instabilité plastique — en nominal —, il est possible d'écrire :

$$\left. \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right|_{\varepsilon_m} = 0 \quad (\text{A9.3})$$

or, si l'on dérive la loi A9.1 en utilisant les définitions A9.2, on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma}{d\varepsilon} &= \frac{d}{d\varepsilon} \left(\frac{K_H}{1 + \varepsilon} \varepsilon_v^n \right) \\ &= -\frac{K_H \varepsilon_v^n}{(1 + \varepsilon)^2} + \frac{K_H n \varepsilon_v^{n-1}}{1 + \varepsilon} \frac{d\varepsilon_v}{d\varepsilon} \\ &= \varepsilon_v - n \end{aligned} \quad (\text{A9.4})$$

Enfin, la combinaison des équations A9.2 et A9.4 montre que la contrainte maximale σ_m est atteinte pour une déformation rationnelle qui vaut :

$$\varepsilon_v = n \quad (\text{A9.5})$$

Au delà, il y a nécessairement diminution de la contrainte nominale avec l'augmentation de la déformation subie, et donc instabilité plastique.

⁴²Il s'agit d'une forme approchée de la loi de Ramberg-Osgood présentée dans le paragraphe I.2.2.2 qui néglige la part de déformation élastique dans un matériau possédant une forte capacité à se déformer plastiquement.

RESUME

Le développement des micro- et nano- technologies est aujourd'hui dépendant de la connaissance du comportement mécanique des couches minces constitutives de ces dispositifs. La caractérisation expérimentale des matériaux est primordiale car les propriétés mécaniques se trouvent, à une telle échelle, fortement dépendantes de l'historique de la couche et de sa microstructure. D'autre part, la mise en œuvre de ces couches minces est multiple. Cette thèse présente une approche transversale, s'articulant autour de techniques de nanoindentation, pour caractériser des couches déposées sur substrat, et de traction uniaxiale applicable à des couches minces autoportantes d'épaisseur submicronique. Elle s'appuie notamment sur un concept de platine de microtraction nomade qui a été amélioré et évalué à l'aide d'une mise en œuvre sur des éprouvettes en aluminium pulvérisé d'épaisseur variant entre 700nm et 1,5µm et des éprouvettes d'or électrolytique de 4µm d'épaisseur.

MOTS CLES : Couches minces, structures autoportantes, caractérisation mécanique, microtraction, nanoindentation, microflexion, aluminium pulvérisé, or électrodéposé, module d'élasticité, écrouissage, endommagement, microstructure.

SUMMARY

The development of micro- and nano- technologies is strongly correlated with the knowledge of the mechanical behavior of constitutive thin coatings. Experimental characterization is mandatory insofar as mechanical properties, at such a scale, are dependent of microstructural features and its history. Moreover, there are numerous implementations of thin coatings. This thesis reports a transversal approach, based on nanoindentation setup, in order to address the characterization of coatings deposited on substrate, and on uniaxial tensile tests for freestanding specimens with a thickness less than the micrometer. Particularly, it lies on an itinerant microtensile apparatus, improved and evaluated during this work through campaigns performed on sputtering aluminium with thicknesses down to 700nm and 4µm thick electroplated gold.

KEY WORDS : Thin coatings, freestanding specimen, mechanical characterization, microtensile test, nanoindentation, microbending test, sputtering aluminum, electrodeposited gold, Young's modulus, strain hardening, damage, microstructure.

NOVA MEMS, 10 Avenue de l'Europe, 31520 Ramonville Saint-Agne, France

CNES, DCT/AQ/LE, 18 Avenue Edouard Belin, 31401 Toulouse, France

SIMaP, INPG, D. U., BP 75, 38402 St. Martin d'Hères, France