



Développement d'un banc de test par gonflement de membranes destiné à la caractérisation mécanique de matériaux déposés en films minces

Hicham Youssef

► To cite this version:

Hicham Youssef. Développement d'un banc de test par gonflement de membranes destiné à la caractérisation mécanique de matériaux déposés en films minces. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2011. Français. NNT : . tel-00720388

HAL Id: tel-00720388

<https://theses.hal.science/tel-00720388>

Submitted on 24 Jul 2012

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.



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présentée et soutenue par :
Hicham YOUSSEF

Le mercredi 2 novembre 2011

Titre :

Développement d'un banc de test par gonflement de membranes destiné à la caractérisation mécanique de matériaux déposés en films minces

ED GEET : Micro et Nanosystèmes

Unité de recherche :
LAAS - CNRS

Directeur(s) de Thèse :
Robert PLANA, UPS Toulouse
André FERRAND, INSA Toulouse

Rapporteurs :
Pascal LAFON, UTT Troyes
Didier REMOND, INSA Lyon

Autre(s) membre(s) du jury :
Thierry CAMPS, UPS Toulouse
Patrick PONS, LAAS - CNRS
Bertrand RIVES, Airbus

A mes parents et tous mes proches....

A Saloua, Khadija et Myriam....

AVANT-PROPOS

Ce mémoire est l'œuvre d'un travail effectué au sein du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS) du Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) de Toulouse, au sein du groupe Micro et Nanosystèmes pour les Communications sans fils (MINC).

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Raja CHATILA et Jean-Louis SANCHEZ, Directeurs du LAAS pour m'avoir accueilli dans le laboratoire et également pour la bienveillance qu'ils m'ont manifestée.

Je remercie Monsieur Robert PLANA, Professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, et responsable du groupe MINC (Micro et Nano-systèmes pour les Communications sans fil) d'avoir dirigé cette thèse et de la confiance qu'il m'a témoignée en m'accueillant au sein de son équipe.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur André FERRAND, maître de conférences au département de génie mécanique à l'INSA Toulouse et co-directeur de cette thèse ainsi qu'à Patrick PONS, Chargé de recherche au CNRS, pour la confiance qu'ils m'ont témoignée ainsi que pour leur soutien, leurs conseils, leur disponibilité et les échanges scientifiques que nous avons eus.

Je remercie vivement Monsieur Pascal LAFON, Professeur à l'université de technologie de Troyes, et Monsieur Didier REMOND, professeur à l'INSA de Lyon, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce mémoire en acceptant d'être les rapporteurs de mes travaux.

J'exprime également ma reconnaissance à Monsieur Thierry CAMPS, Professeur à l'université Paul Sabatier d'avoir accepté à la fois de juger mes travaux et de présider le jury. Monsieur Patrick PONS, Chargé de recherche au LAAS CNRS et Bertrand RIVES Docteur Ingénieur à Airbus, pour avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse et de participer au jury de thèse.

Je remercie également l'ensemble du personnel du LAAS pour son aide et plus spécialement les membres du groupe M2D et MINC et les membres du service TEAM pour leur sympathie et leur disponibilité.

Je n'oublie pas mes amis et collègues de bureau qui m'ont aidé en créant une ambiance agréable et amicale tout au long de ces années de thèse : Sébastien PACCHINI, Abdoulay BERTH, Tonio IDDA, Badreddine OUAGAGUE, Mohamed LAMHAMDI, Hikmat ACHKAR Fabienne PENNEC, Mohamed Mehdi JATLAOUI, Fabio COCCETTI, Fadi KHALIL, Jason, Nurria, Houda, Mariano, Giancarlo, Hong Liu, Georges, Michael, Sami, Ussama, Heba, Ahmed Ali,

Bien évidemment, je ne peux pas citer en quelques lignes tous ceux que j'ai croisés et qui m'ont accordé un peu de leur temps ou fait partager leurs connaissances. Ces remerciements vont à eux.

Je n'oublierai pas d'adresser des remerciements sincères à ma femme Saloua de m'avoir soutenu et supporté tout au long de ces années de thèse. Je tiens à remercier aussi tous les membres de ma belle famille pour le soutien moral le jour de la soutenance

Finalement, si je suis arrivé là, c'est en grande partie grâce à ma chère mère, mon père, mes frères et sœurs qui m'ont toujours soutenu et encouragé dans les moments les plus difficiles, il est évidemment difficile d'exprimer en quelques mots ce que je leur dois. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et mes sentiments les plus affectueux.

Sommaire

CHAPITRE - 1. LES MATERIAUX ETUDIES, LES TECHNIQUES DE CARACTERISATION	23
1.1. INTRODUCTION.....	23
1.2. LES MEMS	23
1.2.1. La fabrication des MEMS.....	25
1.3. LES PROPRIETES MECANIQUES DES MATERIAUX.....	26
1.3.1. Le module d'Young	27
1.3.2. La contrainte résiduelle	27
1.3.3. Le coefficient de Poisson	28
1.4. LES PRINCIPAUX ESSAIS MECANIQUES POUR LES MICROSTRUCTURES	28
1.4.1. Introduction.....	28
1.4.2. La Micro-traction uni-axiale	29
1.4.3. La nanoindentation.....	30
1.4.4. La Micro-flexion	31
1.4.5. La micro-vibrométrie	33
1.5. LE GONFLEMENT DE MEMBRANES	33
1.5.1. Historique	34
1.5.2. Analyse de la fiabilité des mesures et des résultats	37
1.5.2.1. Effet du procédé de fabrication des structures de test	37
1.5.2.2. Effet du choix de la face d'application.....	38
1.5.2.3. Effet de la fixation de la structure de test	39
1.5.2.4. Effet de la précision des mesures	40
1.5.2.4.1. Mesures géométriques.....	40
1.5.2.4.2. Mesures de la pression et de la déflexion	41
1.5.2.5. Limitation du modèle mathématique	42

1.5.2.5.1.	Effet de la présence de contraintes compressives	43
1.5.2.5.2.	Discrimination des constantes élastiques	43
1.5.2.5.3.	Effet de la taille des structures de test	43
1.6.	CONCLUSION.....	44
CHAPITRE - 2.	LE BANC DE TEST DE GONFLEMENT DE MEMBRANE	45
2.1.	INTRODUCTION :.....	45
2.2.	RAPPEL DE LA TECHNIQUE DE CARACTERISATION PAR GONFLEMENT DE MEMBRANES.....	47
2.3.	DESCRIPTION DES DIFFERENTES PARTIES DU BANC DE MESURE.....	47
2.3.1.	Le générateur de pression.....	48
2.3.2.	Le profilomètre optique.....	48
2.3.2.1.	Principe	48
2.3.2.2.	Limites de mesurabilité.....	50
2.3.2.3.	Calcul de la déflexion de membrane	50
2.3.3.	Le porte-échantillon.....	50
2.3.3.1.	Le porte-échantillon d'origine	50
2.3.3.2.	Les améliorations apportées au porte-échantillon.....	52
2.4.	PROCEDURE D'AUTOMATISATION DES MESURES.....	53
2.5.	CONCLUSION.....	55
CHAPITRE - 3.	ÉTUDE DES MODELES ANALYTIQUES ET NUMERIQUES DU GONFLEMENT DE MEMBRANE	57
3.1.	INTRODUCTION.....	57
3.2.	MODELISATION ANALYTIQUE.....	57
3.2.1.	Cas des membranes de géométrie circulaire	57
3.2.1.1.	Solution analytique [35][22] :	58
3.2.1.2.	Modèle hémisphérique [23]	60

3.2.1.3.	Minimisation de l'énergie	63
3.2.2.	Membrane de géométrie rectangulaire	64
3.3.	LA MISE AU POINT DE MODELES ÉLEMENTS FINIS (MEF).....	69
3.3.1.	Géométrie circulaire	70
3.3.1.1.	Le modèle coque (Shell).....	70
3.3.1.2.	Modèle axisymétrique	72
3.3.1.3.	Modèle 3D	74
3.3.1.4.	Comparaison MEF et modèles théoriques.....	75
3.3.2.	Géométrie carrée.....	76
3.3.3.	Géométrie rectangulaire	78
3.4.	ÉTUDE DES CONTRAINTES PAR MODELISATION EN ELEMENTS FINIS POUR UN MATERIAU ELASTOPLASTIQUE	79
3.4.1.	Introduction.....	79
3.4.2.	Modélisation analytique	80
3.4.3.	Modélisation en éléments finis	82
3.5.	CONCLUSION.....	86
CHAPITRE - 4. EFFET DES CONDITIONS AUX LIMITES ET DES INCERTITUDES DIMENSIONNELLES		87
4.1.	INTRODUCTION.....	87
4.2.	EFFET DU DEPLACEMENT DU SUBSTRAT SUR LA DEFLEXION MAXIMALE DE LA MEMBRANE.....	87
4.2.1.	Substrat gravé par la technique DRIE	88
4.2.2.	Substrat gravé suivant un plan préférentiel (KOH)	91
4.3.	EFFET DES MESURES GEOMETRIQUES.....	94

4.4. TECHNIQUES DE MESURE DES DIMENSIONS LATÉRALES, AMÉLIORATION PROPOSÉE	96
4.5. TECHNIQUE DE MESURE DE L'ÉPAISSEUR	99
4.6. EFFET DU NOMBRE DE POINTS DE MESURE	100
4.7. CALCUL DES INCERTITUDES	104
4.7.1. Distinction entre erreur et incertitude	104
4.7.2. Bref rappel sur la notion d'incertitude	105
4.7.3. Propagation des incertitudes	106
4.8. CALCUL DES INCERTITUDES POUR NOTRE BANC.....	106
4.8.1. Incertitude sur la mesure de la largeur	107
4.8.2. Incertitude sur la mesure de l'épaisseur	108
4.8.3. Incertitude sur la détermination de A et B	108
4.8.4. Incertitudes sur les coefficients C_1 et C_2	109
4.9. VÉRIFICATION DES PERFORMANCES DU BANC DE MESURE	110
4.10. CONCLUSION.....	112
 CHAPITRE - 5. APPLICATION A LA CARACTÉRISATION MÉCANIQUE D'UNE MEMBRANE BICOUCHE	 113
5.1. INTRODUCTION.....	113
5.2. MEMBRANES MONOCOUCHE EN SILICIUM.....	113
5.2.1. Structures de test.....	113
5.2.2. Expérimentation	114
5.2.3. Caractérisation mécanique	115

5.2.3.1.	Contrainte initiale	116
5.2.3.2.	Module d'Young.....	117
5.3.	MEMBRANES BICOUCHE.....	119
5.3.1.	Introduction.....	119
5.3.2.	Modélisation mathématique	119
5.3.3.	Modélisation par éléments finis.....	121
5.3.4.	Impact des incertitudes géométriques sur les résultats de caractérisation	124
5.3.4.1.	Incertitudes sur la mesure des épaisseurs.....	124
5.3.4.2.	Incertitude sur la mesure de la dimension latérale	126
5.3.5.	Caractérisation de l'argent poreux	127
5.3.5.1.	Technologie de fabrication	127
5.3.5.2.	Structures de test	127
5.3.5.3.	Expérimentations.....	128
5.3.5.4.	Caractérisation mécanique.....	128
5.3.5.4.1.	Contrainte initiale équivalente	129
5.3.5.4.2.	Module d'Young équivalent	130
5.3.5.4.3.	Contrainte initiale dans le film d'argent	131
5.3.5.4.4.	Module d'Young de l'argent	131
5.4.	CONCLUSION.....	132
 CHAPITRE - 6. DETERMINATION DES PROPRIETES MECANQUES DE FILMS PAR UN MODELE ELEMENTS FINIS RECALE SUR UN TEST DE GONFLEMENT		135
6.1.	DESCRIPTION DE LA METHODE.....	135
6.1.1.	Lancement des calculs par éléments finis	137
6.1.2.	Approximation des résultats de pression-déflexion. $P=f(w_0)$	137
6.1.3.	Comparaison entre courbe expérimentale et courbe numérique.....	140
6.1.4.	Convergence de la procédure de recalage.....	141
6.1.5.	Application	145
6.1.5.1.	Caractérisation par interpolation du test expérimental	145
6.1.5.2.	Caractérisation par recalage	146

6.2. DETERMINATION DE L'EQUATION DE GONFLEMENT POUR DES MEMBRANES DONT LE RAPPORT GEOMETRIQUE EST COMPRIS ENTRE 1 ET 2.....150

6.2.1. Validation de la méthode.....	152
6.2.1.1. Membrane circulaire	152
6.2.1.2. Membrane carrée	153
6.2.1.3. Membranes infiniment longues.....	154
6.2.2. Membrane rectangulaire de rapport géométrique "$n=b/a$" compris entre 1 et 2	155
6.2.2.1. Préambule sur les plans d'expériences.....	156
6.2.2.2. Description de la méthode	157
6.2.2.2.1. Définition des objectifs.....	157
6.2.2.2.2. Définition de la réponse	158
6.2.2.2.3. Définition des facteurs et de leurs niveaux	158
6.2.2.3. Plan factoriel	158
6.2.2.3.1. Effets des facteurs et des interactions	159
6.2.2.3.2. Codage du plan d'expérimentations.....	160
6.2.2.3.3. Modélisation.....	160
6.2.2.4. Modèle mathématique du coefficient C1.....	162
6.2.2.5. Modèle mathématique du coefficient C2.....	169
6.3. CONCLUSION.....	175
CONCLUSION GENERALE	177
LISTE DES PUBLICATIONS.....	179
REFERENCES.....	181
ANNEXE 1. FABRICATION DES ECHANTILLONS DE TEST	187
ANNEXE 2. PROPRIETES MECANQUES DU SILICIUM	195
ANNEXE 3. CALCUL AUTOMATIQUE DE DEFLEXION DE MEMBRANE.....	197
ANNEXE 4. MODE OPERATOIRE POUR EFFECTUER UN TEST DE GONFLEMENT....	199

Liste des figures

Figure 1.2-1 Quelques exemples de MEMS fabriqués au LAAS	23
Figure 1.2-2. Procédés technologique de fabrication des membranes Si	25
Figure 1.4-1. Schéma représentatif du principe de la nanoindentation	30
Figure 1.4-2. Schéma représentant l'essai de micro-flexion sur une micro-poutre encastrée à une extrémité	32
Figure 1.5-1. Schéma de principe du test de gonflement de membrane	34
Figure 1.5-2. Nombre de publications scientifiques traitant la technique de gonflement de membrane	36
Figure 1.5-3. Profil de gravure DRIE de silicium [31]	38
Figure 1.5-4. Fixation de la structure de test dans le port-échantillon par une colle spéciale	39
Figure 1.5-5. Fixation de la structure de test dans le porte échantillon par un couvercle vissé	40
Figure 1.5-6. Influence de la présence d'une erreur systématique dans la mesure de la pression et de la déflexion sur le calcul du module d'Young [35]	42
Figure 2.1-1. Schéma du processus de mesure	46
Figure 2.2-1. Déformation de la membrane soumise à une pression différentielle	47
Figure 2.3-1. Banc de test de gonflement de membrane.....	48
Figure 2.3-2. Principe de mesure par interférométrie optique	49
Figure 2.3-3. Porte échantillon à vis	51
Figure 2.3-4. Mesure de répétabilité en utilisant le porte échantillon à vis	51
Figure 2.3-5. Nouveau porte échantillon cylindrique	52

Figure 2.3-6. Mesure de répétabilité en utilisant le nouveau porte échantillon.....	53
Figure 2.4-1. Interface graphique du logiciel	54
Figure 3.2-1. Fonctions de déplacement pour une membrane circulaire soumise à une pression P	58
Figure 3.2-2. Membrane circulaire gonflée sous une forme sphérique	61
Figure 3.2-3 comparaison entre les différents analytiques pour une géométrie circulaire	64
Figure 3.2-4. Comparaison entre les modèles analytiques pour des membranes carrées et infiniment longues.....	69
Figure 3.3-1. Champs de déplacement suivant l'axe Z. seulement un quart de la membrane est modélisé	71
Figure 3.3-2. Optimisation du maillage pour modèle shell	71
Figure 3.3-3. Comparaison entre les réponses en déflexion et du temps de calcul des différents types d'éléments	72
Figure 3.3-4. Modèle axisymétrique	73
Figure 3.3-5. Comparaison entre les résultats des types d'éléments axisymétriques.....	73
Figure 3.3-6. Modèle tridimensionnel	74
Figure 3.3-7. Comparaison entre les types d'éléments tridimensionnels.....	75
Figure 3.3-8. Comparaison entre les MEF et modèles théoriques.....	75
Figure 3.3-9. Modèle 3D pour membrane carrée.....	76
Figure 3.3-10. Déflexion max au centre de la membrane. Comparaison entre les modèles théoriques et les modèles éléments finis	77
Figure 3.3-11. Déflexion en fonction de la pression. Correction du modèle axisymétrique dans le cas de membranes carrées	78
Figure 3.3-12. Modèle 3D pour une membrane infiniment longue	78

Figure 3.3-13. Déflexion au centre en fonction de la pression. Comparaison entre les MEF et le modèle théorique de Vlassak [7]	79
Figure 3.4-1. Résultat de simulation d'un matériau élastoplastique soumis à un test de gonflement comparé aux modèles analytiques.....	83
Figure 3.4-2. Simulation numérique du gonflement de membrane pour l'étude de la loi de comportement. Contrainte - déformation.	85
Figure 4.2-1. Coupe transversale montrant l'encastrement et le chargement de la membrane	88
Figure 4.2-2. Conditions aux limites et chargement (a). Raffinement du maillage (b) ..	88
Figure 4.2-3. Erreur de déflexion de la membrane due au déplacement du substrat en fonction du rapport entre l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film. Trois pressions différentes sont appliquées	89
Figure 4.2-4. Profil de la membrane soumise à une pression de 1MPa. Comparaison entre modèles à substrat déformable, à substrat fixe et le modèle théorique	90
Figure 4.2-5. Vue de dessus et coupe droite d'une membrane obtenue par gravure KOH	91
Figure 4.2-6. Schéma explicatif du calcul des ouvertures face arrière	91
Figure 4.2-7. À gauche, conditions aux limites et chargement. À droite, maillage de la géométrie	92
Figure 4.2-8. Erreur de déflexion de la membrane due au déplacement du substrat en fonction du rapport entre l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film. Trois pressions différentes sont appliquées	92
Figure 4.2-9. Impact de la déformation du substrat. Comparaison entre une membrane DRIE et une membrane KOH. La pression appliquée est de 0.2MPa.....	93
Figure 4.3-1. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) provoquée par l'erreur de mesure des épaisseurs	95
Figure 4.3-2. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) provoquée par l'erreur de mesure de la dimension latérale.....	96

Figure 4.4-1. Imperfections constatées sur la gravure du substrat. À gauche, gravure suivant un plan préférentiel type KOH. À droite, gravure droite type DRIE.....	97
Figure 4.4-2. Mesure de la dimension latérale de la membrane	98
Figure 4.4-3. Procédure permettant de mesurer la largeur de la membrane	99
Figure 4.5-1. Gravure de marche autour de la membrane pour mesurer son épaisseur.	100
Figure 4.6-1. Pression en fonction de la déflexion. Membrane carrée en Silicium, épaisseur 4.58μm, 1020μm de côté.....	101
Figure 4.6-2. Stabilité de la pression pendant la mesure de la déflexion.....	101
Figure 4.6-3. Schéma expliquant le choix du nombre de points et de mesure et de la région.....	102
Figure 4.6-4. Module biaxial d'une membrane carrée en silicium.....	103
Figure 4.6-5. Contrainte initiale d'une membrane carrée en silicium	103
Figure 4.8-1. Mesures de la dimension latérale	107
Figure 4.8-2. Mesures de l'épaisseur.....	108
Figure 4.8-3. Calcul des paramètres A et B	109
Figure 4.8-4. Coefficients C1 et C2 pour une membrane de géométrie carrée	110
Figure 4.9-1. Profil de la membrane suivant la ligne médiane en vue mesurer le côté	111
Figure 5.2-1. Résultats de mesures de la pression en fonction de la déflexion pour l'ensemble des échantillons de test	115
Figure 5.2-2. Contraintes initiales de l'ensemble des échantillons.....	116
Figure 5.2-3. Répartition des échantillons en fonction de la valeur de leur contrainte initiale.....	116
Figure 5.2-4. Contrainte initiale de chaque échantillon en fonction de sa surface	117
Figure 5.2-5. Modules d'Young de l'ensemble des échantillons	118

Figure 5.2-6. Contrainte initiale de chaque échantillon en fonction de sa surface	118
Figure 5.3-1. Structure de test bicouche	119
Figure 5.3-2. Géométrie et conditions de chargement et aux limites du modèle éléments finis.....	122
Figure 5.3-3. Résultat de simulations pour une membrane monocouche et une membrane bicouche.....	122
Figure 5.3-4. Comparaison entre le modèle mathématique et le modèle éléments finis d'une membrane bicouche	123
Figure 5.3-5. Impact des erreurs de mesures géométriques sur la caractérisation de la couche 2.....	125
Figure 5.3-6. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) de la couche 2 provoquée par l'erreur de mesure de la dimension latérale.....	126
Figure 5.3-7. Étapes technologiques du dépôt du film d'argent sur la membrane en silicium	127
Figure 5.3-8. Résultat de mesure de la pression en fonction de la déflexion avant et après le dépôt du film d'argent.....	128
Figure 5.3-9. Contraintes initiales équivalentes des trois échantillons bicouche	130
Figure 5.3-10. Modules d'Young équivalents des trois échantillons bicouche	130
Figure 5.3-11. Contraintes initiales des dépôts d'argent des trois échantillons.....	131
Figure 5.3-12. Modules d'Young des dépôts d'argent des trois échantillons.....	132
Figure 6.1-1. Procédure itérative pour déterminer les coefficients A et B.	139
Figure 6.1-2. Interpolation des données expérimentales avec l'algorithme proposé....	140
Figure 6.1-3. Variation du coefficient A_s en fonction de la contrainte initiale, module d'Young et du coefficient de Poisson.....	142
Figure 6.1-4. Variation du coefficient B_s en fonction de la contrainte initiale, module d'Young et du coefficient de Poisson.....	143

Figure 6.1-5. Organigramme de la procédure de recalage pour la détermination des propriétés mécaniques de films minces.....	144
Figure 6.1-6. Résultat d'interpolation des résultats du test de gonflement.....	145
Figure 6.1-7. Résultat des itérations de la procédure de recalage.....	147
Figure 6.1-8. Vitesse de convergence de la procédure de recherche des paramètres optimaux.....	148
Figure 6.1-9. Résultat de la dernière itération	148
Figure 6.1-10. Comparaison entre coefficients C1 et C2 issus de la littérature et calculés numériquement.....	149
Figure 6.2-1. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes circulaires	153
Figure 6.2-2. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes carrées.....	154
Figure 6.2-3. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes infiniment longues.....	155
Figure 6.2-4. Représentation graphique du domaine d'étude.....	162
Figure 6.2-5. Comparaison graphique entre les coefficients C1 obtenus par simulation et par le modèle mathématique.....	163
Figure 6.2-6. Comparaison entre les résultats obtenus par simulation et par le modèle mathématique du plan 2^2	164
Figure 6.2-7. Réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle	167
Figure 6.2-8. Comparaison entre les surfaces des réponses prédites et simulées.....	167
Figure 6.2-9. Calcul du coefficient C1 pour trois rapports de n	168
Figure 6.2-10. Courbe représentant le coefficient C1 en fonction du rapport n	169
Figure 6.2-11. Réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle	171

Figure 6.2-12. Coefficient C2 en fonction de la longueur de la membrane pour différents rapport n	172
Figure 6.2-13. Coefficient C2 en fonction de la longueur de la membrane pour différents coefficients de Poisson	172
Figure 6.2-14. Courbe 3D donnant le coefficient C2 en fonction du rapport n et du coefficient de Poisson.....	174
Figure 6.2-15. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour certains rapports n.....	174

Introduction générale

La recherche des années 1980 a été marquée par l'apparition de micro-capteurs et micro-actionneurs comportant des structures mécaniques mobiles. Cela correspond au début d'un important développement des systèmes micro-électro-mécaniques (MEMS). Le développement continu de ces microsystèmes dans pratiquement toutes les branches de l'industrie nécessite une bonne connaissance des matériaux qui les composent. De nouvelles orientations de recherches dans le domaine de la mécanique et des sciences des matériaux à l'échelle micro et nanoscopique ont ainsi vu le jour.

L'amélioration des performances et la fiabilité sont les préoccupations majeures de l'industrie des microsystèmes. En effet, la miniaturisation des MEMS entraîne la création de nouvelles structures de matériaux et par voie de conséquence un besoin accru de pouvoir les caractériser en développant des techniques et méthodes adaptées à leurs échelles.

Il existe différentes méthodes pour caractériser ces matériaux, on peut citer à titre d'exemple la nano-indentation, le test de micro-traction uni-axiale, l'essai de micro-flexion et le test de gonflement de membrane. Cependant, ces techniques restent difficiles à mettre en œuvre et à fiabiliser notamment en ce qui concerne la reproductibilité en raison de la très faible taille des éprouvettes.

Le principal objectif des travaux présentés dans ce mémoire est la mise en place d'une technique fiable pour la caractérisation mécanique des matériaux déposés en couches minces. Une recherche bibliographique a permis de faire le point sur les principales techniques existantes. L'étude des avantages et inconvénients de mise en œuvre de ces techniques a abouti à une classification objective qui nous a poussés à développer une solution opérationnelle basée sur un banc de test de gonflement de membrane.

Le test de gonflement est un essai mécanique non destructif utilisé pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux, en particulier le module d'Young, le coefficient de Poisson et la contrainte résiduelle de fabrication. Ce test peut être appliqué à des membranes de géométrie carrée, rectangulaire ou circulaire. Il consiste à appliquer une pression hydrostatique sur une face de la membrane dans le but de la faire fléchir. Les relevés de mesure de la pression en fonction de la déflexion sont utilisés pour extraire les propriétés mécaniques du matériau moyennant un modèle mathématique approprié qui traduit le comportement de la membrane. Si le principe de cette technique est relativement simple, la

mise en œuvre, quant à elle, est source de beaucoup de difficultés. Celles-ci concernent aussi bien la mise en place d'un appareillage performant capable de mesurer avec précision la pression et la déflexion à l'échelle des microstructures, que l'interprétation de la théorie elle-même décrivant l'évolution de la pression en fonction de la déflexion au centre de la membrane.

Nos travaux de recherches s'articulent autour de trois thématiques. La première est consacrée à la mise en place d'un mode opératoire fiable qui permet de caractériser mécaniquement des matériaux déposés en couches minces. Dans la deuxième thématique nous avons développé des techniques basées sur les calculs par éléments finis pour caractériser des membranes rectangulaires avec un rapport géométrique quelconque. Et la troisième thématique est une application de la technique de gonflement à certains matériaux utilisés dans la fabrication des MEMS.

Le manuscrit est constitué de six chapitres :

Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique des techniques de caractérisation des matériaux pour les microsystèmes. Dans un premier temps, nous présentons un recueil des différentes techniques, leurs principes, les avantages et les limitations de chacune d'entre elles sont brièvement examinés. Dans un deuxième temps, nous présentons le principe du test de gonflement de membrane d'une façon détaillée. Nous nous intéressons en particulier aux travaux de recherche traitant de la fiabilité des résultats. Le rôle que jouent certains paramètres comme la mesure des dimensions géométriques, la fixation de l'échantillon et également le modèle mathématique sur la précision des résultats est longuement analysé.

Dans le chapitre 2, nous décrivons la partie matérielle du banc telle qu'elle existe actuellement (capteurs, générateur de pression, appareil de mesure...). Nous avons notablement amélioré sa qualité tout au long de la thèse et participé activement à l'automatisation des mesures. En l'état, ce banc peut-être utilisé par une entreprise qui pourra effectuer des mesures de façon assez rapide avec une bonne précision et un coût de main d'œuvre réduit.

Nous avons également travaillé au protocole à mettre en œuvre pour l'obtention de la meilleure précision possible du banc.

Dans le chapitre 3, nous montrons comment nous avons analysé point par point toutes les variantes du modèle analytique de gonflement existantes dans la littérature, et les possibilités offertes par les modèles éléments finis.

Le modèle analytique est fortement lié à la géométrie de la membrane étudiée, rectangulaires carrées et rondes. Nous essayons d'évaluer les performances de ces modèles en les comparant entre eux.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'application de ces modèles au comportement élastoplastique.

Le chapitre 4 est consacré à l'examen des principales sources d'erreurs qui interviennent lors de la mesure et qui doivent être prises en compte. Nous avons tenté de les réduire le plus possible en travaillant la qualité mécanique du banc.

Dans le chapitre 5, nous donnons des résultats de mesure pour quelques matériaux utilisés dans le domaine des MEMS. Le premier matériau est bien entendu le silicium qui nous a servi à étalonner notre banc de mesure. Les structures de test caractérisées vont ensuite servir de support sur lesquels on viendra déposer d'autres matériaux. Nous avons notamment eu l'occasion de caractériser un matériau innovant constitué d'argent poreux que nous avons fait déposer sur un support en silicium de manière à constituer une membrane bicouche.

Dans le chapitre 6, nous déterminons l'équation de gonflement par une méthode de recalage. Celle-ci utilise uniquement la modélisation par éléments finis et pourrait servir à déterminer d'autres paramètres dans le domaine plastique. L'intérêt le plus immédiat est de compléter le modèle analytique pour les cas où il n'était pas applicable, c'est-à-dire pour les membranes rectangulaires dont le rapport des dimensions est compris entre 1 et 2.

Chapitre - 1. Les matériaux étudiés, les techniques de caractérisation

1.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous définissons les matériaux objet des mesures, nous faisons un bref rappel des techniques de caractérisation et nous décrivons la technique sur laquelle nous avons travaillé : le gonflement de membrane.

1.2. Les MEMS

Les systèmes micro-électro-mécaniques dénommés « MEMS », de l'anglais « Micro Electro Mechanical System », peuvent être considérés comme des appareils miniatures composés d'un ou de plusieurs éléments mécaniques et utilisant l'électricité comme source d'énergie. La Figure 1.2-1 montre quelques exemples de MEMS fabriqués au LAAS.

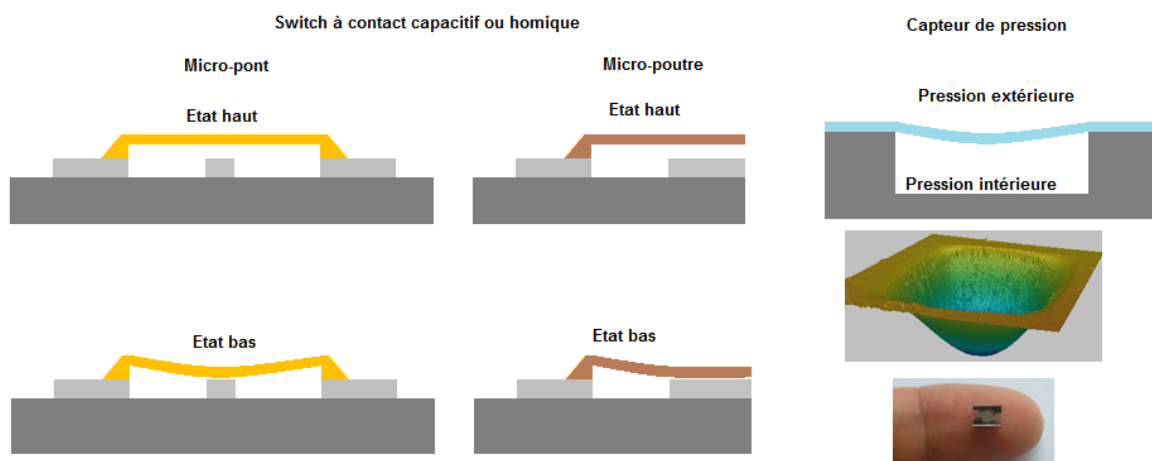


Figure 1.2-1 Quelques exemples de MEMS fabriqués au LAAS

D'une manière générale, les MEMS servent à convertir un mouvement mécanique en signaux électriques ou vice versa. Les principales fonctions réalisées par ces microsystèmes sont des fonctions de capteurs ou d'actionneurs.

Les MEMS sont utilisés dans pratiquement toutes les branches de l'industrie. Pour ne citer que l'industrie automobile, ils sont présents dans un nombre important de systèmes. Le déclenchement de l'airbag, par exemple, est réalisé à partir d'un capteur constitué par un accéléromètre miniature implanté directement sur la carte électronique dédiée avec les autres composants électroniques. Suite à une décélération rapide, les mouvements microscopiques de l'élément mécanique, provoquent une variation de capacité, cette variation est détectée par la puce électronique qui envoie alors un signal déclenchant l'ouverture de l'airbag.

Notons qu'il existe également des micro-structures dans le domaine de la micro-fluidique. Dans le secteur médical par exemple, il existe des MEMS qui peuvent être implantés dans le corps humain, ceux-ci comportent un capteur, une batterie et un réservoir à médicament. Le capteur mesure un paramètre de la substance à contrôler, une fois cette quantité dépassée (un certain seuil toléré par le corps), un signal est envoyé pour injecter le médicament dans le corps.

Les microsystèmes sont obtenus par les techniques de fabrication des circuits imprimés. Ils sont déposés sur des substrats généralement en silicium, mais d'autres matériaux supports sont parfois utilisés notamment quand les propriétés du silicium ne conviennent pas à une application particulière. Les MEMS se différencient de la microélectronique en raison des parties mobiles qu'ils comportent.

Les études consacrées aux MEMS sont très nombreuses car cette technologie présente de multiples avantages dans de nombreux domaines. Ils permettent tout d'abord la miniaturisation et par voie de conséquence une réduction importante de la consommation en énergie. Les tailles atteintes rendent certains dispositifs sensibles à la présence de telle ou telle molécule ce qui permet de réduire les temps d'analyse dans la filière biomédicale.

L'industrie des MEMS utilise en grande partie des matériaux déposés en films minces (épaisseur très petite par rapport aux deux autres dimensions). Les caractéristiques de ces matériaux sont très sensibles au processus de fabrication et possèdent souvent une loi de comportement différente de celle des matériaux massiques portant le même nom. L'or par exemple est un matériau très utilisé dans le domaine de la micro électronique, il peut être obtenu de deux manières différentes, soit par électrolyse ou par évaporation, les matériaux obtenus par ces deux méthodes n'ont pas les mêmes propriétés mécaniques. Elles sont également différentes de celles de l'or macroscopique. Nous pouvons même prédire qu'elles varieront d'un laboratoire à l'autre. Il est donc indispensable de les caractériser soigneusement à l'aide de techniques et dispositifs spéciaux, adaptées à leur échelle miniaturisée. C'est à ce type de matériau qu'est dédié le banc d'essai objet de notre étude.

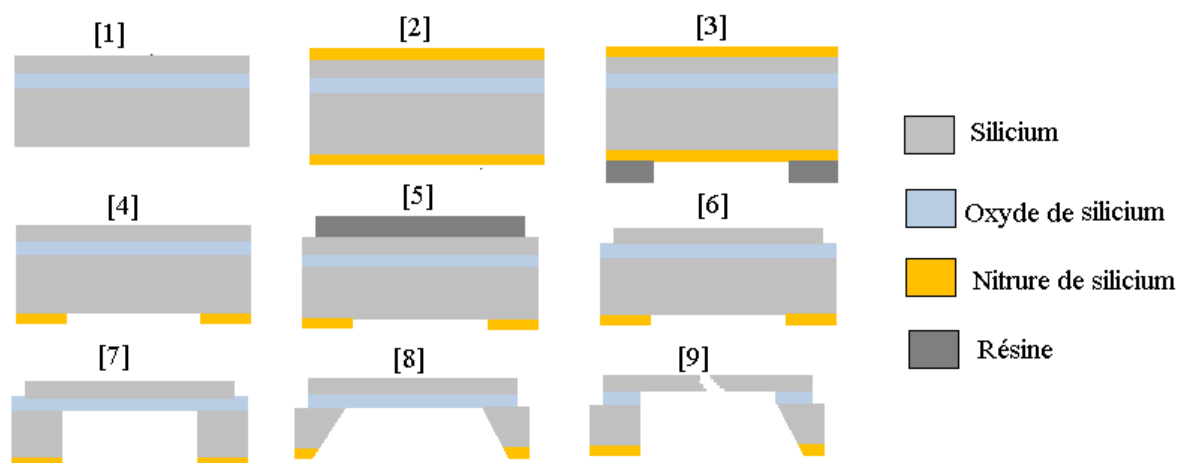
1.2.1. La fabrication des MEMS

Les MEMS sont fabriqués en salle blanche, où l'environnement est contrôlé en température, pression et pollution de l'air. A titre d'exemple, nous donnons les étapes technologiques pour la fabrication de membranes autoportées. Ces membranes vont nous servir comme véhicules de test (éprouvettes) dans le chapitre 5.

Des plaques de types SOI (Silicon On Insulator) en silicium monocristallin sont utilisées comme support de départ. Ces plaques sont pourvues d'une couche d'oxyde de silicium (SiO_2) prise en sandwich entre deux couches de silicium (Si). L'intérêt de l'oxyde de silicium est de réduire la consommation électrique des circuits électroniques. Dans notre application, elle va servir comme couche d'arrêt de gravure (étape 7 et 8 du procédé technologique Figure 1.2-2).

L'oxyde de silicium a une épaisseur de $0.5\mu\text{m}$, la technique utilisée pour le graver est le « buffer HF ». C'est une solution liquide d'acide fluorhydrique généralement utilisée en technologie microélectronique pour éliminer l'oxyde natif qui se forme à la surface des plaques en silicium. Lors de cette étape les plaques sont plongées dans un bain d'acide fluorhydrique. L'oxyde va ainsi être éliminé dans les cavités et également en face avant.

Les échantillons obtenus sont de géométries carrées ou rectangulaires et de différentes tailles, ils sont gravés suivant la direction [110] (le silicium n'est pas un matériau isotrope, voir annexe 2). La Figure 1.2-2 récapitule les différentes étapes technologiques effectuées pour la fabrication des membranes de test. Ces étapes sont vues plus en détail dans l'annexe 1.



- [1] plaque SOI
- [2] dépôt de nitrure de silicium par LPCVD 700°C
- [3] dépôt de résine face arrière + photolithographie masque 1
- [4] gravure RIE de SiNx faces avant et arrière
- [5] dépôt de résine face avant + photolithographie masque 2
- [6] gravure RIE silicium face avant
- [7] gravure DRIE silicium face arrière
- [8] gravure KOH silicium face arrière
- [9] buffer HF pour graver l'oxyde et libérer les membranes.

Dans ce procédé, nous avons utilisé deux niveaux de masques, le premier masque sert à structurer les ouvertures en face arrière de la plaque. Ces ouvertures servent à faire une gravure profonde du substrat de silicium. Le deuxième masque sert à structurer des marches en face avant et suivant le pourtour des structures de test. Il est indispensable d'effectuer des nettoyages de plaques entre les étapes de façon à éliminer toutes les pollutions et contaminations. En effet, si une plaquette ou un substrat a attendu entre deux étapes majeures, il faut procéder à un dégraissage et un décapage de la surface en éliminant l'ensemble des impuretés ainsi que l'oxyde natif du silicium qui se forme automatiquement s'il n'est pas recouvert d'une couche protectrice.

1.3. Les propriétés mécaniques des matériaux

En plus de la connaissance des performances optiques, électriques, ou magnétiques nécessaires à la réalisation de la fonction envisagée par le MEMS, la maîtrise de la mécanique des matériaux est obligatoire pour une conception fiable et performante. Mais ceci n'est possible que si l'on connaît bien les caractéristiques des matériaux utilisés. Celles-ci sont très bien maîtrisées à des échelles macroscopiques mais à l'échelle micro et nanoscopique les travaux sont encore du domaine de la recherche.

Les principales caractéristiques recherchées sont d'abord les caractéristiques élastiques : module d'Young, coefficient de Poisson, contraintes résiduelles (induites lors de la fabrication), limite élastique. On peut également souhaiter connaître les caractéristiques de plasticité, nous en parlerons plus tard. La plupart des matériaux que nous avons à traiter pour

la réalisation de MEMS sont des matériaux métalliques et peuvent être considérés dans un premier temps comme isotropes et traités comme tel.

1.3.1. Le module d'Young

Le module d'Young ou module d'élasticité longitudinal (symbolisé par la lettre E), caractérise la rigidité d'un matériau. Il traduit la relation de proportionnalité entre la contrainte (σ) et la déformation (ε), lorsqu'un matériau subit une déformation totalement réversible. Le coefficient de Poisson (ν) caractérise le rapport des déformations transversales à la déformation longitudinale. Pour un matériau isotrope, soumis à de petites déformations, la relation générale entre les contraintes et les déformations, ou loi de Hooke, est donnée par :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} \quad (\text{I-1})$$

- ε_{ij} : tenseur des déformations
- σ_{ij} : tenseur des contraintes
- δ_{ij} : fonction égale à 1 si $i=j$, et à 0 sinon

1.3.2. La contrainte résiduelle

La contrainte résiduelle (appelée également contrainte initiale ou interne) est une contrainte mécanique qui subsiste dans un matériau en l'absence de toute sollicitation extérieure. Elle est induite dans les couches minces quand elles sont déposées et d'une manière générale pendant leurs fabrications. Cette contrainte peut être considérée sous forme intrinsèque ou bien sous forme thermique [1]. La contrainte intrinsèque est due aux différences cristallographiques entre les matériaux déposés en couches minces, et la contrainte thermique est due aux différents coefficients d'expansion thermique des matériaux. La quantification de la contrainte résiduelle est nécessaire car elle influe directement sur la fiabilité et sur le bon fonctionnement des structures MEMS. En effet, quand la contrainte résiduelle est élevée, elle peut provoquer des problèmes de fissuration ou de rupture de film [2]. D'autres propriétés physiques, comme la perméabilité, peuvent être affectées par la présence de cette contrainte. Quelques techniques ont été développées pour mesurer ces contraintes dans les films minces [3][4]. La méthode la plus utilisée est probablement celle qui consiste à mesurer la courbure de la structure avant et après dépôt du film sur le substrat.

La contrainte initiale est ensuite calculée en utilisant un modèle mathématique adéquat, comme celui de Stoney [5] par exemple.

1.3.3. Le coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson est une constante élastique du matériau, il caractérise l'effet de la contraction sur l'extension quand le matériau subit une contrainte de traction. Dans le cas de films minces, il est difficile de mesurer la contraction d'une éprouvette soumise à un essai de traction. Bauer [6] a mis au point une technique permettant de mesurer le coefficient de Poisson, mais cette méthode nécessite de retirer le film mince de son substrat, ce qui reste très délicat à faire. La technique qui semble la plus fiable pour déterminer ce paramètre est le test de gonflement de membrane. En effet, en faisant un test sur des membranes de géométrie différentes : carrée puis rectangulaire par exemple, il est possible de combiner les modèles mathématiques associés à chacune des géométries pour en extraire en même temps le module d'Young, la contrainte initiale et le coefficient de Poisson [7]

Il existe plusieurs autres propriétés mécaniques de matériaux comme la limite élastique la dureté etc..., ces propriétés seront abordées dans la suite de l'étude.

Le paragraphe suivant rappelle les principaux essais mécaniques permettant la caractérisation des films minces utilisés dans la fabrication des systèmes micro-électro-mécaniques.

1.4. Les principaux essais mécaniques pour les microstructures

1.4.1. Introduction

Les essais mécaniques permettent de répondre aux besoins suivants :

- Déterminer les propriétés mécaniques des matériaux. Celles-ci permettent de dimensionner les structures de façon à éviter diverses déformations non souhaitées comme les effets de flambage, les déformations plastiques exagérées, les ruptures brutales ou différées par fatigue, les effets de corrosion sous contrainte ou fluage, etc.

- Définir les limites à ne pas dépasser pour éviter tous dégâts relatifs au mauvais fonctionnement de la structure, tels que la limite d'élasticité, charge de rupture, limite d'endurance en fatigue, etc.

Les essais mécaniques peuvent être répertoriés en deux catégories :

En premier lieu, les essais qui fournissent des grandeurs utilisables et qui permettent de faire un dimensionnement précis. Dans cette catégorie, l'essai de traction est probablement l'essai le plus connu et le plus utilisé, mais on peut également citer la mesure de la ténacité, de fatigue, la mesure de la vitesse de fissuration.

Et en deuxième lieu, des essais qui permettent d'obtenir des caractéristiques purement comparatives et de contrôler la qualité d'un matériau ou de suivre l'influence d'un facteur métallurgique. Dans cette catégorie, on peut citer par exemple l'essai de dureté, de résilience, etc.

Pour des structures macro-métriques, les essais mécaniques font l'objet de plusieurs normes, ce qui présente la garantie de limiter les erreurs d'interprétation. Malheureusement cet avantage n'existe pas encore dans le domaine des structures micrométriques, du fait de la complexité de manipulation à cette échelle.

1.4.2. La Micro-traction uni-axiale

L'essai de traction est probablement l'essai mécanique le plus fondamental lorsque l'on veut établir la loi de comportement d'un matériau. Le principe est simple, il consiste à mesurer l'allongement de l'éprouvette en fonction de la force longitudinale appliquée. L'essai de traction est soumis à plusieurs normes internationales, ce qui représente une assurance de qualité. Il sert à déterminer les principales caractéristiques mécaniques telles que le module d'élasticité, le coefficient de Poisson, la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, l'allongement après rupture et le coefficient de striction. Son exécution est facile et les résultats obtenus servent à dimensionner la plupart des pièces statiques allant des systèmes microscopiques jusqu'aux grandes structures métalliques. Cependant, son application dans le domaine de la micro et nano technologie est très délicat et coûteux [8]. En effet, certains verrous cités ci-dessous rendent cet essai complexe à mettre en place :

- La mesure de l'allongement devient difficile quand la longueur de l'éprouvette diminue
- La difficulté de bien aligner l'échantillon suivant la direction de traction, car un mauvais alignement provoque un moment de flexion dans l'échantillon
- La fiabilité de fixation de l'échantillon sur la machine de test
- La difficulté de manipuler des échantillons sans les endommager

Malgré toutes ces complications, on peut trouver dans la littérature quelques concepts de machines de traction qui permettent de caractériser les films minces. [9][10][11].

1.4.3. La nanoindentation

La nanoindentation est une variété de l'essai de dureté appliquée aux structures minces. Cet essai est probablement le plus utilisé en micro et nano technologie lorsque l'on veut caractériser la rigidité d'un matériau. Le principe de la nanoindentation consiste à imprimer une empreinte sur l'échantillon à tester à l'aide d'un indenteur dont les propriétés mécaniques sont connues. La Figure 1.4-1 montre un schéma représentatif du principe de la nanoindentation.

Sur la partie a de la figure nous pouvons voir un croquis simplifié d'une machine de nanoindentation, la partie b de la figure représente les deux types de pointe que l'on peut utiliser pour faire un test de nanoindentation, quant à la partie c de la figure, elle représente un résultat type de mesure. Ce résultat est sous la forme d'un graphique qui représente la charge appliquée à l'échantillon en fonction du déplacement de l'indenteur, en chargement et en déchargement.

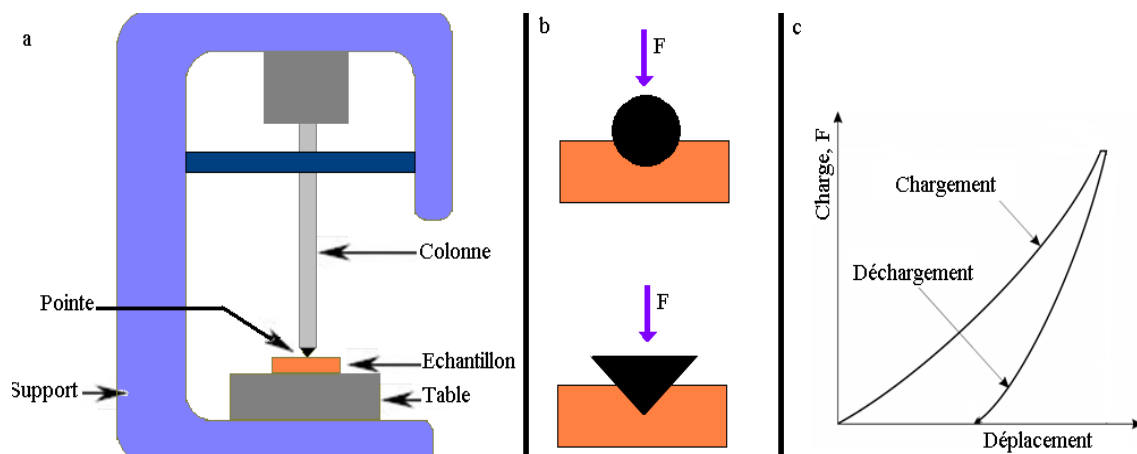


Figure 1.4-1. Schéma représentatif du principe de la nanoindentation

L'indenteur est généralement fabriqué dans un matériau dur tel le diamant. La charge qui permet la pénétration de l'indenteur dans le matériau testé est très faible, de l'ordre de quelques micro-Newton. La théorie utilisée pour extraire les paramètres mécaniques, comme le module de Young, est inspirée de la théorie du calcul de la dureté en faisant quelques hypothèses. Pendant l'essai de nanoindentation, la force appliquée progressivement est enregistrée en fonction de la pénétration de l'indenteur, en chargement et en déchargement comme montré sur la partie c de la Figure 1.4-1. Le module d'élasticité est calculé en supposant que des déformations purement élastiques sont induites lors du déchargement et en assimilant la pente de la partie déchargement de la courbe à une raideur élastique [12]. Ainsi un module élastique équivalent est déterminé à partir des propriétés élastiques de l'indenteur

et du matériau étudié. Selon la théorie de Hertz [13], le module équivalent peut être estimé à l'aide de l'expression de la charge en fonction de l'enfoncement de l'indenteur.

L'étude de la plasticité par nanoindentation est sujette à de nombreuses limitations. En effet, quelques phénomènes expérimentaux, comme le fait que la plasticité n'a lieu que dans une zone limitée autour du poinçon, ont été expliqués par Lockett [14]. Mais néanmoins, il existe des modèles donnant la dureté du matériau en fonction de la contrainte de limite élastique [15].

Bien qu'il soit très apprécié pour caractériser les matériaux utilisés dans la fabrication des micro et nano systèmes, l'essai de nanoindentation présente quelques limitations :

- La surface de contact entre l'indenteur et le matériau est difficile à estimer et nécessite de faire certaines hypothèses critiques [16]
- Les couches minces caractérisées doivent être déposées sur des substrats rigides
- Le matériau étudié doit être homogène, isotrope et semi infini

L'application d'un tel essai n'est pas fiable dans le cas de matériau poreux du fait de l'inhomogénéité

1.4.4. La Micro-flexion

La micro flexion est un essai mécanique utilisé pour caractériser des micro-poutres (encastrement à une extrémité), des micro-ponts (encastrement aux deux extrémités) ou des micro-membranes avec des encastrements aux quatre cotés. Le principe de cet essai consiste à faire fléchir l'échantillon étudié en lui appliquant une charge ponctuelle comme illustré sur la

Figure 1.4-2. Lors d'un essai de micro-flexion la charge est enregistrée en continu en fonction de la déflexion de l'échantillon.

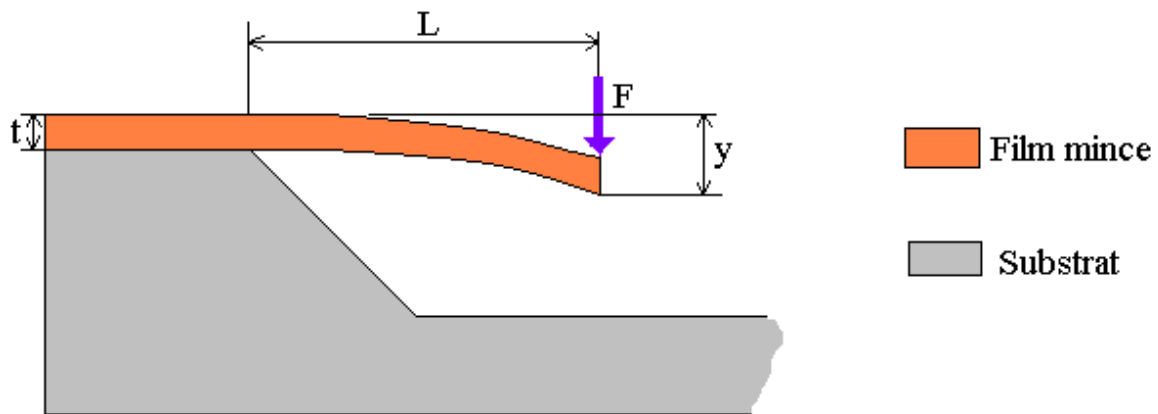


Figure 1.4-2. Schéma représentant l'essai de micro-flexion sur une micro-poutre encastrée à une extrémité

Les propriétés élastiques du matériau comme le module d'Young, le coefficient de Poisson et les contraintes internes peuvent être extraites en utilisant un modèle mathématique liant la charge appliquée à la flèche de l'échantillon. Le module d'Young par exemple peut être déterminé à partir de l'équation suivante :

$$E = \frac{FL^3}{3yI} \quad \text{I-1}$$

Avec F la charge appliquée, L la longueur de la poutre, y la flèche produite par la charge et I le moment d'inertie de surface de la micro poutre qui s'exprime en fonction de la géométrie de la section droite. Comme nous pouvons le constater, il y a une forte dépendance entre le module d'Young et les dimensions géométriques de la poutre. De ce fait, pour avoir une mesure fiable du module d'élasticité par cette méthode, il est primordial que les mesures géométriques soient effectuées avec une très bonne précision. Outre les géométries rectangulaires couramment étudiées dans la littérature [17], il existe une autre géométrie peu courante qui présente l'avantage d'avoir un moment de flexion constant, il s'agit des géométries triangulaires peu étudiées dans la littérature [18]. La machine de nanoindentation est généralement utilisée pour effectuer le test de micro-flexion, cependant, au lieu d'imprimer une empreinte dans le matériau testé, l'indenteur applique une force sur l'échantillon étudié dans le but de le faire fléchir. Une des complexités de cette méthode réside dans l'identification du contact entre l'indenteur et l'échantillon. Il faut aussi préciser que la fabrication des structures de test est assez complexe et a un coût non négligeable.

1.4.5. La micro-vibrométrie

La micro-vibrométrie est un essai mécanique utilisé pour étudier les modes de vibration d'un film mince sous forme d'une micro-poutre, micro-pont ou micro-membrane. Cet essai permet l'évaluation de propriétés mécaniques du matériau comme le module d'élasticité et le coefficient de Poisson. La vibrométrie a été développée pour l'étude des matériaux massifs, K.E. Petersen [19] fut le premier à l'appliquer à des micro-poutres 1978. Le principe de cette technique consiste à soumettre les microstructures étudiées à des vibrations harmoniques forcées, l'excitation est obtenue grâce à une céramique piézoélectrique [20]. Les fréquences propres ainsi que les déformations des structures à la résonance, sont mesurées par microscopie interférométrique.

1.5. Le gonflement de membranes

Toutes les techniques décrites précédemment présentent quelques limitations et inconvénients pour mesurer les propriétés élastiques et la contrainte initiale. De plus, aucune de ces techniques ne permet de déterminer à la fois les propriétés élastiques et la contrainte initiale avec précision.

Le test de gonflement de membrane est une technique utilisée pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux, en particulier le module d'Young, le coefficient de Poisson et la contrainte initiale. Ce test est une solution intéressante, car économique, simple et fiable. Nous avons tenté d'améliorer sa fiabilité et sa précision tout en automatisant certaines fonctions en vue d'un transfert vers une exploitation industrielle, c'est l'objet de ce manuscrit.

Les membranes utilisées peuvent être de géométrie carrée, rectangulaire ou circulaire. Il s'agit d'appliquer une pression hydrostatique à la membrane dans le but de la faire fléchir. Les données de mesure de la pression en fonction de la déflexion sont utilisées pour extraire les propriétés mécaniques du matériau moyennant un modèle mathématique approprié qui lie la pression à la déflexion. La Figure 1.5-1 montre le principe de cet essai.

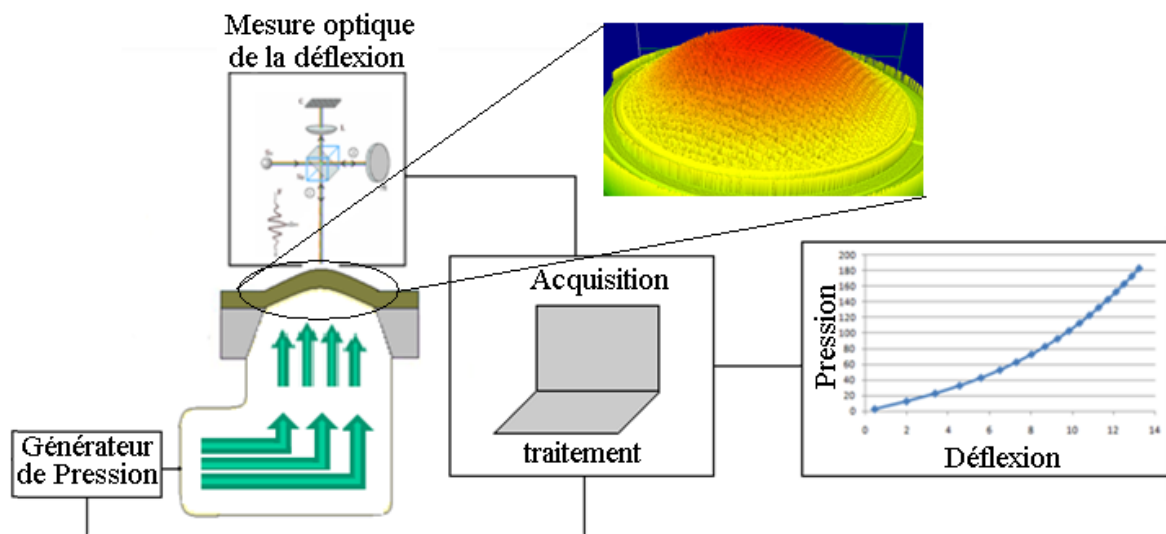


Figure 1.5-1. Schéma de principe du test de gonflement de membrane

Sur la Figure 1.5-1, nous pouvons voir les principaux matériels nécessaires pour la mise en place de ce test. Un générateur de pression est relié à la fois à un capteur de pression de haute précision et au porte échantillon par l'intermédiaire d'un circuit pneumatique hermétique. La déflexion de la membrane est mesurée par un appareil utilisant une méthode sans contact, ici un profilomètre optique. Un programme informatique est nécessaire pour connecter les différents appareils entre eux et pour contrôler le déroulement itératif et automatique des mesures.

Le principe de la technique est relativement simple, mais la réalisation recèle quelques difficultés. Celles-ci concernent aussi bien la mise en place d'un appareillage performant, capable de mesurer avec précision, à l'échelle des microstructures la pression et la déflexion, que l'interprétation de la théorie elle-même décrivant la loi de comportement au centre de la membrane. Une grande partie de ce travail de thèse a été consacrée à la mise en place d'un test de gonflement fiable et capable de donner des résultats répétitifs. Dans les paragraphes suivants, nous allons décrire l'état de l'art dédié à l'exploitation des membranes pour ce type de caractérisation.

1.5.1. Historique

Les travaux d'Euler concernant la théorie des poutres développée en 1770, ont inspiré Jakob Bernoulli dans l'étude des réseaux bidimensionnels de lignes élastiques, ce fut le début de la théorie des plaques. Il fallut attendre près d'un siècle pour voir les premiers développements de cette théorie, tout d'abord par Hermann Aron en 1873 et ensuite par Augustus Adward Hough Love en 1888 qui a généralisé la théorie des plaques à un modèle

tridimensionnel (voir réf [21] page 21). Le début de la théorie du gonflement de membrane a commencé en 1915 par Henky [22]. Il a établi un modèle mathématique traduisant le comportement mécanique des membranes de géométrie circulaire soumise à une pression différentielle. Dans sa publication, Henky dérive les équations des contraintes et des déformations en supposant que la résistance à la flexion est négligeable, il trouve une solution en utilisant des séries de puissances. Cette solution, valable seulement en large déflexion du film mince, est toujours utilisée. Mais son premier modèle mathématique a été abandonné car il ne tenait pas compte de la contrainte initiale du film mince.

Les premiers résultats expérimentaux ont été publiés par Beams [23] en 1959. Celui-ci a mis en place une expérience pour appliquer la technique de gonflement à des membranes de géométrie circulaire. Deux matériaux ont été utilisés dans cette étude : l'or et l'argent. Les propriétés mécaniques ont été déterminées avec une certaine dispersion, celle-ci est due aux méthodes de micro-usinage du substrat, ainsi qu'aux approximations liées au modèle utilisé.

Si la théorie de gonflement des membranes a connu un grand développement, c'est grâce à une large contribution de Timoshenko [24]. Ce dernier a apporté des solutions pour un grand nombre de géométries de membranes et de conditions. Beaucoup de chercheurs se sont inspirés de sa théorie de minimisation de l'énergie potentielle pour apporter des solutions proches de la réalité pour des membranes de géométries carrées et rectangulaires infiniment longues dont le rapport de forme (longueur/largeur) est supérieur ou égal à quatre. Depuis la représentation théorique de l'équation de gonflement n'a cessé de s'améliorer. Cette représentation a la forme de l'équation I-2 ci-dessous

$$P = C_1 \frac{t\sigma_0}{a^2} w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a}\right) \frac{tE}{a^4(1-\nu)} w_0^3 + \frac{t^3 E}{12 \alpha a^4(1-\nu^2)} w_0 \quad (\text{I-2})$$

Où t , a et b représentent respectivement l'épaisseur, la demi-largeur et la demi-longueur de la membrane. Le premier terme de l'équation caractérise l'effet linéaire des contraintes résiduelles (σ_0) dans le film. Le deuxième terme est lié à l'étirement de la membrane sous l'effet de la pression et fait intervenir le module d'Young (E) du matériau et le coefficient de Poisson (ν). Enfin le dernier terme correspond à la flexion libre de la membrane. Il fait intervenir un coefficient α , celui-ci ne dépend pas des propriétés du matériau mais seulement de la géométrie de la membrane.

C_1 , C_2 sont des constantes qui dépendent de la géométrie de la membrane pour C_1 et de la géométrie et du coefficient de Poisson pour C_2 . Ces deux coefficients ont été calculés de plusieurs façons différentes et par plusieurs auteurs. Le coefficient α est calculé et répertorié

en fonction de la géométrie de la membrane par Timoshenko [24]. Les trois termes de l'équation traduisent parfaitement bien le phénomène physique et ce sont les coefficients C_1 et C_2 qui permettent d'adapter l'équation aux diverses formes de membranes. Les travaux sur le modèle analytique portent donc essentiellement sur ces deux coefficients.

Les années 1980 ont été marquées par l'apparition des micro-capteurs et actionneurs qui comportent des structures mécaniques mobiles. Le développement continu des microsystèmes et leur démocratisation dans pratiquement toutes les branches de l'industrie nécessitent une bonne connaissance des matériaux qui les composent. A la fin des années 1980 un grand nombre d'articles scientifiques traitant de la technique de gonflement de membrane ont parus. Certains mettent en cause le modèle théorique de l'équation de gonflement, et d'autres apportent des améliorations sur l'utilisation de la technique. La Figure 1.5-2, montre un graphique représentant l'évolution du nombre des études traitant du gonflement de membrane entre les années 1975 et 2010. Les données utilisées dans ce graphique sont issues du site commercial « isi web of knowledge » [25] en cherchant toutes les publications dont les sujets parlent de la technique de gonflement de membrane.

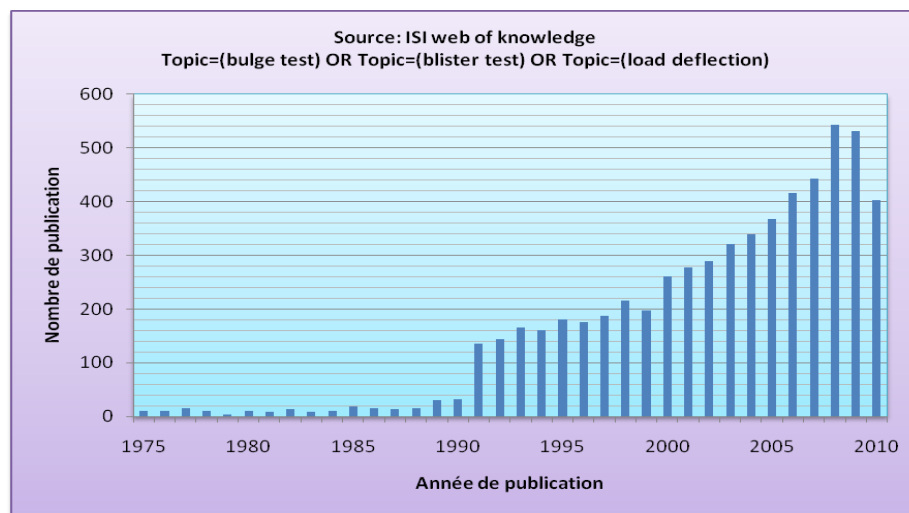


Figure 1.5-2. Nombre de publications scientifiques traitant la technique de gonflement de membrane

Comme nous pouvons le constater, à partir de 1989 le nombre des publications n'a cessé d'augmenter significativement d'année en année. La publication qui a le plus marqué cette période est probablement celle de Tabata [26]. Dans son papier, Tabata a proposé des expressions des coefficients C_1 et C_2 de l'équation de gonflement dans le cas de membranes de géométries carrées et rectangulaires. Ces deux coefficients ont été calculés en utilisant la technique de minimisation de l'énergie potentielle et des conditions aux limites considérant l'encastrement comme parfait aux bords de la membrane. Pour faire ce calcul, Tabata a utilisé des fonctions de déplacement qui correspondent au premier terme des séries de Fourier.

Ne correspondant pas au cas réel du test de gonflement, les coefficients C1 et C2, proposés par Tabata, ont été ensuite corrigés ou redéfinis, par plusieurs autres auteurs. Tout d'abord, en 1990 où Pan [27] a déterminé des coefficients plus satisfaisants en utilisant des calculs par éléments finis. Ensuite, en 1992 Vlassak [7] a proposé un champ de déplacement respectant mieux les conditions aux limites et a utilisé la technique de minimisation de l'énergie potentielle pour redéfinir ces coefficients. En 1995 Maier-Schneider [28] et son équipe ont proposé une correction au champ de déplacement utilisé par Tabata. En 1997, E. Bonnotte [29] a calculé par éléments finis et par recalage des coefficients correcteurs à multiplier par les coefficients initialement proposés par Tabata

Toutes ces améliorations ont rendu le test de gonflement de membrane un moyen performant pour la caractérisation mécanique des films minces. Aujourd'hui le test de gonflement connaît une grande popularité dans le milieu de la mécanique des micros et nanostructures, d'une part en tirant profit du développement continu de la technologie des MEMS, et d'autre part grâce au fait de donner des informations sur plusieurs propriétés mécaniques à l'issue d'un test unique.

1.5.2. Analyse de la fiabilité des mesures et des résultats

Malgré tous les avantages que cette technique de caractérisation peut apporter, ses limites n'ont pas encore été bien explorées. De plus, pour obtenir des mesures fiables il faut adopter un protocole rigoureux afin d'éviter de nombreuses sources d'erreurs et d'incertitudes qui peuvent conduire à des mauvais résultats et mauvaises interprétations. Ces sources d'erreurs et d'incertitudes peuvent être classées selon deux catégories différentes :

- Erreurs relatives à la structure de test. (Fabrication des échantillons, mesures géométriques,...)
- Erreurs relatives au principe de l'essai. (Incertitudes des modèles mathématiques, utilisation des données pression-déflexion, ...)

1.5.2.1. Effet du procédé de fabrication des structures de test

Les structures de test sont sous forme de films minces déposés sur un substrat rigide (généralement du silicium). Ces structures sont d'une fragilité considérable et lors de la fabrication, elles doivent résister à de nombreuses manipulations le long des différentes étapes du procédé technologique. Outre ce problème de manipulation, il existe d'autres problèmes concernant notamment les étapes de fabrication des structures de test, et en particulier les différentes gravures effectuées pour obtenir les échantillons. En effet, le substrat subit une gravure par la technique de micro-usinage en salle blanche. Cette gravure peut être effectuée

de deux manières différentes : soit par voie humide, solution chimique attaquant la partie non protégée du substrat et qui correspond à la géométrie de la membrane ; soit par voie sèche en utilisant un plasma. Ces deux types de gravures peuvent générer des états de surface médiocres. En effet, une légère altération de l'état de gravure ou de la composition de la solution peut entraîner la production de défauts de surface hautement indésirables tels que micro-pyramides ou des cavités [30], ceci peut avoir une influence lors de l'interprétation des résultats de caractérisation et en particulier sur la rigidité et sur l'état de contrainte initiale de la membrane.

L'uniformité de la gravure est un autre facteur à prendre en considération. En effet, il a été reporté par Saadaoui [31] que les profils obtenus après gravure DRIE (Deep Reactive Ions Etching) présentent des déviations par rapport à la direction verticale à partir d'une certaine profondeur. La Figure 1.5-3 montre une vue au MEB (Microscope électronique à balayage) issue de cette étude

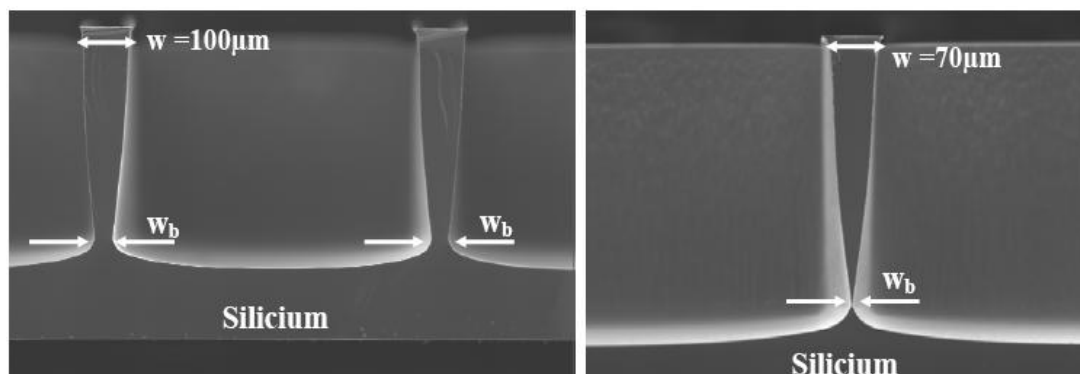


Figure 1.5-3. Profil de gravure DRIE de silicium [31]

L'importance de la déviation de la gravure est proportionnelle à la profondeur de celle-ci et à la largeur du mur. Ce phénomène pourrait avoir de grandes conséquences et en particulier sur la précision de la mesure des dimensions latérales de la membrane.

1.5.2.2. Effet du choix de la face d'application

Il n'existe pas de norme dans la littérature qui permette de choisir une face plutôt que l'autre. On peut trouver certains auteurs qui appliquent la pression dans la cavité du support, comme Vlassak [7], alors que d'autres l'appliquent sur la face supérieure, comme Tabata [26]. Mitchell et al [32] ont étudié la question et ont abouti aux conclusions suivantes : pour les structures où la pression a été appliquée dans la cavité, on obtient un résultat de caractérisation plus précis, et le profil de la membrane déformée correspond au modèle théorique de Schneider [28] uniquement en basse pression. Quand la pression est appliquée

sur la face avant de la structure, le profil correspond au modèle théorique pour toute la gamme de la pression.

1.5.2.3. Effet de la fixation de la structure de test

Pour réussir un test de gonflement de membrane, il faut que l'échantillon testé reste immobile pendant toute la durée du test. Il existe plusieurs façons d'effectuer ceci, nous allons présenter deux des méthodes les plus répandues dans la littérature.

La première méthode consiste à fixer la structure de test sur un porte échantillon en utilisant une colle spéciale. Cette méthode a quelques inconvénients, parmi ceux-ci, on peut citer la création d'un moment de flexion comme illustré sur la partie (a) de la Figure 1.5-4. Ceci provoque une erreur de mesure de la déflexion de la membrane [33].

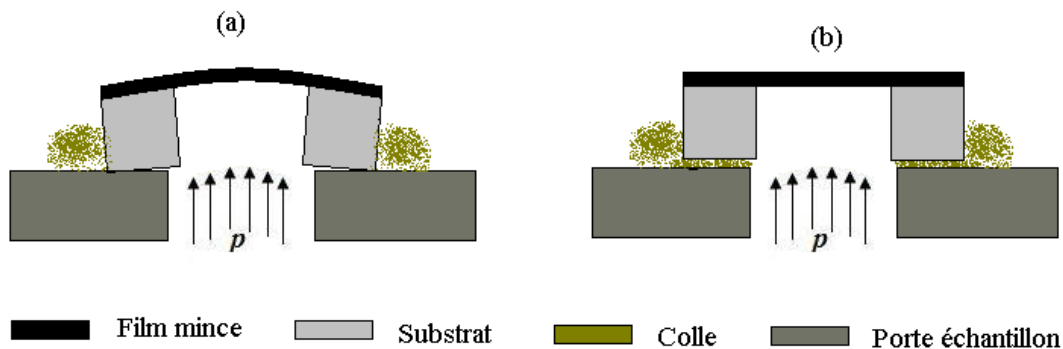


Figure 1.5-4. Fixation de la structure de test dans le port-échantillon par une colle spéciale

Certains auteurs ont proposé une solution pour pallier ce phénomène, comme par exemple faire d'abord fondre la colle pour uniformiser son dépôt et éliminer les effets des moments de flexion [32], partie (b) de la Figure 1.5-4. Cette technique est fiable pour immobiliser l'échantillon mais le fait de chauffer la colle risque de modifier la contrainte initiale du matériau étudié. En plus de cet inconvénient, il y a le risque d'endommager l'échantillon, en effet, pour avoir un bon collage, il faut exercer une pression sur le substrat et ceci peut provoquer une fissuration ou une rupture du film mince. Sans oublier que cette technique de fixation rend l'essai destructif.

La deuxième méthode est celle qui est la plus citée dans la littérature [34], elle consiste à utiliser un montage de fixation par vis (couvercle vissé). L'herméticité est assurée par des joints toriques positionnés de part et d'autre la structure de test. La Figure 1.5-5 montre un schéma décrivant ce montage.

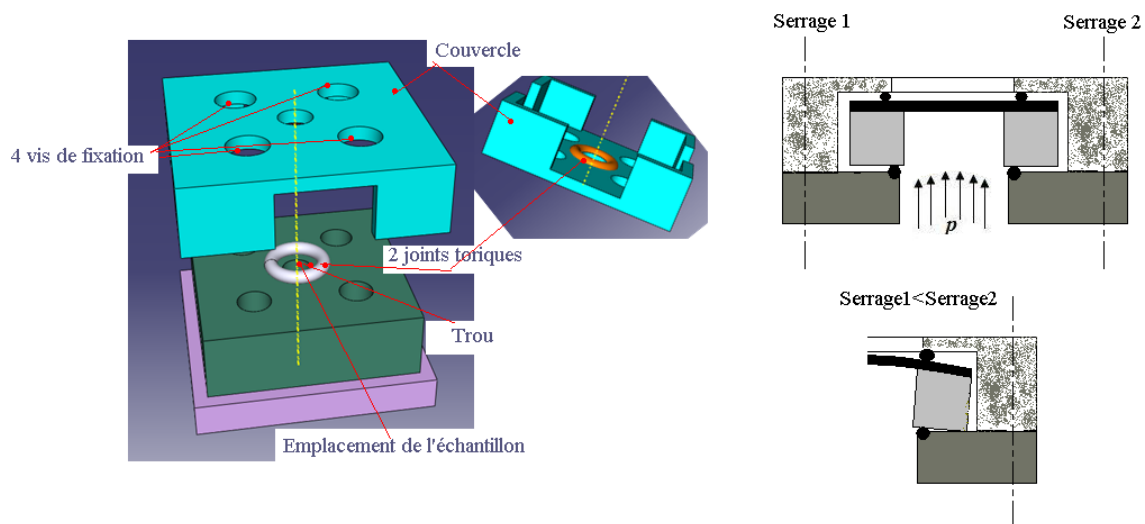


Figure 1.5-5. Fixation de la structure de test dans le porte échantillon par un couvercle vissé

En apparence, ce type de fixation semble être plus performant que le précédent, car il permet d'avoir une meilleure planéité de l'échantillon. Mais ce montage présente deux inconvénients majeurs :

- Il n'est pas aisé d'atteindre une bonne étanchéité car, étant donnée la fragilité des structures de test, si le serrage des vis de fixation est fort, il y a un risque énorme de fissurer l'échantillon.
- Et d'autre part, le principal problème de ce montage vient du fait qu'il est quasi impossible que les efforts de serrage des quatre vis de fixation soient égaux. De ce fait, la fixation de la structure de test dans le porte échantillon est déséquilibrée, ce qui entraîne la flexion de l'échantillon du côté où le serrage est le plus important, comme illustré dans la Figure 1.5-5.

Nous avons étudié ce phénomène avec attention et une solution de fixation de l'échantillon est proposée dans le chapitre II.

1.5.2.4. Effet de la précision des mesures

1.5.2.4.1. Mesures géométriques

La loi qui lie la pression à la déflexion d'une membrane soumise à un test de gonflement est modélisée par l'équation I-2. Dans le cas de grandes déformations, cette équation peut être simplifiée par l'équation I-3 suivante [26][28][7][23][29] :

$$P = C_1 \frac{t\sigma_0}{a^2} w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a}\right) \frac{tE}{a^4(1-\nu)} w_0^3 \quad \text{I-3}$$

Cette équation peut être réécrite de façon à étudier le rapport P/w_0 :

$$\frac{P}{w_0} = C_1 \frac{t\sigma_0}{a^2} + C_2 \frac{tE}{a^4(1-\nu)} w_0^2 \quad \text{I-4}$$

Cette dernière équation est l'équation d'une droite dont l'abscisse est (w_0^2) et l'ordonnée (P/w_0). La pente de cette droite est une fonction du module d'Young et du coefficient de Poisson, et son ordonnée à l'origine est une fonction de la contrainte initiale. Le module d'Young est déterminé par l'équation I-5 et la contrainte initiale par l'équation I-6.

$$E = \frac{\text{Pente} \cdot (1-\nu)}{C_2 t} a^4 \quad \text{I-5}$$

$$\sigma_0 = \frac{\text{Origine}}{C_1 t} a^2 \quad \text{I-6}$$

Les dimensions géométriques, et en particulier la dimension latérale de la structure de test, jouent un rôle très important sur la précision des propriétés mécaniques recherchées. En effet, le module d'Young est en fonction de la demi-largeur à la puissance 4 et la contrainte initiale est en fonction de la demi-largeur à la puissance 2. Il est donc évident qu'une petite erreur de quelques micromètres peut se traduire par une erreur de quelques GPa sur le module d'Young et de quelques MPa sur la contrainte initiale. Il faut apporter une attention particulière au choix de l'appareillage de mesure ainsi qu'à la méthodologie de mesure.

1.5.2.4.2. Mesures de la pression et de la déflexion

La pente et l'origine de la droite $P/w_0 = f(w_0^2)$ sont obtenues en faisant une approximation par la méthode des moindres carrées. Pour obtenir une bonne approximation il faut que, d'une part, les mesures de la pression et de la déflexion soient effectuées avec la plus grande précision. Et d'autre part, il faut que l'origine de départ de la courbe, c'est-à-dire $(P, w_0) = (0)$, soit correctement déterminée. Ce dernier problème peut être provoqué par l'effet d'une mauvaise fixation de la membrane sur le porte échantillon ou par la présence de contrainte initiale compressive dans le film. Ce phénomène a été étudié par [35]. Dans cette étude, la répercussion d'une erreur systématique sur la pression et la déflexion sur le calcul du

module d'Young a été évaluée. Les graphiques de la Figure 1.5-6 montrent le résultat de calcul du module d'Young en fonction des erreurs systématiques respectivement de la pression et de la déflexion au centre de la membrane.

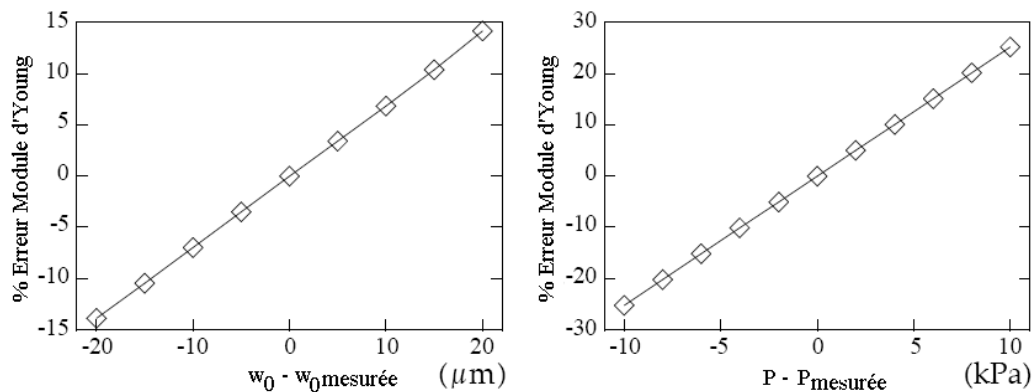


Figure 1.5-6. Influence de la présence d'une erreur systématique dans la mesure de la pression et de la déflexion sur le calcul du module d'Young [35]

Le module d'Young varie linéairement en fonction des erreurs commises sur les mesures de la pression et de la déflexion. Le calcul de la contrainte initiale n'est pas représenté graphiquement mais il se comporte similairement. Une solution à ce problème est proposée par [35], elle consiste à corriger l'équation de gonflement en tenant compte du décalage d'origine des mesures provoqué par une éventuelle erreur systématique commise sur la pression et la déflexion au centre de la membrane.

1.5.2.5. Limitation du modèle mathématique

La caractérisation mécanique par la technique de gonflement de membrane a été beaucoup controversée dès les premières mises en application. Cette controverse est due principalement à la précision du modèle théorique donnant la pression en fonction de la déflexion au centre de la membrane. Au fil du temps, beaucoup de chercheurs ont travaillé sur l'amélioration de ce modèle ; Vlassak [7] est probablement celui qui s'approche le plus à la réalité. Il y a aussi la méthode proposée par Bonnotte [29] qui permet d'apporter une correction aux coefficients $C1$ et $C2$ de l'équation de gonflement. Ces deux derniers coefficients sont très critiques et doivent être déterminés par une méthode de recalage numérique. En outre, les hypothèses considérées pour établir l'équation de gonflement sont directement liées à la précision des mesures des propriétés mécaniques. Pour ne citer que l'exemple des membranes circulaires, les hypothèses suivantes sont admises [36] :

- L'épaisseur du film est très petite comparée à sa dimension latérale
- L'énergie de flexion est négligée

- Les contraintes sont planes et restent planes après déflexion
- Le déplacement aux frontières du film est nul
- Les contraintes résiduelles dues à la fabrication sont constantes et bi-axiales dans le plan du film
- La déflexion du film a lieu dans le domaine élastique
- Le déplacement radial est égal à zéro au centre et aux bords de la membrane (voir réf [36] page 70 et 71)

1.5.2.5.1. Effet de la présence de contraintes compressives

Small [37] a étudié les effets de certains paramètres sur la précision de la caractérisation mécanique par gonflement de membranes. En présence de contrainte interne compressive, des micro-plis se forment sur le pourtour de la membrane, et l'application d'une pression ne détend pas immédiatement cette dernière. De ce fait, l'utilisation de l'hypothèse de l'axisymétrie n'est pas tout à fait juste car la répartition des plis n'est guère distribuée de façon symétrique. Or, l'axisymétrie est admise pour établir le modèle de l'équation de gonflement.

1.5.2.5.2. Discrimination des constantes élastiques

Les constantes élastiques recherchées par la méthode de gonflement, module d'Young et coefficient de Poisson, sont liées entre elles. Il est toutefois possible de combiner deux géométries de membrane, carrée et rectangulaire par exemple, pour déterminer distinctement ces deux constantes élastiques [7]. Mais dans le cas général, on suppose connu le coefficient de Poisson et on calcule le module d'Young. L'influence de l'incertitude du coefficient de Poisson sur la détermination du module d'Young est étudiée par [37].

1.5.2.5.3. Effet de la taille des structures de test

L'équation de gonflement de membrane est issue de la théorie des plaques initiée par Timoshenko [24]. Une plaque est une structure qui se caractérise par un rapport élevé entre sa dimension latérale et son épaisseur (de l'ordre de 100). La validité de l'équation de gonflement, et plus particulièrement des coefficients $C1$ et $C2$, a été vérifiée par éléments finis [38]. Le modèle est d'autant meilleur que la membrane possède une faible épaisseur comparée aux dimensions latérales. A titre d'exemple, pour une membrane carrée de 100 nm d'épaisseur, lorsque la dimension latérale devient inférieure à 200 μm les valeurs de $C1$ diminuent et ne correspondent plus à la théorie (voir réf [38] page 105 et 106). Il en est de même pour le coefficient $C2$.

1.6. Conclusion

La fiabilité des systèmes micro-électro-mécanique est fortement associée à la maîtrise et à la bonne connaissance des propriétés des matériaux qui les constituent. Les propriétés mécaniques des matériaux déposés en films minces sont souvent différentes de celles des matériaux massiques de même nom. Les techniques de caractérisation des matériaux massiques sont soumises à de nombreuses normes et réglementations, ce qui permet de limiter les sources d'erreurs et de dispersions, tandis que les essais mécaniques destinés à la caractérisation des films minces demeurent difficiles à mettre en place et à fiabiliser.

Néanmoins, il existe plusieurs techniques pour déterminer les propriétés mécaniques des films minces, le test de nanoindentation est probablement le plus utilisé. Il présente certaines limitations, surtout lorsque l'on s'intéresse aux propriétés plastiques ou encore à des matériaux poreux.

Le test de gonflement de membranes est présenté comme une alternative pour répondre aux limitations des autres techniques de caractérisation. Celui-ci permet de déterminer le module d'Young et la contrainte initiale en un test unique. La technologie de fabrication des structures de test reste relativement simple. Le modèle mathématique de l'équation de gonflement qui lie la pression appliquée à la déflexion au centre de la membrane a connu plusieurs améliorations depuis la première mise en pratique de l'essai en 1959 par Beams. Pour obtenir une bonne précision il faut prendre certaines précautions : la fixation de la structure de test dans le porte échantillon ne doit pas créer une déflexion de la membrane, et une bonne planéité est nécessaire pour mener à bien l'essai. De plus, il faut apporter une attention particulière aux mesures de l'épaisseur et de la dimension latérale de la membrane car la précision des résultats de caractérisation est fortement dépendante de la précision de ces paramètres.

Chapitre - 2. Le banc de test de gonflement de membrane

2.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous décrivons la partie matérielle du banc telle qu'elle existe actuellement. Nous avons notablement amélioré sa qualité tout au long de la thèse et participé activement à l'automatisation des mesures. Dans le domaine matériel du dispositif lui-même (capteurs, générateur de pression, appareil de mesure...), ces améliorations sont liées à la technologie que nous possédons qui ne manquera pas d'évoluer rapidement. Toutefois, en l'état, ce banc peut-être utilisé par une entreprise qui pourra effectuer des mesures de façon assez rapide avec une bonne précision et un coût de main d'œuvre réduit.

Nous avons également travaillé au protocole à mettre en œuvre pour tirer le meilleur parti du test.

Afin d'avoir une représentation synthétique de tous les points importants qui sont abordés dans ce mémoire, nous proposons un schéma synoptique du processus de mesure qui permet de situer les divers constituants :

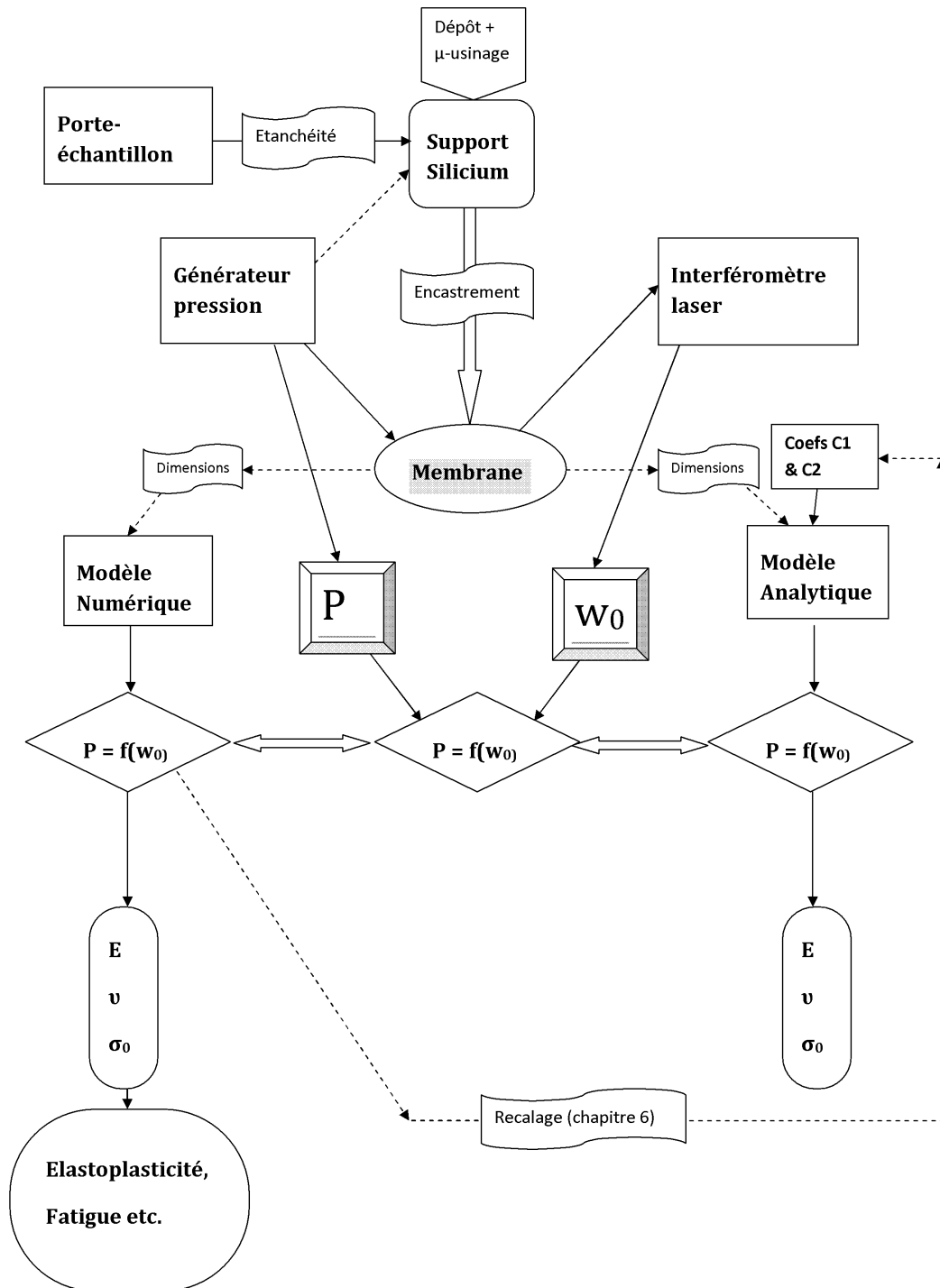


Figure 2.1-1. Schéma du processus de mesure

2.2. Rappel de la technique de caractérisation par gonflement de membranes

La technique de gonflement des membranes (Bulge test) figure parmi les méthodes de caractérisation mécanique la plus largement étudiée et utilisée. Le film mince se déforme sous l'effet d'une pression différentielle (Figure 2.2-1).

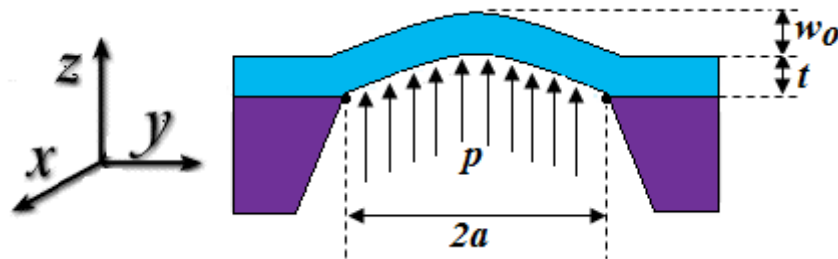


Figure 2.2-1. Déformation de la membrane soumise à une pression différentielle

La Figure 2.2-1 représente la déformation d'une membrane sous l'effet d'une pression différentielle. " $2a$ " représente la largeur de la membrane, " t " son épaisseur et " w_0 " est la déflexion obtenue sous l'effet de la pression " P ".

L'application de la pression cause une déflexion de la membrane, les données de mesure de la pression en fonction de la déflexion sont ensuite utilisées pour déterminer les propriétés élastiques du matériau étudié.

2.3. Description des différentes parties du banc de mesure

Le générateur de pression, le profilomètre optique et le porte-échantillon constituent les principales parties du banc de mesure. Le générateur de pression et le profilomètre optique sont chacun relié à un ordinateur et chaque ordinateur est équipé d'un logiciel qui permet de mesurer la pression et la déflexion. Afin de rendre possible une acquisition automatique, ces deux ordinateurs sont reliés entre eux par une liaison série, et un programme Labwindows permet de coordonner et ordonnancer les mesures. La Figure 2.3-1 montre l'ensemble du dispositif.

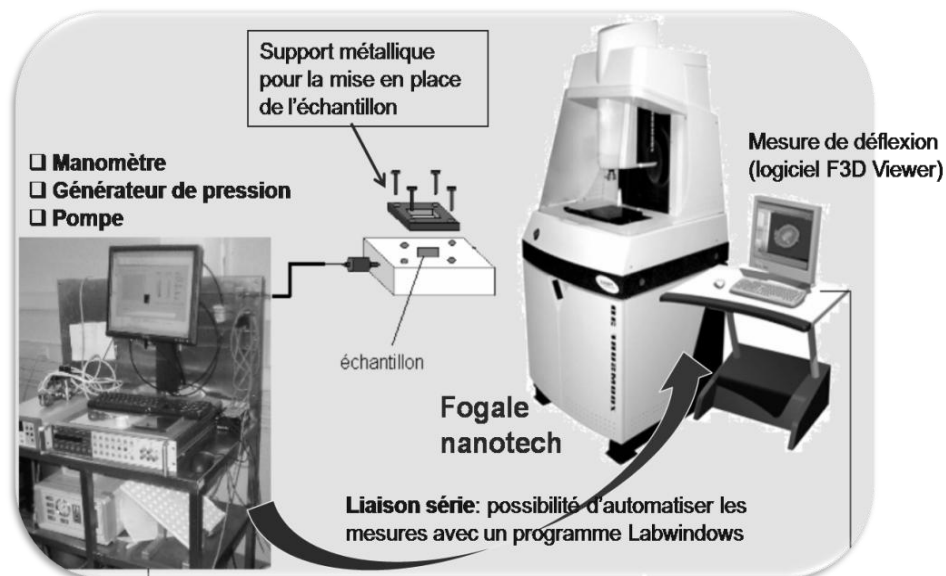


Figure 2.3-1. Banc de test de gonflement de membrane

2.3.1. Le générateur de pression

Le générateur de pression (Desgranges & Huot modèle PPC1) est un système de réglage de pression pneumatique. Il peut être utilisé en commande locale grâce à la face avant ou en commande à distance avec un ordinateur en utilisant une liaison série RS232.

Le générateur avec son capteur interne génère et stabilise la pression avec une précision d'environ ± 17 Pa sur une pleine échelle de 17 bars. Le générateur est configuré de manière à utiliser un capteur de pression externe plus précis : il s'agit d'un capteur à quartz de haute précision (Desgranges & Huot modèle RPM1). Ce couplage permet de générer et de stabiliser la pression avec une précision d'environ 1 ppm (c'est-à-dire une précision de 0,1 Pa pour une pression de 1 bar) sur une pleine échelle de 6 bars.

Il est également possible de faire fonctionner ce générateur de pression avec une pompe à vide afin de générer des pressions inférieures à la pression atmosphérique.

2.3.2. Le profilomètre optique

2.3.2.1. Principe

La vue optique de l'échantillon est convertie en une image topographique en utilisant les techniques de traitement interférométrique. La hauteur de chaque pixel est déterminée de façon indépendante, ainsi la précision obtenue est nanométrique et en un seul balayage.

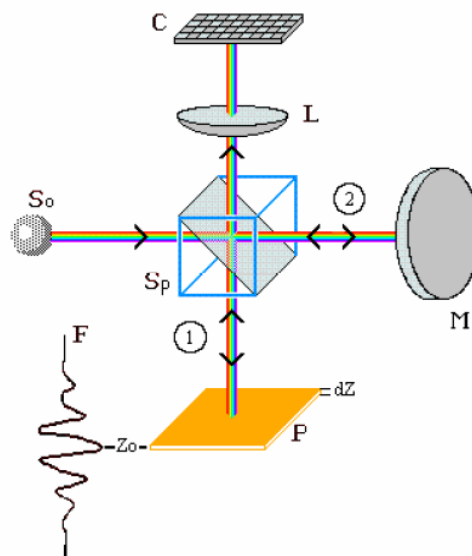


Figure 2.3-2. Principe de mesure par interférométrie optique

La Figure 2.3-2 décrit le principe de fonctionnement du profilomètre optique. L'intensité enregistrée sur un pixel est décrite comme une fonction de la hauteur de l'échantillon, appelé interférogramme.

La lumière est émise par une source lumineuse réglable (S_o). Une séparatrice (S_p) sépare la lumière incidente en deux demi-faisceaux 1 et 2. Ce dispositif est intégré à l'intérieur de l'objectif interférométrique. L'un des deux faisceaux est reflété par un miroir de référence (M), l'autre se traduit à la surface (P) ou à l'interface interne dans le cas de couches transparentes. Le cube (S_p) combine les deux faisceaux et envoie les images, par l'intermédiaire du tube de verre (L), à la caméra (C).

L'intensité $I(d)$ qui est mesurée sur un pixel de la caméra CCD, varie en fonction de la différence de longueur (d) entre les deux faisceaux 1 et 2. Une image apparaît montrant des franges d'interférences correspondant aux lignes de l'échantillon dont les hauteurs sont égales.

Avec une source de lumière monochromatique, l'intensité varie en fonction du sinus de la différence de chemin optique, à amplitude constante. La mesure de la phase des franges interférométrique est obtenue par les techniques de profilométrie appelée interférométrie à décalage de phase. Avec une source de lumière blanche, l'amplitude des franges décroît rapidement, en raison de la nature incohérente de la lumière blanche. Le maximum de contraste est situé à $d = 0$. La localisation de contraste maximum des franges est obtenue par les techniques de profilométrie appelée interférométrie en lumière blanche. Les articles

suivants ont été consacrés à l'utilisation d'un tel équipement dans le cadre du test de gonflement [39] [40].

2.3.2.2. Limites de mesurabilité

Le Profilomètre optique que nous possédons permet de mesurer des profils de surface de (100x100 μ m jusqu'à 2x2mm). La résolution latérale maximale est la même que celle des microscopes optiques classiques (diffraction limitée, 0.6 μ m), la résolution verticale peut atteindre 0.1nm, et la différence de hauteur maximale dans un seul profil peut être jusqu'à 400 μ m.

Les échantillons doivent être réflectifs (1% ou plus) et peu diffusifs. Cette technique est appliquée seulement aux surfaces où il n'y a pas de réflexion spéculaire (métal, semi-conducteur) et ne convient pas à des échantillons en fibres ou en poudre.

2.3.2.3. Calcul de la déflexion de membrane

Le logiciel F3DPILOT, fourni avec l'interféromètre optique, permet de faire des mesures topographiques de l'échantillon. Il contient des procédures permettant de calculer la déflexion de la membrane, à partir d'un fichier ouvert par rapport à un fichier de référence généralement contenu dans le même dossier. Il est également possible de calculer l'évolution de la déflexion de la membrane pour tous les fichiers du dossier par rapport au fichier de référence. Dans la zone déterminée par l'utilisateur, le logiciel retranche la membrane de référence de la membrane défléchie. Il applique un filtre médian 3x3 au résultat. Il calcule ensuite la valeur de la référence de déflexion sur le pourtour de la membrane. Il fait passer par le centre de la membrane une parabole de révolution qui permet de déterminer le point le plus haut (ou le plus bas) de la membrane et de déduire la valeur de la déflexion. Des détails supplémentaires sur le calcul de la déflexion de membrane sont donnés en annexe I.

2.3.3. Le porte-échantillon

2.3.3.1. Le porte-échantillon d'origine

Le porte-échantillon utilisé jusqu'à notre arrivée était un assemblage de deux pièces métalliques, Figure 2.3-3. Il se composait d'une base, de deux joints toriques et d'un couvercle. L'échantillon était pris en sandwich entre les deux joints, le serrage du couvercle était assuré par quatre vis. Ce porte-échantillon n'était pas correctement fixé à la table (utilisation de ruban adhésif double-face) et subissait les vibrations transmises par le flexible de mise en pression.



Figure 2.3-3. Porte échantillon à vis

Ce type de montage ne permet pas d'obtenir une bonne stabilité du système ni un serrage uniforme entre le couvercle et sa partie inférieure. En effet, il faut serrer assez fort pour assurer un bon contact et une bonne étanchéité mais pas trop pour ne pas fissurer ou abîmer l'échantillon.

Une campagne de mesure de répétabilité a été menée en utilisant ce type de porte-échantillon. Nous avons eu beaucoup de casse, l'étanchéité n'était pas toujours facile à obtenir. Nous avons réussi à effectuer quatre mesures indépendantes sur un même échantillon. La Figure 2.3-4 montre les erreurs relatives sur le calcul du module d'Young et la contrainte initiale, ces erreurs sont calculées en prenant la première mesure comme mesure de référence. Chaque mesure est obtenue après avoir fait un démontage et remontage complet du porte-échantillon.

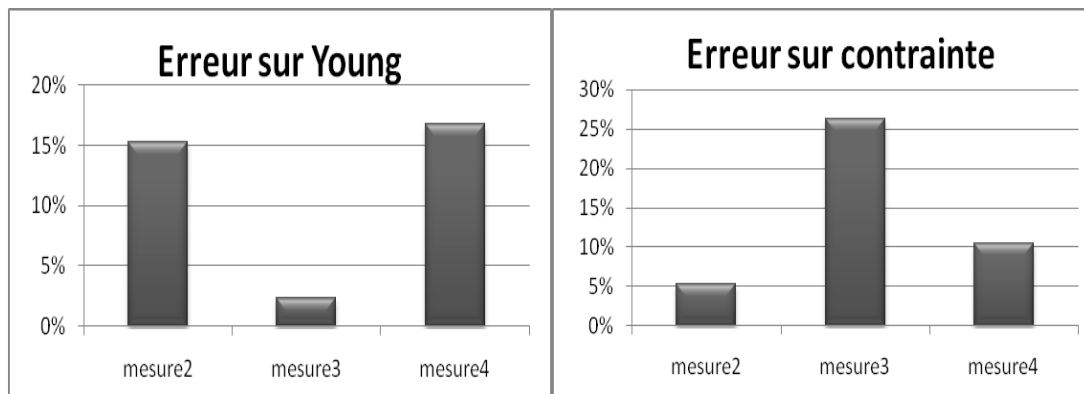


Figure 2.3-4. Mesure de répétabilité en utilisant le porte échantillon à vis

La mauvaise répétabilité des résultats est due principalement à la non uniformité du serrage et au fait que ce dispositif ne garantit pas un même positionnement de la membrane après démontage et remontage.

Pour maintenir la membrane stable pendant la mesure, nous avons maintenu le porte-échantillon dans un dispositif de serrage rigide, le tout étant ensuite positionné sur la table du profilomètre optique. Ainsi le câblage pneumatique n'a plus aucune influence sur le montage.

2.3.3.2. Les améliorations apportées au porte-échantillon

Par la suite, nous avons conçu un nouveau porte-échantillon cylindrique présenté Figure 2.3-5 dont la fermeture se fait par filetage. Cette solution permet d'avoir un serrage uniforme sur le pourtour de la membrane. Nous avons également prévu un emplacement pour bien centrer l'échantillon dans le porte-échantillon, ainsi la structure de test est bien placée à chaque fois. En résumé, les points améliorés sont les suivants :

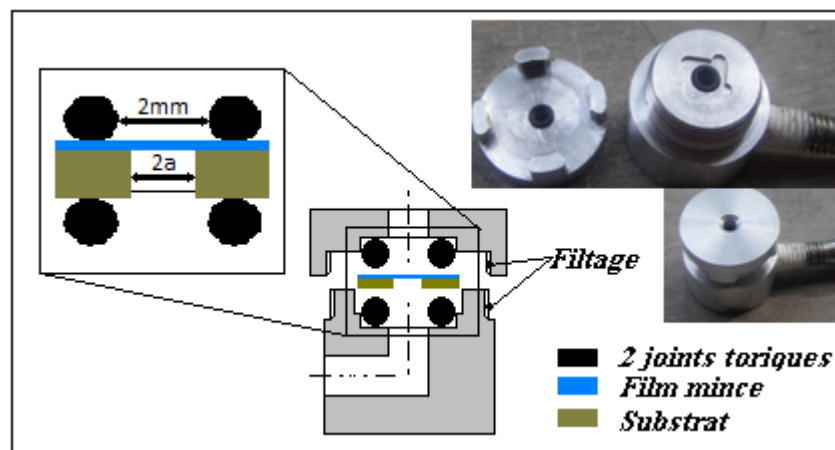


Figure 2.3-5. Nouveau porte échantillon cylindrique

- ✚ Le trou central du porte-échantillon a un diamètre de 2mm, cela correspond à peu près à la surface maximale que peut mesurer le profilomètre. Ce diamètre est exactement le diamètre intérieur des joints toriques.
- ✚ L'emplacement prévu pour centrer l'échantillon (le support de la membrane) est un carré de 5mm de côté. L'empreinte de l'échantillon est usinée pour que celui-ci reprenne sa place après démontage et soit toujours bien centré.
- ✚ Grâce au couvercle vissé, les joints sont comprimés de manière uniforme et toujours de la même valeur car le couvercle vient en butée et la force de **vissage n'est plus un paramètre**.

Dans ce nouveau montage, la taille de la membrane doit avoir des dimensions latérales voisines de 2mm, car il est dans notre intérêt d'avoir une déflexion la plus grande possible pour une pression de gonflage donnée.

Ainsi, la taille de l'échantillon est optimisée car la partie du substrat qui subit la pression est la plus petite possible autour de la membrane. Autrement dit, les joints sont aussi près que possible de la membrane. Le support de la membrane est moins déformé pour une étanchéité satisfaisante.

Nous avons également testé la répétabilité des mesures en utilisant ce nouveau porte-échantillon, comme pour l'ancien nous avons effectué une série de trois mesures indépendantes en faisant un démontage et un remontage systématique pour chaque mesure. La Figure 2.3-6 montre le résultat de la campagne d'essais de répétabilité.

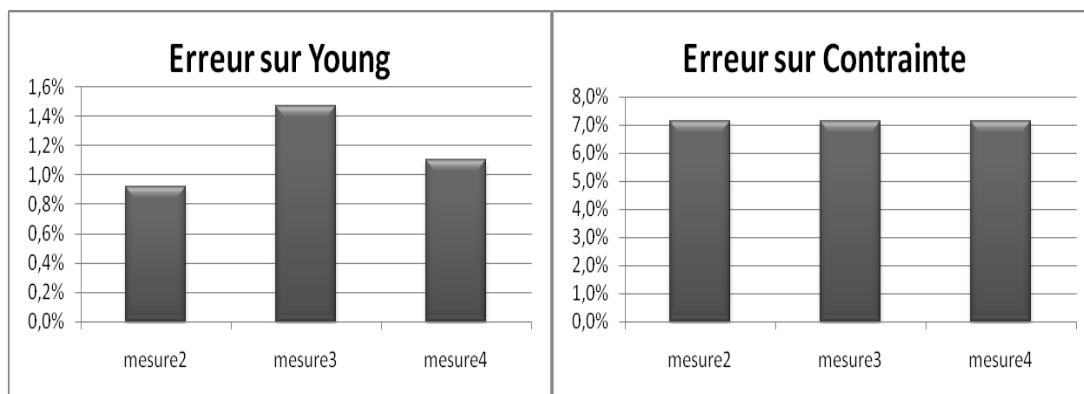


Figure 2.3-6. Mesure de répétabilité en utilisant le nouveau porte échantillon

Comme nous pouvons le constater, les écarts sont considérablement réduits en utilisant le deuxième porte échantillon. En effet, avec le premier porte échantillon, les erreurs sont de l'ordre de 15% sur le calcul du module d'Young et dépassent 25% sur le calcul de la contrainte initiale, alors qu'avec le deuxième porte échantillon les erreurs sont inférieures à 1,5% sur le module d'Young et 7% sur la contrainte initiale. Avec ces améliorations, les performances du banc de mesure ont considérablement augmentées.

2.4. Procédure d'automatisation des mesures

L'une de nos préoccupations a consisté à automatiser les mesures pour transférer le banc vers une entreprise. Après avoir longuement utilisé le banc dans son état primitif, nous avons établi un cahier des charges pour l'automatisation des mesures. Ce cahier des charges a été utilisé pour créer un utilitaire de commande.

La Figure 2.4-1 montre l'interface graphique de la procédure qui permet le contrôle du banc de test de gonflement, le langage de programmation Labwindows a été utilisé pour réaliser cette procédure.

Le banc de test de gonflement de membrane

Les principales fonctions assurées par ce logiciel sont les suivantes :

- ✚ Vérifier si les deux ordinateurs (du générateur de pression et du profilomètre optique) sont reliés entre eux.
- ✚ Envoyer des données (comme la pression) directement du clavier sans ligne de commande.
- ✚ Détecter la présence d'une fuite dans le circuit pneumatique selon un critère de deux mesures successives de la pression.
- ✚ Donner les propriétés mécaniques du matériau testé en spécifiant la géométrie de la membrane.
- ✚ Calculer la loi de comportement (contrainte vs déformation) pour les membranes de géométries infiniment longues et circulaires.
- ✚ Tracer les graphes pression déflexion, et le rapport pression sur déflexion en fonction du carré de la déflexion (P/w_0 vs w_0^2).

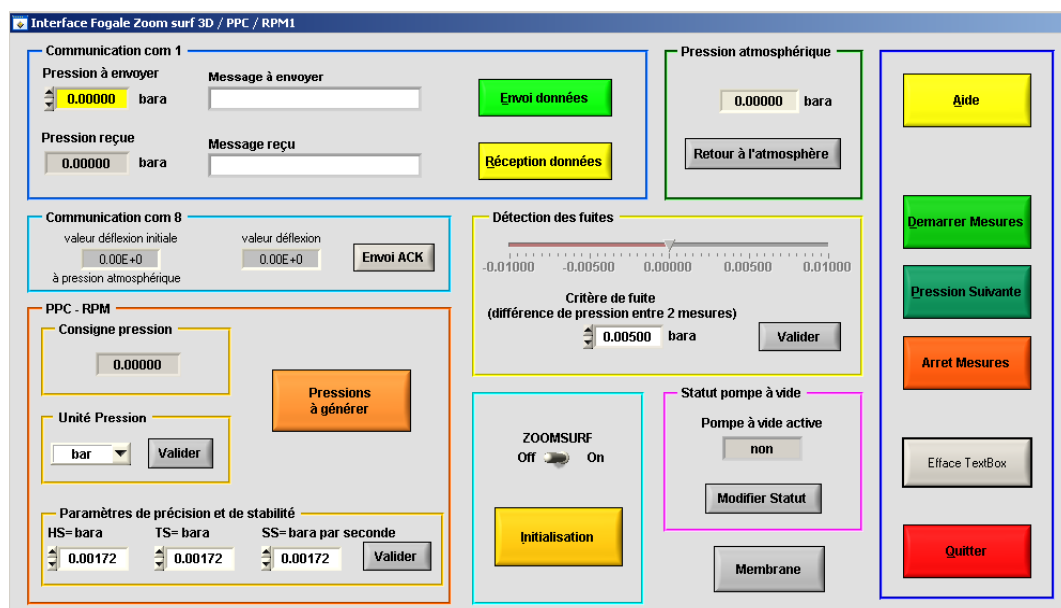


Figure 2.4-1. Interface graphique du logiciel

2.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit la partie matérielle du banc de test. Nous l'avons améliorée en traitant un certain nombre de détails. Ces principales améliorations sont principalement liées au porte-échantillon et à l'automatisation des mesures.

Dans le chapitre suivant nous nous intéressons aux modèles de comportement de la membrane lorsqu'elle subit le gonflement.

Chapitre - 3. Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

3.1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons montrer comment nous avons analysé point par point toutes les variantes existantes dans la littérature du modèle analytique de gonflement, et ce que permettent les modèles éléments finis. Nous souhaitons en particulier évaluer les incertitudes respectives qu'ils engendrent. En effet dans le but d'améliorer la précision globale du dispositif, nous devons également faire cette évolution et composer les modèles de ce point de vue.

Le modèle analytique est fortement lié à la géométrie de la membrane étudiée, c'est pour cette raison que nous traitons les différentes formes, rectangulaires carrées et rondes, en des paragraphes distincts.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'application de ces modèles au comportement élastoplastique.

3.2. Modélisation analytique

3.2.1. Cas des membranes de géométrie circulaire

La théorie de gonflement de membranes a d'abord été étudiée pour des formes circulaires. Quatre méthodes différentes ont été investiguées pour trouver la relation qui lie la pression à la déflexion de la membrane :

- Solution analytique [35] [22]
- Modèle hémisphérique pour les membranes circulaires [23]
- Minimisation de l'énergie potentielle [36]
- Solution éléments finis [27] [37]

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

3.2.1.1. Solution analytique [35][22] :

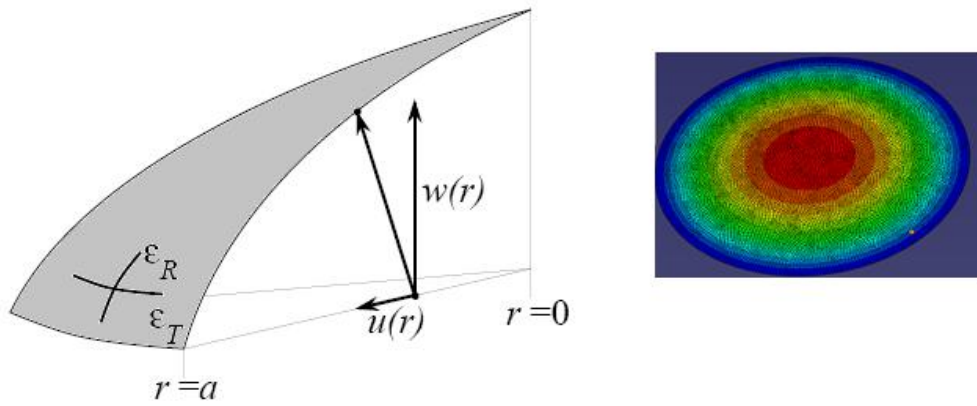


Figure 3.2-1. Fonctions de déplacement pour une membrane circulaire soumise à une pression P

A l'équilibre, on obtient le système d'équations III-1 suivant :

$$\begin{aligned}\sigma_r t \cdot 2\pi \cdot \frac{dw}{dr} + r^2 \pi p &= 0 \\ \sigma_r \frac{dw}{dr} + \frac{rp}{2t} &= 0 \\ \frac{dw}{dr} &= -\frac{rp}{2t\sigma_r}\end{aligned}\tag{III-1}$$

Les équations différentielles de la déformation en fonction du déplacement qui décrivent ce problème sont données par Timoshenko [24] :

$$\begin{aligned}\varepsilon_r &= \frac{du}{dr} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw}{dr} \right)^2 \\ \varepsilon_t &= \frac{u}{r} + \varepsilon_0\end{aligned}\tag{III-2}$$

Les contraintes radiales et tangentielles de la membrane en fonction des déformations peuvent être exprimées par application de la loi de Hooke.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

$$\begin{aligned}\sigma_r &= \frac{E}{1-\nu^2}(\varepsilon_r + \nu\varepsilon_t) \\ \sigma_t &= \frac{E}{1-\nu^2}(\varepsilon_t + \nu\varepsilon_r)\end{aligned}\tag{III-3}$$

On trouve finalement l'équation différentielle qui décrit le problème de gonflement de membrane

$$r \frac{d}{dr}(\sigma_r + \sigma_t) + \frac{E}{2} \left(\frac{dw}{dr} \right)^2 = 0\tag{III-4}$$

Une solution exacte de l'équation différentielle III-4, a été publiée par Hunky [22], il a considéré que les expressions des contraintes radiales, tangentielles et de déflexion, σ_r , σ_t et w , peuvent être écrites sous forme de séries de puissances

$$\begin{aligned}\sigma_r &= \frac{1}{4} \sqrt[3]{Ep^2 \frac{a^2}{t^2}} \sum_{k=0}^{\infty} \mathbf{B}_{2k} \left(\frac{r}{a} \right)^{2k} \\ \sigma_t &= \frac{1}{4} \sqrt[3]{Ep^2 \frac{a^2}{t^2}} \sum_{k=0}^{\infty} (2k+1) \mathbf{B}_{2k} \left(\frac{r}{a} \right)^{2k} \\ w(r) &= \sqrt[3]{\frac{pa^4}{Et}} \left\{ \sum_{k=0}^{\infty} A_{2k} - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \sum_{k=0}^{\infty} A_{2k} \left(\frac{r}{a} \right)^{2k} \right\}\end{aligned}\tag{III-5}$$

Les coefficients A_n et B_n sont déterminés à partir des équations différentielles en fonction d'un coefficient initial B_0 et en considérant les conditions aux limites suivantes :

$$w(a) = 0 \quad ; \quad \left. \frac{dw}{dr} \right|_{r=0} = 0 \quad ; \quad \sigma_t - \nu\sigma_r \Big|_{r=a} = (1-\nu)\sigma_0\tag{III-6}$$

$$\begin{aligned}B_2 &= -\frac{1}{B_0^2} \\ B_{2k+2} &= \frac{1}{(k+1)(k+2)B_0^2} \sum_{m=0}^{k-1} \sum_{n=0}^{k-m} (m+1)(m+2) B_{2m+2} B_{2n} B_{2(k-m-n)} \\ A_0 &= \frac{1}{B_0} \\ B_{2k} &= -\frac{1}{(k+1)B_0} \sum_{m=0}^{k-1} (m+1) A_{2m} B_{2(k-m)}\end{aligned}$$

III-7

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Les premiers coefficients de ces séries sont :

$$\begin{aligned} B_4 &= -\frac{2}{3B_0^5} , & B_6 &= -\frac{13}{18B_0^8} , & B_8 &= -\frac{17}{18B_0^{11}} , & B_{10} &= -\frac{37}{27B_0^{14}} \\ A_2 &= \frac{1}{2B_0^4} , & A_4 &= \frac{5}{9B_0^7} , & A_6 &= \frac{55}{72B_0^{10}} , & A_8 &= \frac{7}{6B_0^{13}} \end{aligned}$$

Le coefficient B_0 est déterminé à partir de la troisième condition aux limites :

$$\sigma_t - \nu \sigma_r \Big|_{r=a} = (1 - \nu) \sigma_0 \quad \text{III-8}$$

$$\begin{aligned} \sum_{k=0}^{\infty} (2k+1) B_{2k} - \nu \sum_{k=0}^{\infty} B_{2k} &= 4\varepsilon_0 \left(\frac{Et}{Pa} \right)^{\frac{2}{3}} \\ (1-\nu)B_0 + \frac{(\nu-3)}{B_0^2} + \frac{2(\nu-5)}{3B_0^5} + \frac{13(\nu-7)}{18B_0^8} + \dots &= 4\varepsilon_0 \left(\frac{Et}{Pa} \right)^{\frac{2}{3}} \end{aligned} \quad \text{III-9}$$

Cette équation peut être résolue numériquement, il faut noter que B_0 est une fonction de $4\varepsilon_0 (Et/pa)^{2/3}$ et par conséquent B_0 n'est pas constant pendant les mesures du test.

Le résultat analytique de l'équation de gonflement de membrane circulaire est donné par l'équation suivante :

$$\begin{aligned} P &= \frac{4\sigma_0 t}{a^2} w_0 + \frac{Et}{a^4} (1-\nu) \left(\sum_{k=0}^{\infty} A_{2k} \right)^{-3} w_0^3 \\ P &= \frac{4\sigma_0 t}{a^2} w_0 + \frac{Et}{a^4} \frac{8}{3} (1,015 - 0,247\nu) w_0^3 \end{aligned} \quad \text{III-10}$$

Par identification avec l'équation de gonflement, on peut en déduire les coefficients C_1 et C_2 .

3.2.1.2. Modèle hémisphérique [23]

Beams [23] a été le premier à mettre en application la technique de gonflement de membrane pour la caractérisation mécanique de films minces. Il considère que la membrane se déforme suivant une forme parfaitement sphérique. Figure 3.2-2

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

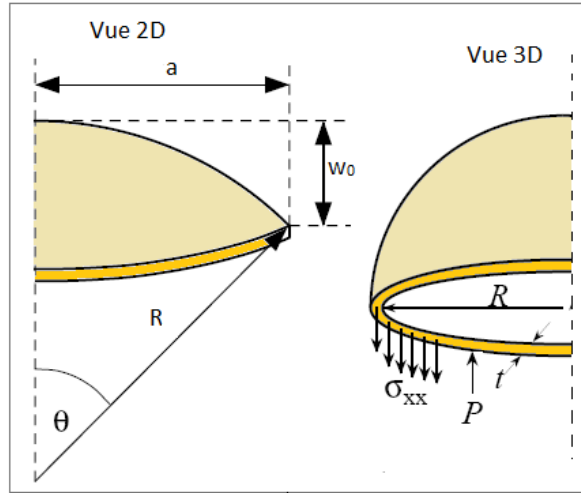


Figure 3.2-2. Membrane circulaire gonflée sous une forme sphérique

Les contraintes dans les parois d'une sphère sous l'effet d'une pression, sont calculées à l'équilibre comme suit :

$$P.R^2.\pi = (\sigma + \sigma_0)t.2\pi R \quad \text{III-11}$$

$$\sigma = \frac{PR}{2t} - \sigma_0 \quad \text{III-12}$$

Où « P » est la pression appliquée, « σ_0 » la contrainte initiale dans le film, « R » le rayon de la sphère et « t » l'épaisseur de la membrane. En utilisant le théorème de Pythagore, le rayon « R » peut être exprimé en fonction de la déflexion max « w_0 » :

$$\begin{aligned} (R - w_0)^2 + a^2 &= R^2 \\ R^2 - 2Rw_0 + w_0^2 + a^2 &= R^2 \\ R &= \frac{1}{2w_0}(w_0^2 + a^2) \end{aligned} \quad \text{III-13}$$

En considérant que la déflexion est très faible devant la dimension latérale de la membrane ($w_0 \ll a$), on obtient l'équation suivante :

$$R \approx \frac{a^2}{2w_0} \quad \text{III-14}$$

Et enfin en remplaçant R par son expression dans l'équation III-12, on obtient :

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

$$\sigma = \frac{Pa^2}{4w_0t} - \sigma_0$$
$$P = (\sigma + \sigma_0) \frac{4w_0t}{a^2}$$
III-15

Pour une membrane subissant des déformations bi-axiales, la loi de Hooke s'écrit de la manière suivante :

$$\sigma = \frac{E}{(1-\nu)} \varepsilon$$
III-16

Avec E module de Young du matériau, ν coefficient de poisson et ε déformation de la membrane. Cette dernière peut être exprimée géométriquement de la façon suivante (Voir la Figure 3.2-2) :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{R\theta - a}{a} = \frac{R\theta}{a} - 1.$$
III-17

$$\text{Mais, } \frac{a}{R} = \sin(\theta) \approx \theta - \frac{\theta^3}{6} = \theta \left(1 - \frac{\theta^2}{6}\right),$$
III-18

On peut alors écrire la déformation sous la forme suivante :

$$\varepsilon = \frac{1}{1 - \theta^2/6} - 1 \approx \left(1 + \theta^2/6\right) - 1 = \theta^2/6 = \frac{a^2}{6R^2}.$$
III-19

En utilisant l'expression de R (équation III-14), et en remplaçant dans l'équation III-11 on obtient :

$$\varepsilon = \frac{a^2}{6R^2} = \frac{2w_0^2}{3a^2}$$
III-20

Finalement, en remplaçant dans l'équation III-15, l'expression de la pression P en fonction de la déflexion au centre de la membrane w_0 s'écrit sous la forme suivante :

$$P = \frac{8Et}{3(1-\nu)a^4} w_0^3 + \frac{4\sigma_0 t}{a^2} w_0$$
III-21

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Les coefficients C_1 et C_2 peuvent être déduits par identification avec l'équation de gonflement II-6

3.2.1.3. Minimisation de l'énergie

Lin [36] a analysé ce problème pour une membrane circulaire en utilisant la minimisation de l'énergie potentielle. Il a considéré que le déplacement vertical de la membrane suit un profil hémisphérique. Quant au déplacement radial, il a considéré qu'il prend une forme cubique et il est égal à zéro au centre et aux frontières de la membrane. Il a ainsi proposé les fonctions du champ de déplacement suivantes :

$$\begin{aligned} w(r) &= w_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right) \\ u(r) &= r(a-r)(k_1 + k_2 r) \end{aligned} \quad \text{III-22}$$

Avec k_1 et k_2 sont deux coefficients inconnus, w_0 est la déflexion au centre de la membrane, a est le rayon de la membrane.

Ainsi l'énergie totale de la membrane peut être calculée, les coefficients inconnus k_1 et k_2 sont déterminés en considérant qu'à l'équilibre cette énergie est minimale.

$$\frac{\partial V}{\partial k_1} = \frac{\partial V}{\partial k_2} = 0 \quad \text{III-23}$$

Ces deux conditions permettent de trouver des expressions de k_1 et k_2 en fonction de w_0 , v et a . La troisième condition d'équilibre est $\frac{\partial V}{\partial w_0} = 0$. Ceci permet de déterminer une expression de la pression en fonction de la déflexion à partir de laquelle les coefficients C_1 et C_2 peuvent être déduits.

Le tableau III-1 suivant résume les coefficients proposés par l'ensemble de ces études :

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Tableau III-1. Coefficients C1 et C2(v) pour une membrane circulaire de rayon a

C1	C2(v)	Référence
4	$(7-\nu)/3$	LIN et al [36]
4	$8/3$	Beams. [23]
*	$8/3(1-0,241\nu)$	Small et al [37].
4	$8/3(0,974-0,233\nu)$	Pan et al [27]
4	$8/3(1,015-0,247\nu)$	Hohlfelder [35] [22]

Le tableau III-1 résume les principales études traitant le test de gonflement pour des membranes de géométrie circulaire. Pour mieux visualiser la différence entre ces études nous avons tracé le coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson. Figure 3.2-3 montre cette comparaison

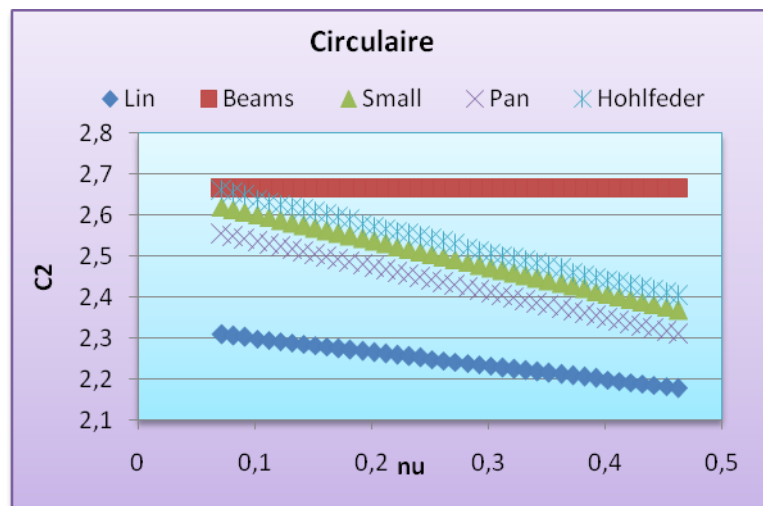


Figure 3.2-3 comparaison entre les différents analytiques pour une géométrie circulaire

Comme nous pouvons le constater, il y a une différence entre ces études, l'expression du coefficient C2 la plus utilisée et qui semble correspondre le mieux au cas réel est celle proposée par Small et al [37]

3.2.2. Membrane de géométrie rectangulaire

Soit une membrane de géométrie rectangulaire, ayant une épaisseur t , une longueur $2b$ et une largeur $2a$. Sous l'effet d'une pression hydrostatique uniformément répartie, cette membrane fléchit suivant la normale à la surface (Figure 2.2-1). L'énergie potentielle de la membrane dans le cas d'un matériau isotrope s'écrit sous la forme de l'équation III-24 [24] :

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

$$V = V_1 + V_2 - W \quad \text{III-24}$$

Où V_1 est l'énergie de déformation des contraintes externes. V_2 l'énergie de déformation élastique due aux contraintes internes, et W le travail de la structure.

$$V_1 = \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint_A \left[\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + 2\nu\varepsilon_x\varepsilon_y + \frac{1-\nu}{2}\varepsilon_{xy}^2 \right] dx dy \quad \text{III-25}$$

$$V_2 = \sigma t \iint_A (\varepsilon_x + \varepsilon_y) dx dy \quad \text{III-26}$$

$$W = \iint_A p w dx dy \quad \text{III-27}$$

Où ε_x et ε_y sont respectivement les déformations dans les directions X et Y , ε_{xy} la déformation de cisaillement dans le plan xy , E est le module de Young et ν coefficient de Poisson. ε_x , ε_y et ε_{xy} peuvent être exprimées en fonction des déplacements u , v et w dans les directions X , Y et Z . [24]

$$\begin{aligned} \varepsilon_x &= \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \\ \varepsilon_y &= \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \\ \varepsilon_{xy} &= \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \left(\frac{\partial w}{\partial x} \right) \left(\frac{\partial w}{\partial y} \right) \end{aligned} \quad \text{III-28}$$

La méthode la plus répandue pour résoudre ce problème est la minimisation de l'énergie potentielle totale du système. Une étape fondamentale de cette méthodologie de résolution consiste à choisir (prédire) le champ de déplacement (u, v, w) de la membrane. Au final, cette résolution aboutit à une relation polynomiale entre la pression et la déflexion. Cette relation est modélisée par l'équation III-29 ci-dessous :

$$P = C_1 \frac{t\sigma_0}{a^2} w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right) \frac{tE}{a^4(1-\nu)} w_0^3 + \frac{t^3 E}{12 \alpha a^4 (1-\nu^2)} w_0 \quad \text{III-29}$$

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Le premier terme de l'équation caractérise l'effet linéaire des contraintes résiduelles (σ_0) dans le film. Le deuxième terme est lié à l'étirement de la membrane sous l'effet de la pression et fait intervenir le module d'Young (E) du matériau et le coefficient de Poisson (ν). Enfin le dernier terme correspond à la flexion libre de la membrane, il fait intervenir un coefficient α . Celui-ci ne dépend pas des propriétés du matériau mais seulement de la géométrie de la membrane, il a été calculé et répertorié en fonction de la géométrie de la membrane par Timoshenko [24].

Dans le cas de grandes déformations, quand $(t/w_0)^2 \ll 1$, plusieurs auteurs considèrent que le troisième terme relatif à la flexion libre de la membrane est négligeable. Ce point sera étudié plus en détail dans la suite de ce chapitre.

C_1 , C_2 sont deux coefficients importants dans l'équation de gonflement. Le coefficient C_1 dépend de la géométrie de la membrane, et le coefficient C_2 dépend à la fois de la géométrie et du coefficient de Poisson. Ces deux coefficients peuvent être déterminés analytiquement ou par calcul en éléments finis. Leur détermination analytique dépend d'une part du choix de la fonction approchée du champ de déplacement, et d'autre part des diverses simplifications liées à la résolution par la méthode des travaux virtuels et la minimisation de l'énergie.

En 1989, Tabata et son équipe [16] ont utilisé les fonctions du champ de déplacement représentées par l'équation III-30 et proposées par Timoshenko [24], ces fonctions correspondent au premier terme des séries de Fourier :

$$\begin{aligned} u(x, y) &= u_0 \cdot \sin \frac{\pi x}{a} \cdot \cos \frac{\pi y}{2a} \\ v(x, y) &= v_0 \cdot \sin \frac{\pi y}{a} \cdot \cos \frac{\pi x}{2a} \\ w(x, y) &= w_0 \cdot \cos \frac{\pi x}{2a} \cdot \cos \frac{\pi y}{2a} \end{aligned} \quad \text{III-30}$$

$u(x,y)$ et $v(x,y)$ sont respectivement les fonctions déplacement dans le plan de la membrane, $w(x,y)$ est la déflexion de la membrane suivant l'axe de son épaisseur. u_0 , v_0 et w_0 sont les déplacements max au centre de la membrane. Ces fonctions satisfont la condition de déplacement nul aux frontières de la membrane. Tabata a proposé les coefficients C_1 et C_2 suivants :

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

$$C_1 = \frac{\pi^4(1+n^2)}{64}$$
$$C_2 = \frac{\pi^6}{32(1-\nu^2)} \left\{ \frac{9+2n^2+9n^4}{256} - \left[\frac{(4+n+n^2-4n^3-3n\nu(1+n))^2}{2\{81\pi^2(1+n^2)+128n+\nu[128n-9\pi^2(1+n^2)]\}} \right] \right\} \quad \text{III-31}$$

Avec $n=b/a$. Quand le rapport « n » est supérieur à 4, la membrane est considérée comme infiniment longue, dans ce cas de figure, le coefficient C2 ne dépend que du coefficient de Poisson du matériau.

En 1990 Pan [27] a utilisé les éléments finis pour modéliser le test de gonflement. Il a considéré une membrane de géométrie carrée avec un matériau dont le module d'élasticité, la contrainte initiale et le coefficient de Poisson étaient connus, et a calculé la déflexion pour plusieurs valeurs de pression. L'identification des résultats de simulation avec l'équation de gonflement II-6 lui a permis de déterminer les coefficients C_1 et C_2 . Les valeurs de C_1 et C_2 trouvées sont différentes de celles proposées par Tabata. En outre, une comparaison entre les mesures expérimentales et ses résultats de simulations numériques lui ont permis de mettre en cause les hypothèses analytiques d'un encastrement parfait, celles-ci ne correspondant pas au comportement réel des frontières de la membrane.

La différence entre les coefficients proposés par Pan [27] et par Tabata [16] est de 12% pour C_1 et 33% pour C_2 . Cette différence importante a conduit les chercheurs à reconsidérer les conditions aux limites du problème.

En 1992, Vlassak [7] a proposé des nouvelles fonctions du champ de déplacement dans le cas de membranes de géométrie carrée, celles-ci se rapprochent plus du comportement réel de la membrane. Les fonctions de déplacement sont sous la forme de l'équation III-32 ci-dessous :

$$u = A \frac{x}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2)$$
$$v = A \frac{y}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \quad \text{III-32}$$
$$w = w_0 \frac{1}{a^4} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \left[1 + \frac{R}{a^2} (x^2 + y^2) \right]$$

Où A , w_0 et R sont des paramètres inconnus. Les coefficients C_1 et C_2 sont obtenus par minimisation de l'énergie totale.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Il a aussi donné une solution théorique de l'équation de gonflement dans le cas de membranes infiniment longues. Les solutions données par Vlassak ont été vérifiées par essais expérimentaux, elles sont donc plus fiables que celles proposées dans les études précédentes.

En 1995, Maier-Schneider et son équipe [28] ont proposé une correction de la fonction de déplacement utilisée par Tabata dans le cas de membranes carrées, cette nouvelle fonction prend mieux en compte les conditions aux limites du problème :

$$\begin{aligned}
 u(x, y) &= \left(u_0 + u_1 \frac{x^2 + y^2}{a^2} + u_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \sin \frac{\pi x}{a} \cdot \cos \frac{\pi y}{2a} \\
 v(x, y) &= \left(u_0 + u_1 \frac{x^2 + y^2}{a^2} + u_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \sin \frac{\pi y}{a} \cdot \cos \frac{\pi x}{2a} \\
 w(x, y) &= \left(w_0 + w_1 \frac{x^2 + y^2}{a^2} + w_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \cos \frac{\pi x}{2a} \cdot \cos \frac{\pi y}{2a}
 \end{aligned}
 \tag{III-33}$$

Les coefficients C_1 et C_2 sont calculés par minimisation de l'énergie du système, le résultat obtenu est en accord avec celui proposé par Pan et son équipe [27].

En 1997, E. Bonnotte [29] a calculé par éléments finis et par recalage des coefficients correcteurs à affecter aux coefficients proposés par Tabata [16]. Le tableau III-2 résume l'ensemble des coefficients déterminés dans les études citées ci-dessus :

Tableau III-2. Coefficients C_1 et $C_2(v)$ trouvés dans la littérature				
Référence	Carrée de côté $2a$		Rectangle infiniment long	
	C_1	$C_2(v)$	C_1	$C_2(v)$
Tabata [16]	3,044	$1,473 - 0,4v$	1.61	$0.75-0.442v$
Pan [27]	3,41	$1,981 - 0,585v$	*	*
Vlassak [7]	3,393	$\frac{1}{(0,8 + 0,062v)^3}$	2	$\frac{4}{3(1+v)}$
Schneider [28]	3,45	$1,994 - 0,54v$	*	*
E. Bonnotte [29]	3,42	$1,91(1 - 0,207v)$	*	*

Pour mieux visualiser la différence entre ces différentes études, les coefficients C_2 sont tracés en fonction du coefficient de Poisson dans le cas de membranes de géométrie carrée et rectangulaire infiniment longue. Figure 3.2-4

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

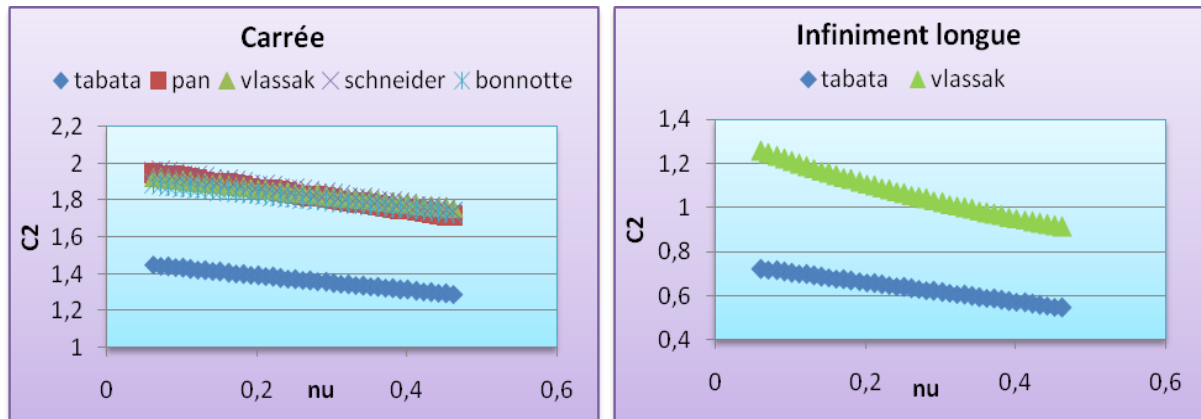


Figure 3.2-4. Comparaison entre les modèles analytiques pour des membranes carrées et infiniment longues

Les graphes de la Figure 3.2-4 montrent une comparaison entre les principaux modèles analytiques qui permettent d'obtenir l'équation de gonflement dans le cas de membranes carrées et rectangulaires. Les fonctions de déplacement proposées par Timoshenko [24] puis résolues par Tabata [16] ne sont valables que dans le cas où les déplacements sont nuls au niveau de l'encastrement. Or, dans la réalité, cette hypothèse n'est pas vraie et le substrat peut aussi fléchir provoquant ainsi un déplacement de l'encastrement. Vlassak [7] et Schneider [28] ont proposé des fonctions déplacement plus développées qui tiennent compte de l'éventuel déplacement de l'encastrement, néanmoins ces approches sont résolues par des calculs numériques complexes alors que l'approche de Timoshenko peut être résolue analytiquement.

Les solutions proposées par Tabata sont donc devenues obsolètes, elles ont été corrigées pour les membranes de géométrie carrée et infiniment longue. Mais dans le cas de membranes rectangulaires dont le rapport géométrique ne permet pas de les considérer comme infiniment longue, il n'existe toujours pas de solution fiable. **Nous proposons des coefficients C1 et C2 correspondant à ce type de membrane sont proposés dans le chapitre 6.**

3.3. La mise au point de modèles Éléments Finis (MEF)

Nous souhaitons évaluer l'apport des modèles éléments finis par rapport au modèle analytique, notamment dans le but de prendre en compte l'effet de la déformation du support mais également pour étendre la mesure aux paramètres de comportement plastique qui ne peuvent pas être déterminés sans cela. De plus les modèles éléments finis apportent des résultats sur la répartition des contraintes et donc sur les concentrations de contraintes. Ceci peut avoir un grand intérêt si l'on veut étudier la rupture ou la plasticité.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Nous avons d'abord évalué les différents types de maillages possibles qui peuvent répondre à des soucis de précision ou bien à la recherche de rapidité dans les temps de calcul.

Le logiciel commercial utilisé pour faire les simulations numériques est « Abaqus® ». Pour chacun des trois types de géométries évoqués précédemment, carrée, rectangulaire infiniment longue et circulaire, nous allons créer un modèle numérique. Les paramètres matériaux utilisés pour ces simulations sont résumés dans le tableau III-3. Pour simplifier le calcul, la contrainte initiale est considérée nulle dans une première approche.

Tableau III-3. paramètres utilisés pour faire les simulations	
E	169 GPa
ν	0.062
t	5 μ m
a	500 μ m
P	0.2MPa
σ_0	0MPa

3.3.1. Géométrie circulaire

Le test de gonflement pour des membranes de géométries circulaires peut être simulé par trois modèles éléments finis différents :

-  Modèle en éléments coques (Shell)
-  Modèle en éléments axisymétriques
-  Modèle en éléments tridimensionnels

Pour chacun de ces modèles, il existe différentes méthodes de maillage et de choix d'éléments.

3.3.1.1. Le modèle coque (Shell)

Les éléments "shell" sont définis par une surface construite dans le plan moyen d'une pièce de géométrie tridimensionnelle. Ces éléments sont utilisés pour simplifier le calcul dans le cas où une des dimensions est très inférieure aux deux autres. Pour simplifier le calcul, nous allons profiter de la symétrie du problème pour ne modéliser qu'un quart de la géométrie. Figure 3.3-1.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

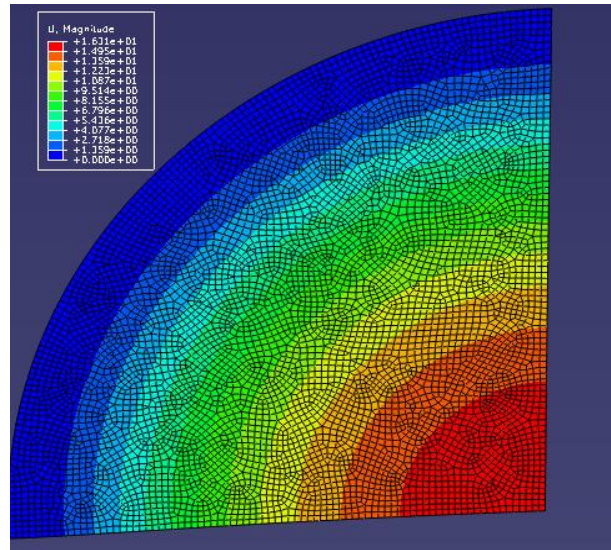


Figure 3.3-1. Champs de déplacement suivant l'axe Z. seulement un quart de la membrane est modélisé

L'élément proposé par défaut dans le logiciel est le (S4R) "élément Shell à quatre nœuds avec une intégration réduite", ce type d'élément sera utilisé dans un premier temps pour déterminer le maillage optimal. La Figure 3.3-2 montre la réponse du modèle en fonction du nombre d'éléments utilisés.

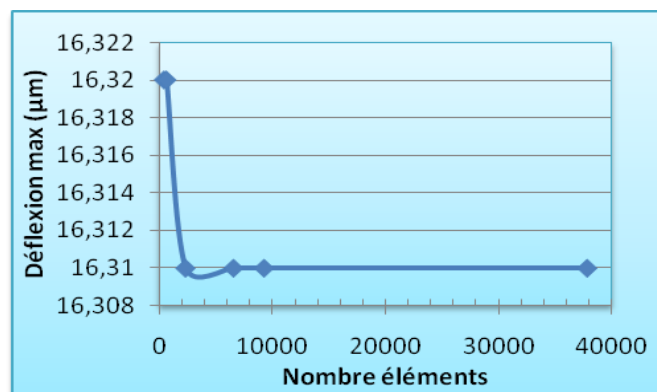


Figure 3.3-2. Optimisation du maillage pour modèle shell

Le résultat de la simulation devient constant à partir de 5000 éléments. Il existe d'autres types d'éléments compatibles avec ce genre d'étude, les quatre types d'éléments suivants sont les mieux adaptés :

- S4R. éléments shell à 4 noeuds à intégration réduite
- S4R5. éléments shell à 4 noeuds à intégration réduite et 5 degrés de libertés

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

- S8R. éléments shell à 8 noeuds à intégration réduite
- S8R5. éléments shell à 8 noeuds à intégration réduite et 5 degré de libertés

Le graphique de la Figure 3.3-3 montre une comparaison entre les quatre modèles numériques. Les temps de calculs sont déterminés en utilisant une procédure Matlab permettant dans le lancer le calcul dans le logiciel éléments finis et incluant les fonctions "tic" "toc", la fonction "tic" permet de déclencher un chronomètre, et la fonction "toc" permet de l'arrêter.

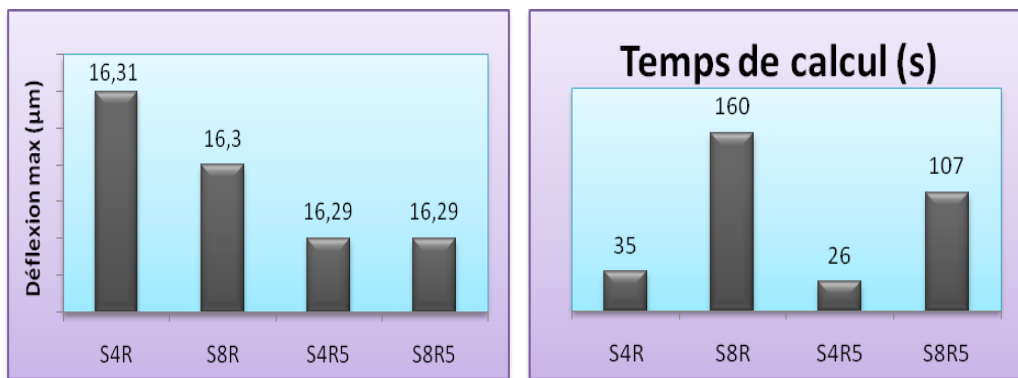


Figure 3.3-3. Comparaison entre les réponses en déflexion et du temps de calcul des différents types d'éléments

Les quatre modèles numériques donnent approximativement les mêmes réponses. La différence entre ces types d'éléments est principalement constatée au niveau des temps de calcul. Celui-ci augmente avec le nombre de nœuds, on peut constater aussi que visiblement le sixième degré de liberté (rotation suivant l'axe z) n'a pas d'influence sur la précision et le fait de le supprimer réduit le temps de calcul.

3.3.1.2. Modèle axisymétrique

Le modèle axisymétrique est une représentation dans le plan du problème. La Figure 3.3-4 montre la réponse en déflexion de la membrane.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

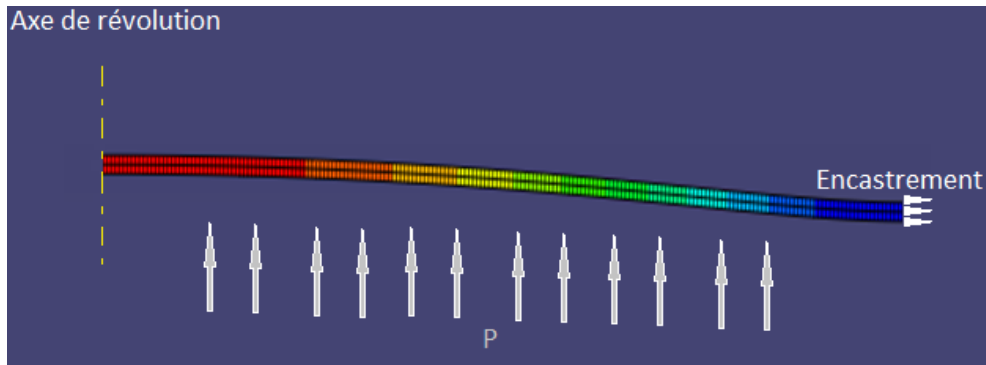


Figure 3.3-4. Modèle axisymétrique

La représentation axisymétrique permet de simplifier considérablement le problème sans pour autant perdre en précision. Il existe 2 principaux éléments qui peuvent être utilisés pour discrétiser la géométrie : des éléments axisymétriques à 4 nœuds "CAX4R", ou à 8 nœuds "CAX8R". Pour les départager, nous avons comparé leurs performances. Figure 3.3-5.

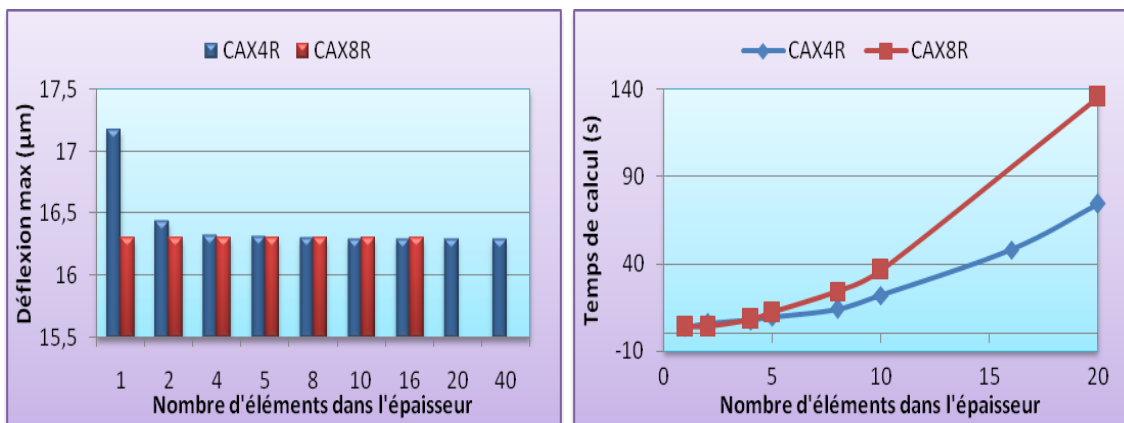


Figure 3.3-5. Comparaison entre les résultats des types d'éléments axisymétriques

Le maillage est raffiné de telle sorte que tous les éléments soient carrés, et ce pour n'importe quel nombre d'éléments dans l'épaisseur. Par conséquent, plus le nombre d'éléments dans l'épaisseur est grand, plus leur taille est petite et plus leur nombre total est important.

À partir du graphique de la Figure 3.3-5, nous pouvons constater que le nombre d'éléments dans l'épaisseur a une influence sur le résultat seulement quand on utilise les éléments à quatre nœuds "CAX4R", tandis que pour les éléments à huit nœuds "CAX8R" le résultat demeure constant en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur. Pour un même nombre d'éléments, le temps de calcul est évidemment plus long avec les éléments à huit

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

nœuds. Pour un meilleur rapport qualité du résultat / temps de calcul, les éléments "CAX8R" peuvent être utilisés en mettant seulement cinq éléments dans l'épaisseur.

3.3.1.3. Modèle 3D

Le modèle 3D est une représentation tridimensionnelle du problème. Pour une question de simplification de calcul et donc de réduction de temps de calcul, on peut utiliser la symétrie et ne modéliser qu'un quart de la pièce ou même un secteur de quelques degrés seulement. Figure 3.3-6

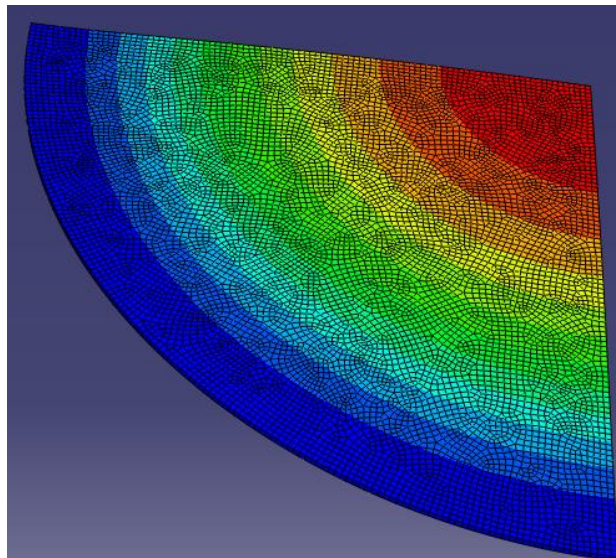


Figure 3.3-6. Modèle tridimensionnel

Comme pour le modèle axisymétrique, le maillage est raffiné de manière à ce que tous les éléments composant la géométrie soient de forme cubique. Pour une question de temps de calcul nous n'avons simulé que deux types de maillage, le premier avec un seul élément dans l'épaisseur et le deuxième avec deux éléments dans l'épaisseur. Pour pouvoir simuler avec davantage d'éléments dans l'épaisseur, il faudrait simplifier encore plus le problème. Nous travaillons sur un modèle où la géométrie est réduite d'un quart à seulement un secteur de 3° avec les conditions de symétrie adéquates.

Il existe deux types d'éléments pour discrétiser la géométrie tridimensionnelle de ce modèle : les éléments cubiques à 8 nœuds "C3D8", ou les éléments cubiques à 20 nœuds "C3D20R". La Figure 3.3-7 montre une comparaison graphique entre ces deux types d'éléments. Les deux critères de comparaison sont le résultat de simulation et le temps de calcul.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

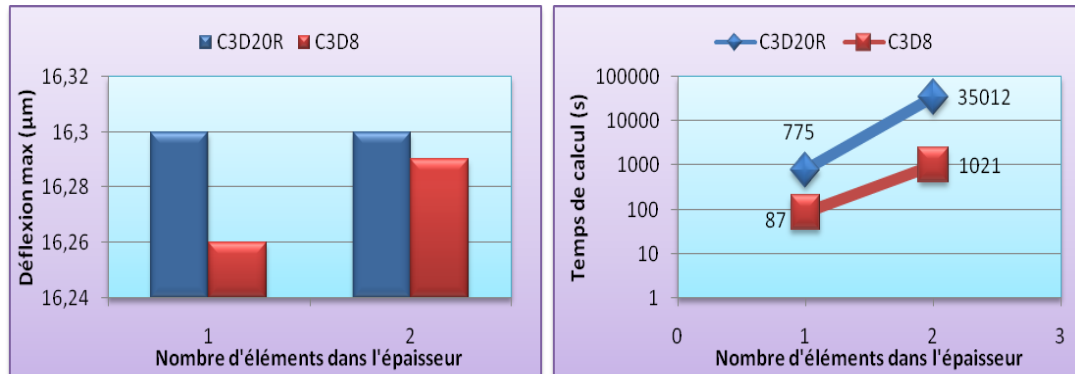


Figure 3.3-7. Comparaison entre les types d'éléments tridimensionnels

Pour des éléments cubiques à 20 nœuds "C3D20R", le résultat est constant quelque soit le nombre d'éléments dans l'épaisseur, cette remarque doit être vérifiée dans le cas d'un maillage avec davantage d'éléments dans l'épaisseur. Quant au temps de calcul il est beaucoup plus long avec les éléments "C3D20R" qu'avec "C3D8". Le calcul a duré plus que 9 heures en utilisant les éléments "C3D20R" avec deux éléments dans l'épaisseur, pour trouver un résultat similaire en utilisant les mêmes éléments mais avec seulement un seul élément dans l'épaisseur. Ce dernier cas de figure représente le meilleur rapport qualité de résultat / temps de calcul.

3.3.1.4. Comparaison MEF et modèles théoriques

Les modèles théoriques précédemment présentés sont comparés aux modèles éléments finis développés dans ce paragraphe. Le graphique de la Figure 3.3-8 compare la déflexion maximale au centre d'une membrane circulaire soumise à une pression de 0.2 MPa. Les propriétés du matériau sont celles du tableau II-3.

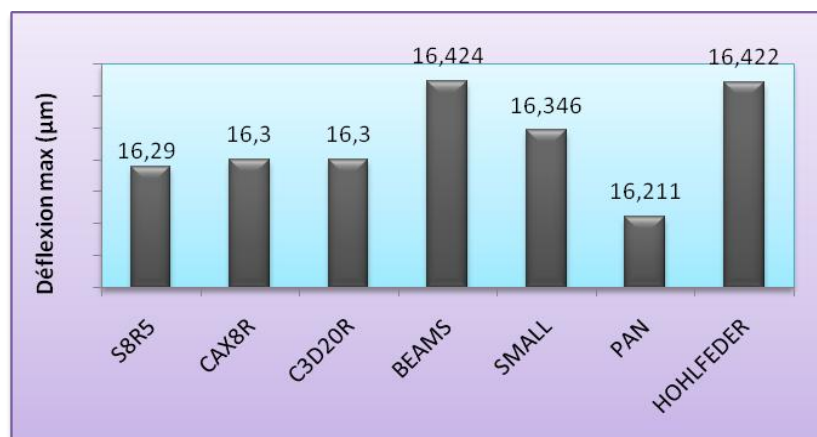


Figure 3.3-8. Comparaison entre les MEF et modèles théoriques

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Les modèles éléments finis donnent tous approximativement les mêmes résultats. Les modèles théoriques affichent une différence de 1.3% entre le résultat le plus bas et le résultat le plus haut. Cette différence est principalement due aux différentes hypothèses considérées dans chaque modèle. Il est possible de redéfinir les coefficients C_1 et C_2 de l'équation de gonflement III 29 en utilisant les résultats de simulation. Le modèle qui semble le mieux adapté pour simuler le test de gonflement est le modèle axisymétrique avec des éléments carrés à 8 nœuds. Ce modèle représente un bon compromis entre la précision des résultats et la rapidité du calcul.

3.3.2. Géométrie carrée

Il existe deux méthodes différentes pour simuler le test de gonflement de membrane de géométrie carrée : modèle Shell et modèle 3D. La Figure 3.3-9 illustre le champ de déplacement obtenu par le modèle 3D.

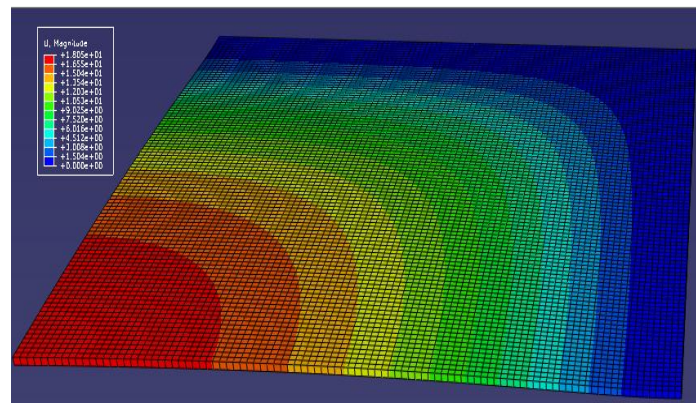


Figure 3.3-9. Modèle 3D pour membrane carrée.

Le graphique de la Figure 3.3-10 montre une comparaison des résultats de la déflexion max de la membrane obtenu par les deux modèles éléments finis cités ci-dessus et les modèles théoriques résumés.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

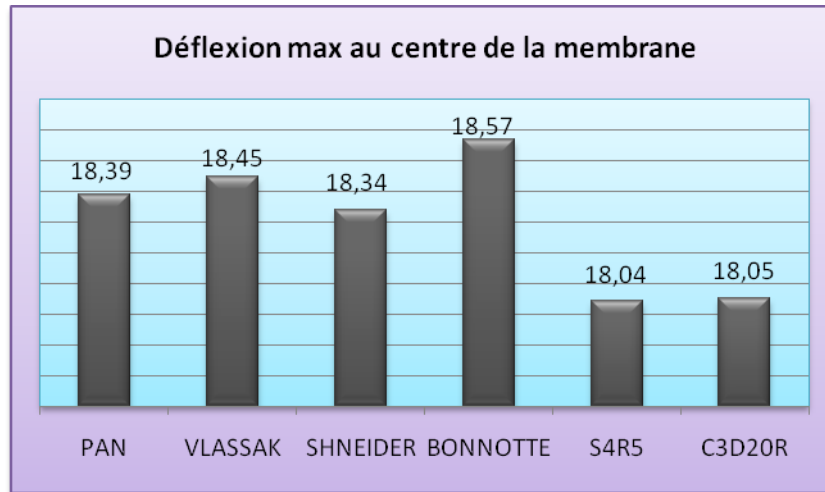


Figure 3.3-10. Déflexion max au centre de la membrane. Comparaison entre les modèles théoriques et les modèles éléments finis

Les modèles éléments finis donnent toujours des résultats inférieurs aux modèles théoriques. Ceci pourrait être dû au fait qu'en simulation numérique nous avons considéré que les bords de la membrane sont parfaitement encastres alors qu'en réalité et comme rapporté dans [41] [42] le substrat pourrait se déformer, et changer ainsi la déflexion max de la membrane. L'impact de la déformation du substrat sur la déformation maximale de la membrane est étudié dans les paragraphes (3.1 et 3.2) du présent chapitre.

Quelques travaux antérieurs [43] ont montré que la simulation numérique du test de gonflement pour une membrane de géométrie carrée peut être effectuée en utilisant un modèle axisymétrique. Généralement ce modèle là est utilisé exclusivement pour les géométries possédant une symétrie axiale, pour pouvoir l'utiliser pour une géométrie carrée il faut effectuer une correction. Chouaf et al [43] ont considéré que la pression appliquée est le paramètre à corriger pour appliquer le modèle axisymétrique (2D) aux membranes carrées. On peut également penser que cette technique ait eu un plus grand intérêt lorsque la mémoire des ordinateurs était coûteuse.

La Figure 3.3-11 montre une comparaison entre le modèle axisymétrique corrigé et le modèle 3D pour une membrane carrée. La déflexion au centre de la membrane est tracée en fonction de la pression appliquée.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

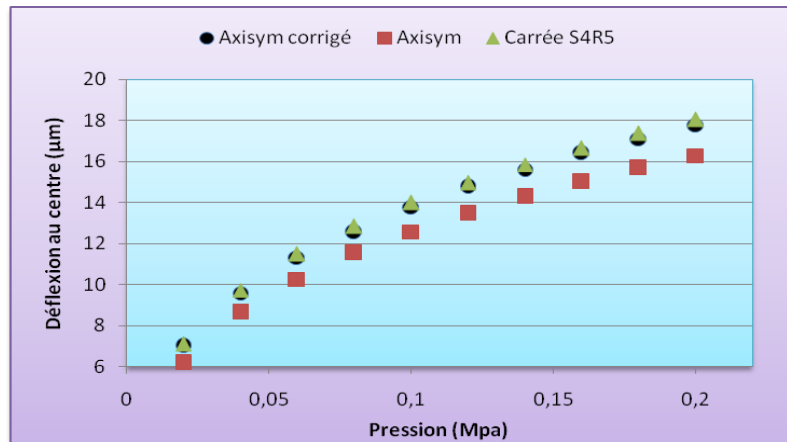


Figure 3.3-11. Déflexion en fonction de la pression. Correction du modèle axisymétrique dans le cas de membranes carrées

Comme nous pouvons le remarquer, avec ce modèle axisymétrique corrigé, il est possible d'étudier les concentrations de contraintes et l'encastrement de la membrane sans avoir à utiliser le modèle 3D qui nécessite un temps de calcul plus long.

3.3.3. Géométrie rectangulaire

Les membranes rectangulaires se caractérisent par leur rapport longueur/largeur ($n=b/a$). Si $n > 4$, les membranes sont considérées infiniment longues. Dans ce paragraphe, nous proposons un modèle aux éléments finis pour simuler le test de gonflement pour une membrane infiniment longue. Pour rester dans le même ordre de grandeur que les géométries précédentes, la demi largeur de la membrane est égale $500\mu\text{m}$ et la demi longueur est quatre fois plus grande. Figure 3.3-12

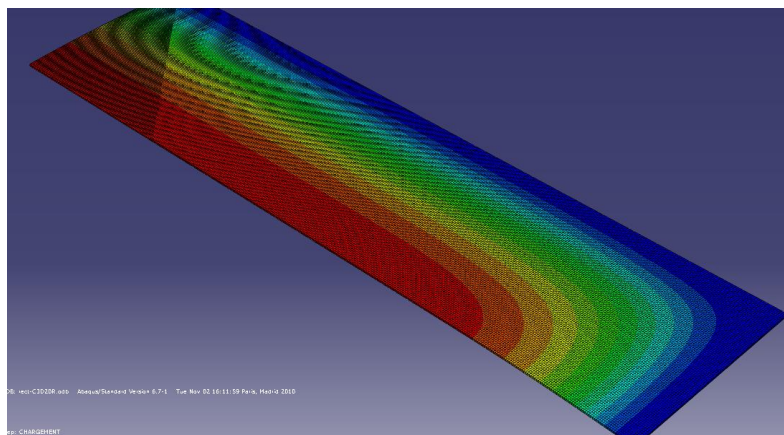


Figure 3.3-12. Modèle 3D pour une membrane infiniment longue

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

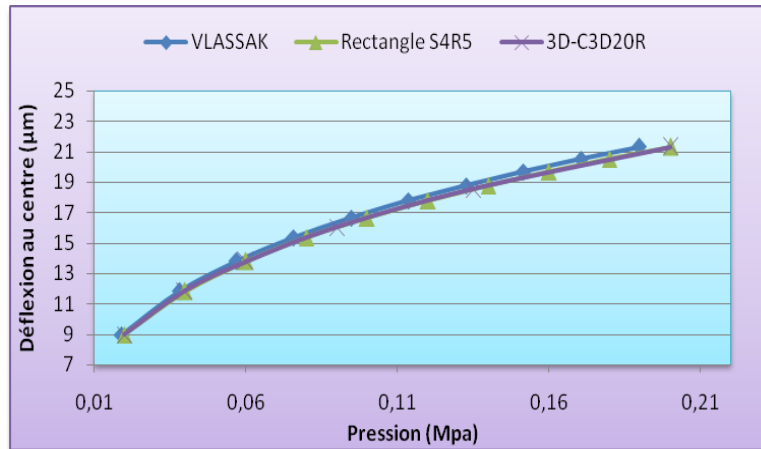


Figure 3.3-13. Déflexion au centre en fonction de la pression. Comparaison entre les MEF et le modèle théorique de Vlassak [7]

La simulation numérique peut s'effectuer en utilisant des éléments Shell "S4R5" ou des éléments 3D "C3D20R". La Figure 3.3-13 montre une comparaison de ces deux modèles avec le modèle théorique de Vlassak [7].

Comme nous pouvons le constater sur le graphique de la Figure 3.3-13, les modèles éléments finis reproduisent très bien les résultats de la théorie de Vlassak. Le modèle utilisant les éléments Shell S4R5 représente le meilleur rapport qualité de résultat / temps de calcul. Néanmoins pour étudier les contraintes, et spécialement dans les zones de concentration de contraintes, le modèle 3D avec les éléments C3D20R est le mieux adapté.

3.4. Étude des contraintes par modélisation en éléments finis pour un matériau élastoplastique

3.4.1. Introduction

Généralement, le test de gonflement est utilisé pour déterminer les propriétés élastiques d'un matériau et on évite que la déformation de la membrane atteigne le domaine plastique. Ceci permet de réaliser d'autres tests si besoin, avec le même échantillon. Le but de cette étude est d'utiliser la technique de gonflement pour établir la loi de comportement d'un matériau élastoplastique. La loi recherchée est sous la forme d'une courbe dont l'axe des ordonnées représente les contraintes et l'axe des abscisses représente les déformations. Nous avons créé un modèle aux éléments finis qui permet de simuler le comportement élastique et plastique d'une membrane soumise à une pression différentielle. La membrane est supposée de géométrie rectangulaire infiniment longue.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

3.4.2. Modélisation analytique

Les membranes rectangulaires infiniment longues sont caractérisées par leur rapport géométrique $n=b/a$ supérieur à 4. Pour ce type de membrane, les déformations suivant l'axe de la largeur sont supposées négligeables devant les déformations selon la longueur. Le problème est ainsi réduit à un problème bidimensionnel à déformations planes [44]. Dans ce cas de figure les contraintes et déformations sont uniformes et s'obtiennent à partir des équations III-34 et III-35 suivantes

$$\sigma = \frac{P(a^2 + w_0^2)}{2w_0 t} \quad \text{III-34}$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{a^2 + w_0^2}{2w_0^2 a} \arcsin\left(\frac{2aw_0}{a^2 + w_0^2}\right) - 1 \quad \text{III-35}$$

Où ε_0 représente les déformations planes résiduelles dans le film.

Quand la déflection de la membrane est très petite devant sa largeur, ces deux équations se simplifient sous les formes des équations III-36 et III-37 suivantes

$$\sigma = \frac{Pa^2}{2w_0 t} \quad \text{III-36}$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{2w_0^2}{3a^2} \quad \text{III-37}$$

Quand le matériau de la membrane est élastoplastique, il obéit aux deux équations III-38 et III-39 suivantes :

$$\frac{\sigma}{\sigma_y} = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_y} \quad \text{si} \quad \sigma < \sigma_y \quad \text{III-38}$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_y} = \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_y}\right)^m \quad \text{si} \quad \sigma > \sigma_y \quad \text{III-39}$$

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

σ représente les contraintes, ε représente les déformations, σ_y représente la contrainte limite élastique, ε_y représente la déformation limite élastique et ν représente le coefficient d'écroutissage du matériau.

La loi de Hooke permet d'établir une relation entre les contraintes principales, les déformations principales, le module d'Young et le coefficient de Poisson. Soient :

$$E\varepsilon_1 = \sigma_1 - \nu \sigma_2 \quad \text{III-40}$$

$$E\varepsilon_2 = \sigma_2 - \nu \sigma_1 \quad \text{III-41}$$

$$E\varepsilon_3 = -\nu (\sigma_1 + \sigma_2) \quad \text{III-42}$$

En les réarrangeant, nous obtenons les équations III-43 et III-44 suivantes :

$$\sigma_{11} = E \frac{\varepsilon_{11} + \nu \varepsilon_{22}}{1 - \nu^2} \quad \text{III-43}$$

$$\sigma_{22} = E \frac{\varepsilon_{22} + \nu \varepsilon_{11}}{1 - \nu^2} \quad \text{III-44}$$

Or dans le cas d'une membrane infiniment longue, les déformations sont supposées planes, et donc, ε_{11} est nul. Les équations III-43 et III-44 deviennent :

$$\sigma_{11} = \frac{E \nu}{1 - \nu^2} \varepsilon_{22} \quad \text{III-45}$$

$$\sigma_{22} = \frac{E}{1 - \nu^2} \varepsilon_{22} \quad \text{III-46}$$

Le critère de Von Mises est utilisé lorsque l'on veut étudier les conditions de résistance d'un matériau. Dans le cadre de cette étude, la contrainte de Von Mises s'écrit sous la forme de l'équation III-47 suivante :

$$\sigma_{vm} = \frac{E}{1 - \nu^2} \sqrt{(1 - \nu + \nu^2)} \varepsilon_{22} \quad \text{III-47}$$

Les équations III-45, III-46 et III-47 seront vérifiées par un modèle éléments finis

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

3.4.3. Modélisation en éléments finis

Le but est de créer un modèle aux éléments finis qui permette de calculer les contraintes en fonction des déformations de la membrane. Les expressions analytiques citées ci-dessus seront utilisées pour vérifier la validité de ce modèle.

Nous avons décrit plus haut un modèle fait à partir d'éléments coques de type "S4R5", celui-ci permet de simuler le comportement élastique d'une membrane rectangulaire infiniment longue soumise à une pression différentielle. La comparaison avec les modèles théoriques nous a permis de valider ce modèle. Nous l'avons également utilisé dans le cas d'un matériau élastoplastique. La contrainte limite élastique et le coefficient d'écrouissage du matériau sont nécessaires pour la mise en donnée du logiciel de simulation. Le tableau III-4 résume l'ensemble des propriétés du matériau étudié, celui-ci est fictif et ses propriétés sont choisies arbitrairement.

Tableau III-4. Propriétés du matériau étudié

Contrainte initiale (MPa)	0
Largeur (µm)	1200
Épaisseur (µm)	3,6
Module d'Young (GPa)	150
Coefficient de Poisson	0,33
Limite élastique (MPa)	125

Les pressions sont appliquées de telle sorte que la membrane se déforme au-delà du domaine élastique. Les graphiques de la Figure 3.4-1 montrent les résultats de simulation pour différents coefficients d'écrouissage.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

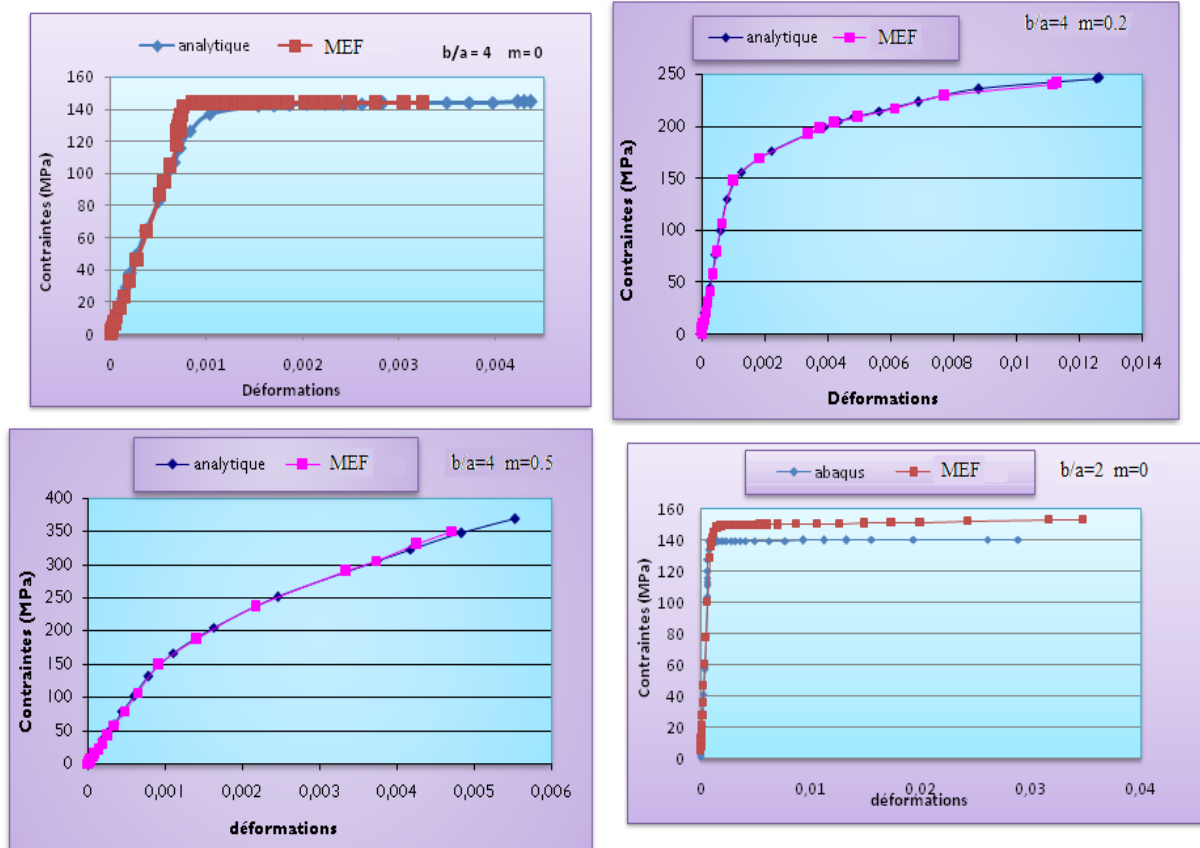


Figure 3.4-1. Résultat de simulation d'un matériau élastoplastique soumis à un test de gonflement comparé aux modèles analytiques

À partir de ces courbes, on remarque que :

- le coefficient d'érouissage n'a pas une influence sur la pente du domaine élastique
- quand le coefficient d'érouissage est nul ($m=0$), le matériau est parfaitement plastique. Il y a une rupture nette entre la pente du domaine élastique et la droite horizontale du domaine plastique. Pour les cas où le coefficient d'érouissage est différent de 0, la transition entre les deux domaines s'adoucit de plus en plus jusqu'au cas des matériaux purement élastique où $m=1$.

On remarque que pour l'ensemble des cas, le premier point de plastification avoisine $\sigma_y' = 144$ MPa, ce qui est différent du $\sigma_y = 125$ MPa imposé comme limite élastique dans la loi du matériau. Ceci s'explique par le fait qu'il n'y a pas de contrainte résiduelle prise en compte [44]. En effet, dans ce cas précis, $\sigma_y' = \sigma_y \sqrt{(1 - \nu + \nu^2)} = 142 \text{ Mpa}$

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

Avec un rapport $b/a=4$, nous obtenons des résultats très proches de ceux calculés analytiquement, tandis que pour $b/a \leq 2$ un écart notable apparaît. Ceci vérifie le fait que le modèle analytique est invalide pour des membranes qui ne peuvent pas être considérées comme infiniment longues.

Les expressions des contraintes et des déformations en fonction de la pression et de la déflexion existent aussi dans le cas des membranes circulaires. Pour les obtenir il suffit de considérer que le profil de la membrane suit une forme sphérique et ensuite écrire les équations d'équilibre. Mais dans le cas de membranes carrées, ceci devient beaucoup plus complexe. Nous avons utilisé le modèle aux éléments finis pour étudier les états de contraintes de membranes de géométries carrées.

L'objectif étant d'établir le modèle analytique des membranes carrées en déterminant une loi par plan d'expériences par exemple.

La première approche envisagée fut de lancer des calculs de simulation en partant d'une membrane infiniment longue et en diminuant progressivement le rapport b/a jusqu'à un. Cela a mis en évidence un certain nombre de phénomènes.

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

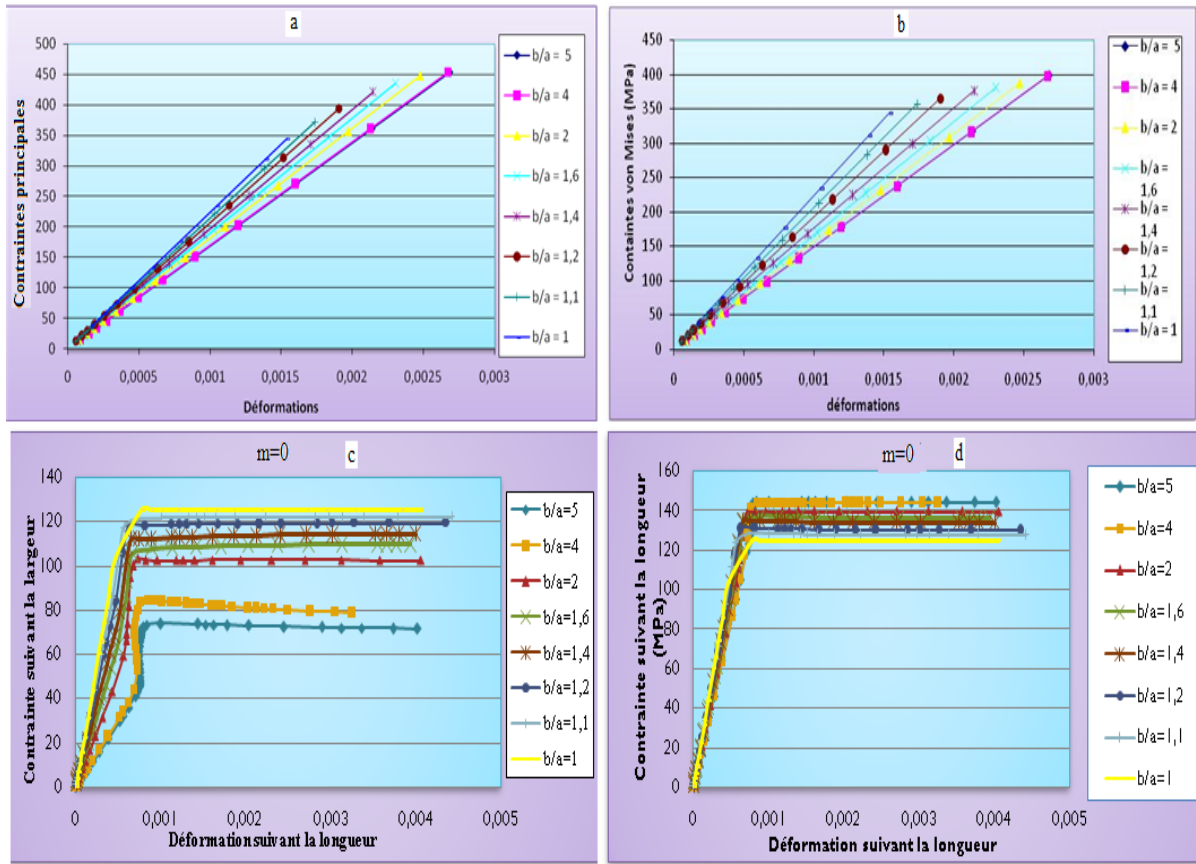


Figure 3.4-2. Simulation numérique du gonflement de membrane pour l'étude de la loi de comportement. Contrainte - déformation.

(a) Contrainte en fonction de la déformation dans le domaine élastique pour différents rapports n . (b) Contrainte Von Mises en fonction de la déformation dans le domaine élastique pour différents rapports n . (c) Contraintes suivant la largeur en fonction des déformations suivant la longueur. (d) Contraintes suivant la longueur en fonction des déformations suivant la longueur

Sur les graphes (a) et (b) nous voyons bien l'évolution de la pente élastique en fonction du ratio b/a pour deux types de contraintes. Cela est dû au fait que lorsque nous avons une membrane infiniment longue, nous sommes dans le cas de déformations planes et lorsque la membrane est carrée, c'est un cas de déformations équi-biaxiales. Entre les deux, nous passons d'un cas vers l'autre. La différence de pente entre les contraintes dans le film mince et les contraintes de von Mises vient de la loi de Hooke et de l'expression de Von Mises.

Plus le ratio b/a diminue, plus les contraintes suivant la longueur (S_{22}), en plasticité, diminuent et plus les contraintes suivant la largeur (S_{11}) augmentent. En fait, les deux

Étude des modèles analytiques et numériques du gonflement de membrane

contraintes tendent vers la contrainte de Von Mises qui pour un matériau purement plastique reste constante et égale à σ_y en tension uniaxiale, car quand $b/a = 1$, nous avons $S_{11}=S_{22}=\text{Von Mises}$. Le profil des courbes reste le même quelque soit le coefficient d'écroutissage choisi.

3.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons fait le point sur les variantes du modèle analytique de comportement de membrane dans le domaine élastique. Nous avons vu qu'il était globalement satisfaisant. Les coefficients $C1$ et $C2$ permettent d'utiliser ce modèle dans le cas des membranes circulaires, carrées et rectangles pour un rapport de longueur/largeur supérieur à 4. Le modèle analytique n'est donc pas applicable pour les formes légèrement différentes des membranes carrées. En effet, le modèle analytique proposé par Tabata qui permet de donner les coefficients $C1$ et $C2$ en fonction du rapport géométrique de la membrane, ne correspond pas au cas réel du test de gonflement, celui-ci a été corrigé par d'autres auteurs **dans le cas d'un rapport égal à 1 ou supérieur à 4, mais pour les cas intermédiaire il n'existe pas de solution fiable.**

De plus, ce modèle ne permet pas de prendre en compte l'effet de la déformation du substrat, c'est l'une des raisons pour lesquelles un modèle numérique peut être intéressant.

Nous avons ensuite testé des modèles aux éléments finis permettant de simuler le comportement mécanique de la membrane afin d'évaluer l'incertitude qu'ils engendrent sur les résultats.

Enfin, nous nous sommes intéressés au comportement élastoplastique pour lequel le modèle analytique est limité aux membranes de formes rectangulaires pouvant être considérées comme infiniment longues. Nous avons comparés les résultats donnés par un modèle analytique avec les modèles aux éléments finis et avons constaté leur bonne cohésion.

Dans le chapitre suivant nous utilisons les modèles aux éléments finis pour évaluer les effets des conditions aux limites. Nous nous intéressons également aux conséquences des incertitudes des mesures dimensionnelles.

Chapitre - 4. Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

4.1. Introduction

Nous allons maintenant examiner les principales sources d'erreurs qui interviennent lors de la mesure et qui doivent être prises en compte. Nous avons tenté de les réduire le plus possible en travaillant la qualité mécanique du banc mais elles n'ont pas pour autant disparu complètement.

4.2. Effet du déplacement du substrat sur la déflexion maximale de la membrane.

L'un des points essentiels qui fait controverse est celui de la déformation du substrat de la membrane. Celui-ci a été souvent incriminé par les expérimentateurs lorsque les mesures n'étaient pas conformes à leurs attentes. Les articles de recherche qui en parlent le font plutôt qualitativement et on ne peut en tirer aucune loi [41] [31]. Il nous a paru essentiel de quantifier cette déformation pour notre banc, pour cela nous avons eu recours au calcul par éléments finis.

Le modèle axisymétrique corrigé pour les membranes carrées, que nous avons développé dans le paragraphe 1.2.2, a été mis en œuvre. La géométrie du modèle est étendue de façon à inclure une partie du substrat proche de l'encastrement de la membrane.

Dans le procédé de fabrication des structures de tests, il existe une étape fondamentale qui consiste à graver le substrat afin de libérer les membranes, cette gravure peut se faire de deux manières différentes :

- Membrane libérée en gravant le substrat par la technique dite "KOH", gravure humide suivant un plan préférentiel incliné d'un angle de 54.7° . Figure 4.2-1 a
- Membrane libérée en gravant le substrat par la technique dite "DRIE", gravure droite. Figure 4.2-1 b

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

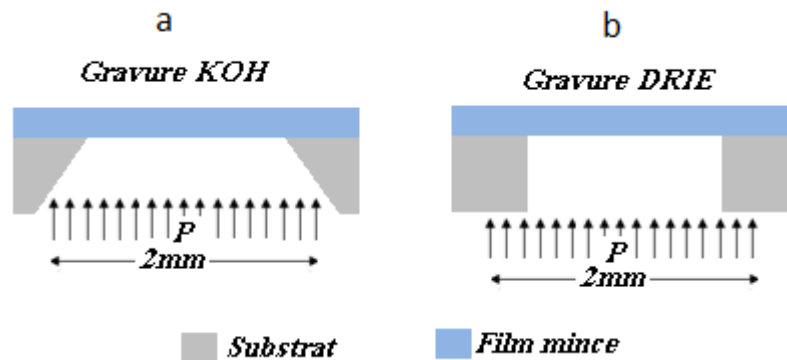


Figure 4.2-1. Coupe transversale montrant l'encastrement et le chargement de la membrane

Pour que les modèles se rapprochent davantage de la réalité, la pression est appliquée sur une aire circulaire de 2mm de diamètre comme montré sur la Figure 4.2-1. Les paramètres du tableau III-3 sont utilisés pour effectuer les simulations.

L'herméticité autour du substrat est assurée par l'utilisation de deux joints toriques, comme illustré sur la Figure 2.3-5, ces joints ont un diamètre intérieur de 2 mm. Or, une partie du substrat avoisinant l'encastrement de la membrane est également soumise à la pression pendant l'essai de gonflement. Ce point important est pris en compte dans le modèle aux éléments finis. Pour quantifier l'influence du déplacement du substrat sur la déflexion de la membrane, nous faisons varier l'épaisseur du substrat.

4.2.1. Substrat gravé par la technique DRIE

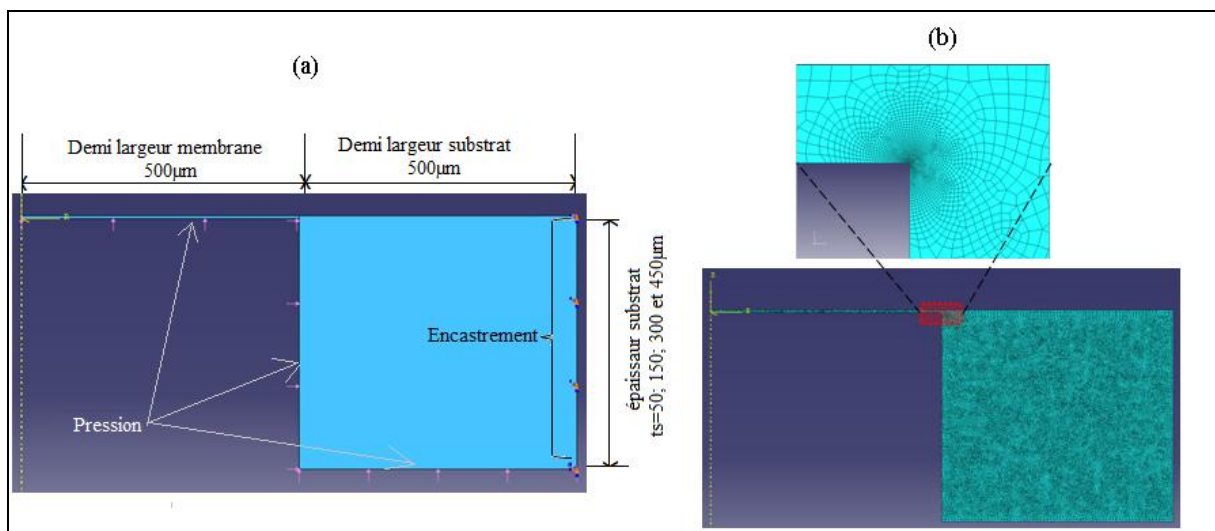


Figure 4.2-2. Conditions aux limites et chargement (a). Raffinement du maillage (b)

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

La Figure 4.2-2-a montre les conditions aux limites et le chargement utilisés dans cette étude. La Figure 4.2-2-b montre le maillage appliqué à la pièce et comme on peut le constater, un raffinement important est appliqué à la partie proche de l'encastrement. C'est à cet endroit que se situent les concentrations de contraintes. Quatre épaisseurs différentes de substrat ont été prises en compte.

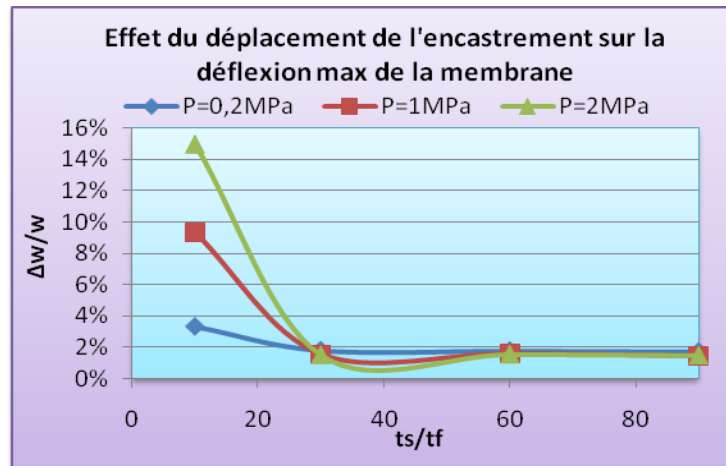


Figure 4.2-3. Erreur de déflexion de la membrane due au déplacement du substrat en fonction du rapport entre l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film. Trois pressions différentes sont appliquées

La Figure 4.2-3 montre un graphique représentant l'erreur entre les déflexions maximales obtenues avec une membrane déposée sur un substrat déformable et une membrane déposée sur un substrat fixe ($(w_{\text{déformable}} - w_{\text{fixe}})/w_{\text{fixe}}$) en fonction du rapport de l'épaisseur du substrat à l'épaisseur du film (t_s/t_f). Trois pressions différentes sont appliquées.

Pour des pressions relativement faibles et un rapport d'épaisseur entre le substrat et le film élevé (de l'ordre de 60), l'effet de la déformation du substrat sur la déflexion maximale de la membrane est minime. Ceci étant, cette erreur peut quand même être prise en compte lors du calcul des propriétés mécaniques par le test de gonflement.

Pour une membrane en silicium de géométrie carrée de $1000\mu\text{m}$ de côté et de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur, déposée sur un substrat en silicium de $400\mu\text{m}$ d'épaisseur, la rupture est obtenue à une pression avoisinant $0,3\text{MPa}$. En se basant sur les résultats de la Figure 4.2-3, l'erreur qui résulterait de la déformation du substrat à cette pression maximale est d'environ $0,3\mu\text{m}$, soit une erreur de 2% de la déflexion de la membrane.

Il existe des modèles théoriques qui donnent le profil de la membrane carrée suivant une ligne médiane ou suivant sa diagonale. Il est donc possible de comparer le profil de la

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

membrane obtenu par l'analyse en éléments finis avec un modèle théorique. Maier-shneider et al [28] proposent les équations théoriques suivantes :

✚ Suivant une ligne médiane :

$$w(x, 0) = w_0 \left(1 + 0.401 \frac{x^2}{a^2} \right) \cos \frac{\pi x}{2a} \quad \text{IV-1}$$

✓ Suivant la diagonale :

$$w(x = y) = w_0 \left(1 + 0.401 \frac{2x^2}{a^2} + 1.1611 \frac{x^4}{a^4} \right) \cos^2 \frac{\pi x}{2a} \quad \text{IV-2}$$

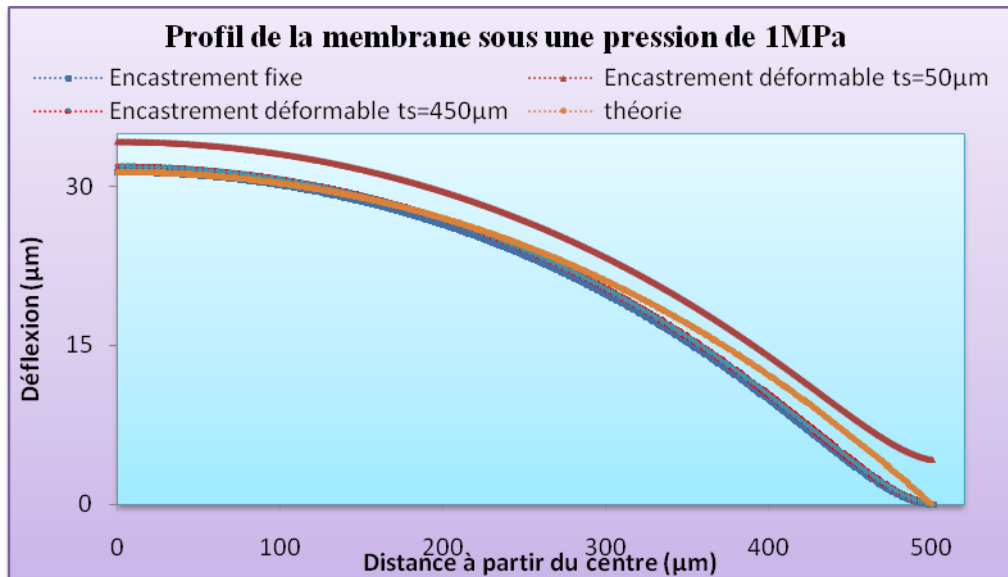


Figure 4.2-4. Profil de la membrane soumise à une pression de 1MPa. Comparaison entre modèles à substrat déformable, à substrat fixe et le modèle théorique

La Figure 4.2-4 montre une comparaison entre les profils obtenus par simulation numérique dans le cas d'une membrane à encastrement fixe et une à encastrement déformable, ainsi que le profil le long d'une ligne médiane calculé théoriquement avec l'équation IV-1.

Comme on peut le constater, il y a une bonne correspondance entre les courbes obtenues par simulation et la courbe théorique. Quand le rapport d'épaisseur entre le substrat et le film mince n'est pas très grand ($t_f=5\mu\text{m}$ et $t_s=50\mu\text{m}$) le profil de la membrane est au dessus du profil théorique de presque $3\mu\text{m}$, soit environ 9%. Dans ce cas de figure, il est probable que le

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

comportement mécanique de la membrane correspond à une membrane de largeur plus grande que la largeur réelle. Ce que l'on peut également constater en analysant le graphique de la Figure 4.2-4, c'est le fait que le modèle théorique présente une imprécision dans les zones proches de l'encastrement.

4.2.2. Substrat gravé suivant un plan préférentiel (KOH)

La Figure 4.2-5 montre une membrane gravée chimiquement avec une solution de KOH (hydroxyde de potassium), la gravure est effectuée suivant un plan préférentiel incliné d'un angle égal à 54.74° par rapport à l'horizontale.

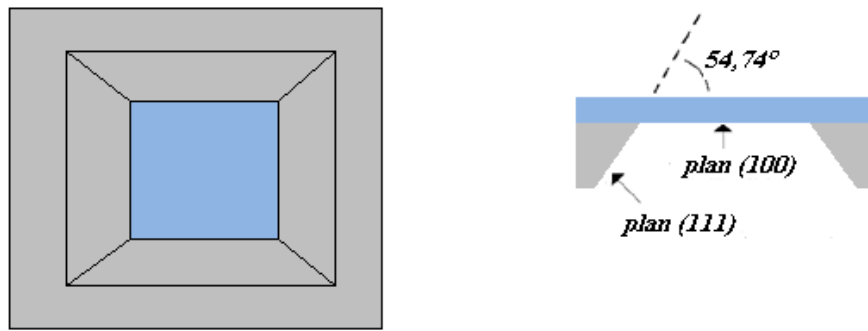


Figure 4.2-5. Vue de dessus et coupe droite d'une membrane obtenue par gravure KOH

Pour obtenir des membranes en utilisant la gravure KOH, il faut que les ouvertures de la face arrière soient plus larges que les tailles réelles des membranes. La Figure 4.2-6 montre la méthode de calcul des ouvertures de la face arrière

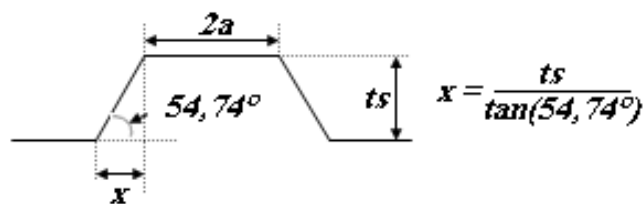


Figure 4.2-6. Schéma explicatif du calcul des ouvertures face arrière

Pour une épaisseur du substrat égale à $400\mu\text{m}$, la distance « x » vaut $283\mu\text{m}$. Et donc pour obtenir une membrane de largeur $2a$, il faut prévoir une ouverture de $2a+2x$, soit $2a+586$.

Le modèle aux éléments finis utilisé pour faire cette étude est le modèle axisymétrique corrigé, décrit en détail dans le paragraphe [1.2.2]. Les paramètres de simulation utilisés sont

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

résumés dans le tableau III-3. Quatre épaisseurs différentes de substrat sont modélisées, et pour nous rapprocher davantage de la réalité, la largeur du substrat soumise à la pression est considérée égale à $500\mu\text{m}$. Les conditions aux limites et de chargement ainsi que le maillage sont présentées sur la Figure 4.2-7.

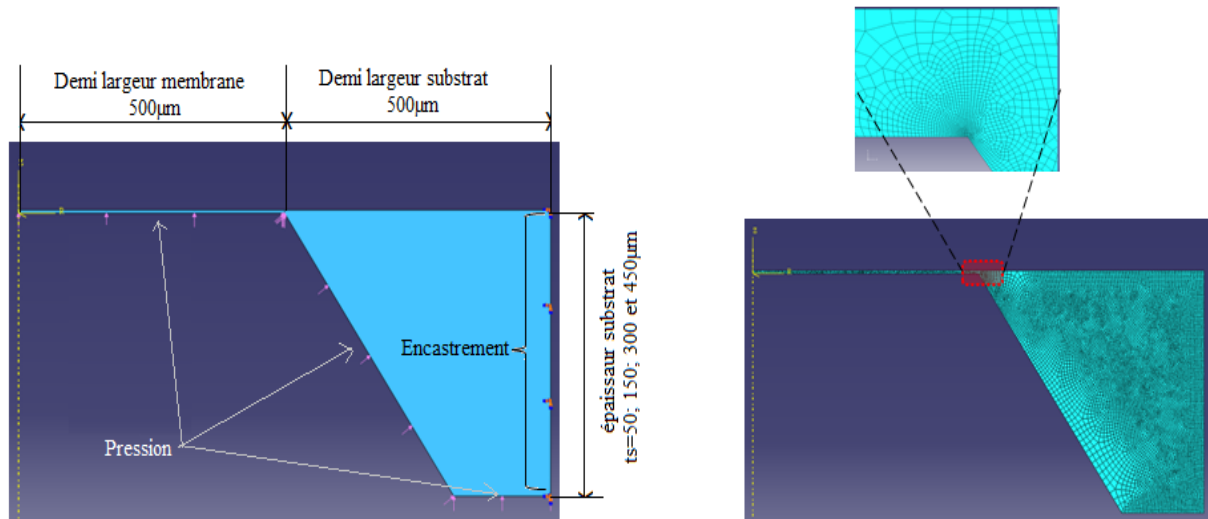


Figure 4.2-7. À gauche, conditions aux limites et chargement. À droite, maillage de la géométrie

Comme pour le cas précédent, le maillage est raffiné de manière importante à l'endroit où les concentrations de contraintes sont susceptibles d'apparaître. La partie droite de la Figure 4.2-7 montre le maillage appliqué à la pièce.

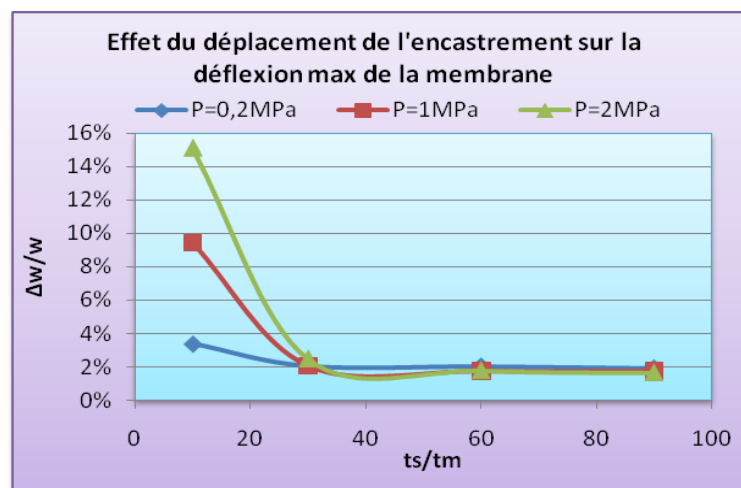


Figure 4.2-8. Erreur de déflexion de la membrane due au déplacement du substrat en fonction du rapport entre l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film. Trois pressions différentes sont appliquées

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

La Figure 4.2-8 montre l'erreur entre les déflexions max obtenues avec une membrane à substrat déformable et une membrane à substrat fixe $((w_{déformable} - w_{fixe})/w_{fixe})$, celle-ci est tracée en fonction du rapport de l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film (t_s/t_f). Trois pressions différentes sont appliquées.

On peut ainsi constater l'effet du déplacement de substrat sur la déflexion maximale de la membrane. On remarque que quand l'épaisseur du substrat est grande, l'impact de sa déformation sur la déflexion de la membrane est minime.

A première vue, on peut constater que l'influence de la déformation du substrat est plus importante quand celui-ci a subi une gravure de type « KOH » qu'une gravure de type « DRIE ». On peut vérifier cette hypothèse en comparant deux membranes, l'une a subi une gravure droite type DRIE, et l'autre a subi une gravure suivant un plan incliné type KOH. La Figure 4.2-9 illustre cette comparaison.

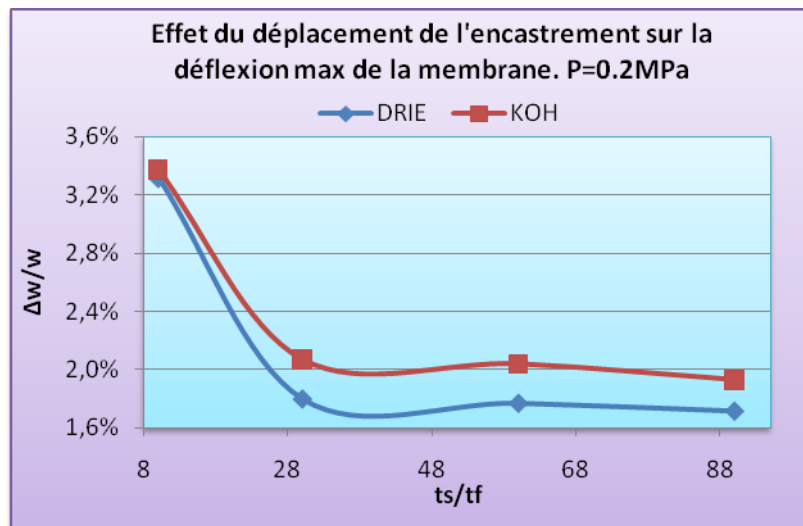


Figure 4.2-9. Impact de la déformation du substrat. Comparaison entre une membrane DRIE et une membrane KOH. La pression appliquée est de 0.2MPa

Comme nous avons pu le supposer, le substrat se déforme plus dans le cas d'une membrane gravée avec la technique KOH qu'avec la technique DRIE. La différence entre les deux types de gravures atteint 13% quand le rapport entre l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du film est grand. Il est donc indispensable de prendre en compte cette source d'erreur lors de la détermination des propriétés mécaniques par le test de gonflement.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

4.3. Effet des mesures géométriques

La précision des mesures des dimensions géométriques de la membrane joue un rôle important dans la précision des calculs des propriétés mécaniques. En effet, la dimension latérale intervient à la puissance 4 dans l'équation de gonflement Iii-29. Cette équation peut être réécrite sous la forme de l'équation IV-3.

$$\frac{P}{w_0} = C_1 \sigma_0 \left(\frac{t}{a^2} \right) + C_2 \left(\frac{E}{1-\nu} \right) \left(\frac{t}{a^4} \right) w_0^2 + C_3 \frac{t^3 E}{a^4 (1-\nu)} \quad \text{IV-3}$$

$$\text{Avec } C_3 = \frac{1}{12\alpha(1+\nu)} \quad \text{IV-4}$$

L'interpolation linéaire de la courbe $P/w_0 = f(w_0^2)$ est une droite dont la pente est une fonction du module d'Young et l'ordonnée à l'origine est fonction de la contrainte initiale. Les deux équations IV-5 et IV-6 permettent de calculer ces deux paramètres :

$$\frac{E}{(1-\nu)} = \frac{A a^4}{C_2 t} \quad \text{IV-5}$$

$$\sigma_0 = \frac{a^2}{C_1 t} \left[B - A \frac{C_3 t^2}{C_2} \right] \quad \text{IV-6}$$

A et B sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite $P/w_0 = f(w_0^2)$.

Les éventuelles erreurs de mesures de l'épaisseur et de la dimension latérale de la membrane se traduisent par des erreurs de calcul des propriétés recherchées. L'impact provoqué par les incertitudes de mesures géométriques sur le calcul des propriétés mécaniques est mis en évidence dans ce paragraphe

Des erreurs de mesures de l'épaisseur du film mince ont été volontairement introduites dans le calcul du module d'Young et de la contrainte initiale. La Figure 4.3-1 montre l'impact des incertitudes commises sur les mesures de l'épaisseur sur le résultat de caractérisation de la membrane.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

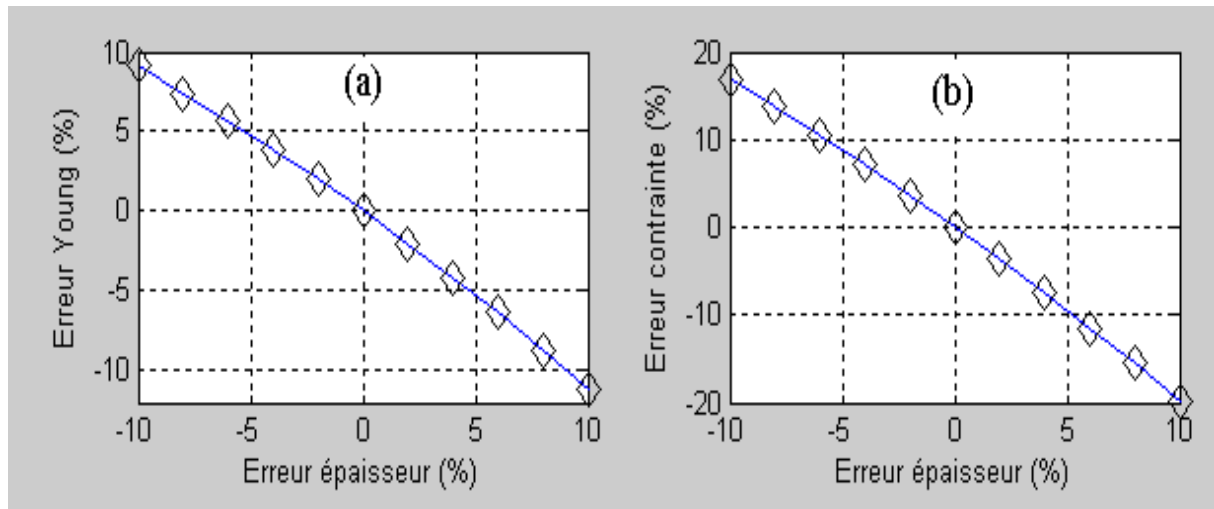


Figure 4.3-1. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) provoquée par l'erreur de mesure des épaisseurs

Les deux graphiques de la Figure 4.3-1 permettent de tirer les enseignements suivants :

- Les erreurs sur les résultats de caractérisation des propriétés mécaniques sont linéairement dépendantes des éventuelles erreurs commises sur les mesures géométriques
- Les précisions de caractérisation, du module d'Young et de la contrainte initiale, sont très sensibles à la précision de la mesure de l'épaisseur de la membrane. En effet, comme on peut le remarquer, une erreur de mesure de +/- 10% de l'épaisseur provoquerait une erreur de près de +/- 10% sur le module d'Young Figure 4.3-1 (a), et +/- 20% sur la contrainte initiale, Figure 4.3-1 (b).
- On remarque que les erreurs de caractérisation du module d'Young, Figure 4.3-1 (a), sont légèrement décentrées par rapport à l'origine de l'axe, ceci veut dire que quand l'épaisseur mesurée est supérieure à l'épaisseur réelle, l'impact de l'erreur sur le résultat de caractérisation est moindre que si la mesure était inférieure à l'épaisseur réelle. En effet, une erreur de mesure de 10% au dessus de la valeur réelle, se traduirait par une erreur de 9% sur le module d'Young. Une même erreur de mesure de l'épaisseur en dessous de la valeur réelle se traduirait par une erreur de 11% sur le module d'Young. En d'autre terme, il vaut mieux surestimer l'épaisseur plutôt que de la sous-estimer.

Pour mettre en évidence l'impact de l'erreur de mesure de la dimension latérale sur le résultat de caractérisation de la membrane, des erreurs ont été volontairement introduites dans le calcul du module d'Young et de la contrainte initiale. Les propriétés de la membrane sont déterminées en utilisant les équations IV-5 et IV-6.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

La Figure 4.3-2 montre l'impact des incertitudes commises sur la mesure de la dimension latérale de la membrane sur le résultat de caractérisation.

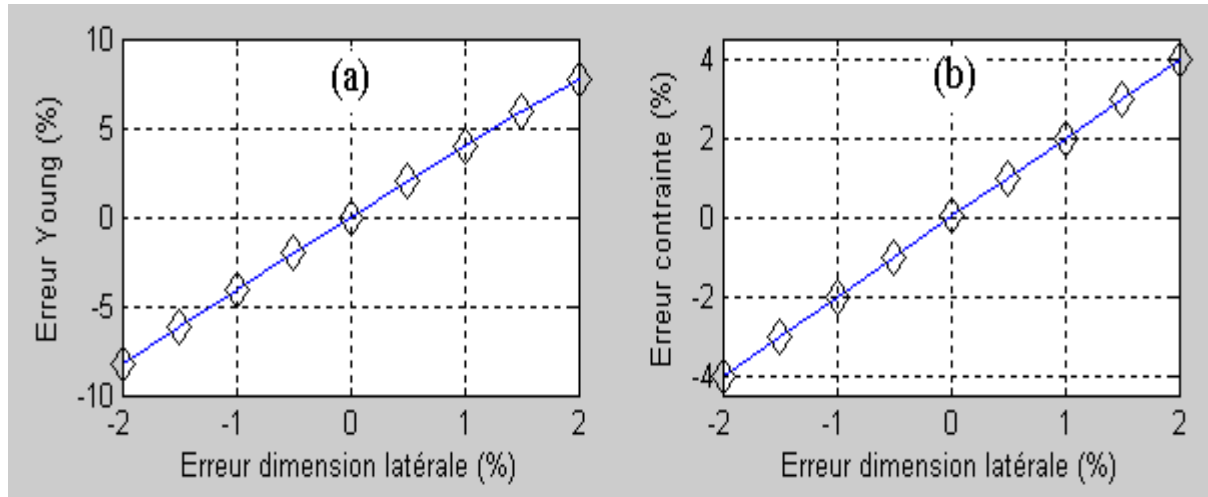


Figure 4.3-2. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) provoquée par l'erreur de mesure de la dimension latérale

Sur la Figure 4.3-2 (a), on peut constater qu'une erreur de $\pm 2\%$ commise sur la mesure de la dimension latérale de la membrane, se traduit par une erreur de $\pm 8\%$ sur le module d'Young, et une erreur de $\pm 4\%$ commise sur la contrainte initiale de la membrane (Figure 4.3-2 (b)).

D'une manière générale, il faut effectuer les mesures de l'épaisseur et des dimensions latérales avec la plus grande précision possible. Le matériel utilisé doit être performant et la méthodologie de mesure répétable. Dans le paragraphe suivant, certaines sources d'erreurs susceptibles de résulter des imprécisions de mesures sont décrites et des méthodologies de mesures sont proposées.

4.4. Techniques de mesure des dimensions latérales, amélioration proposée

Il existe plusieurs moyens de mesurer la largeur d'une membrane. On peut par exemple retourner la membrane sur sa face arrière, puis mesurer la topographie de la membrane à l'aide d'un profilomètre optique ou mécanique. Il est ensuite possible de repérer les extrémités de la membrane et de mesurer enfin la distance entre ces deux extrémités qui correspondrait à la largeur de la membrane. Cette méthode de mesure n'est pas suffisamment précise car d'une part pour mesurer sur la face arrière on est obligé de poser le film à caractériser sur le support

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

de l'appareil de mesure, ce qui pourrait causer une détérioration de la membrane, et d'autre part elle ne permet pas de définir précisément le commencement de la membrane à cause d'une éventuelle imperfection de la gravure du substrat en silicium qui peut se traduire par un rayon de courbure [31]. La Figure 4.4-1 montre un exemple d'imperfection qui peut se produire en utilisant les deux types de gravures cités précédemment.

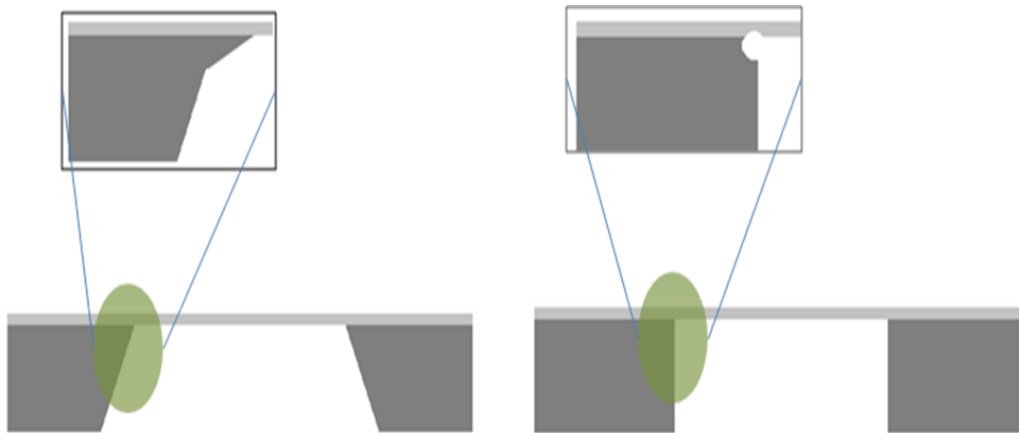


Figure 4.4-1. Imperfections constatées sur la gravure du substrat. À gauche, gravure suivant un plan préférentiel type KOH. À droite, gravure droite type DRIE

Il est primordial que la technique de mesure des dimensions latérales de la membrane puisse prendre en compte les imperfections de la gravure du substrat. Nous proposons une méthodologie simple et répétable pour faire les mesures latérales de la membrane et ceci pour n'importe quel type de gravure. Cette technique consiste à gonfler l'échantillon avec une pression très basse, le profil de la membrane gonflée est ensuite récupéré suivant la ligne médiane. Cette ligne peut être détectée facilement sur le profilomètre en jouant sur le contraste de l'image topographique comme montré sur la Figure 4.4-2.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

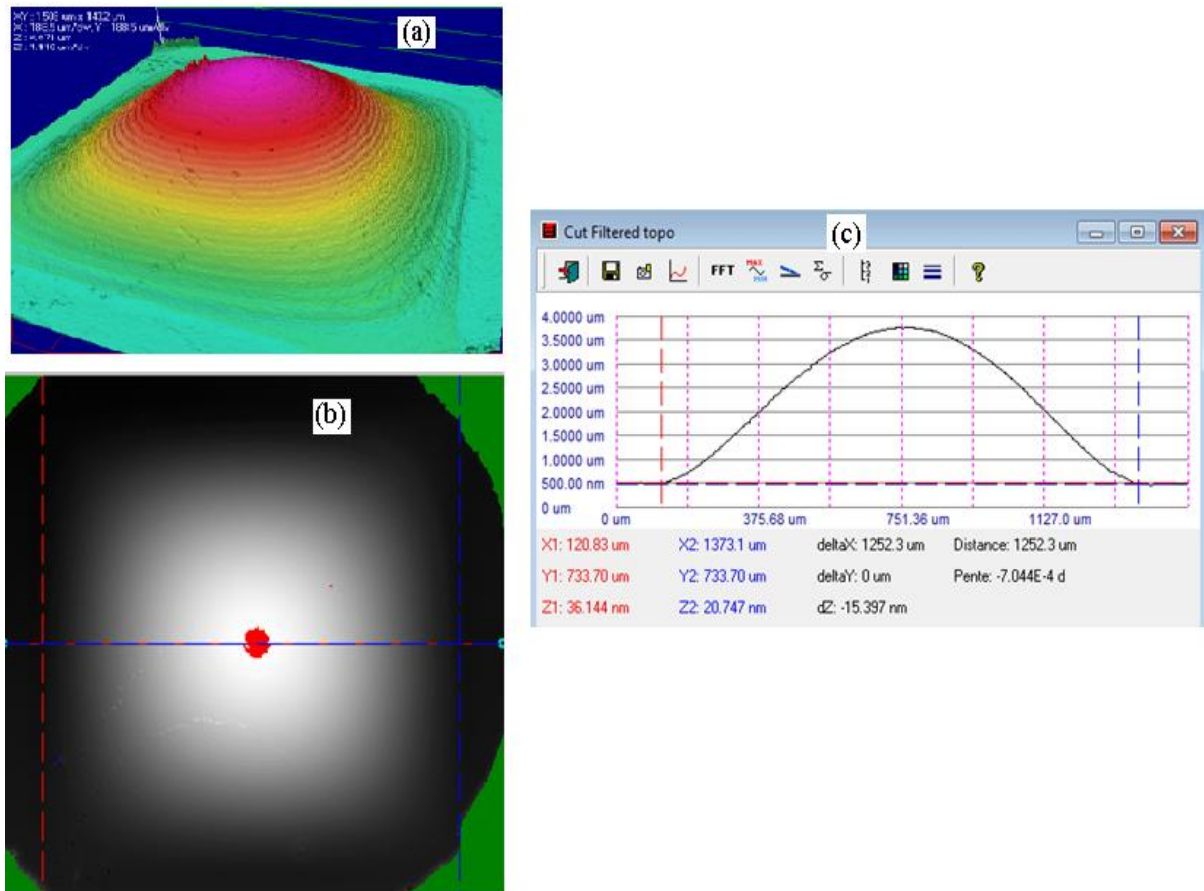


Figure 4.4-2. Mesure de la dimension latérale de la membrane

La Figure 4.4-2 montre un exemple de mesure de la largeur de la membrane. La partie (a) de cette figure correspond à une vue 3D de la mesure topographique. La partie (b) correspond à une vue 2D, le point rouge est au centre de la membrane où la déflexion est maximale, c'est en ce point que passe la ligne médiane. La partie (c) de la figure est un graphique qui trace le profil de la membrane suivant la ligne médiane, les deux extrémités de la membrane peuvent être obtenues grâce à une procédure itérative basée sur un critère de changement de pente. Cette procédure est explicitée dans la

Figure 4.4-3.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

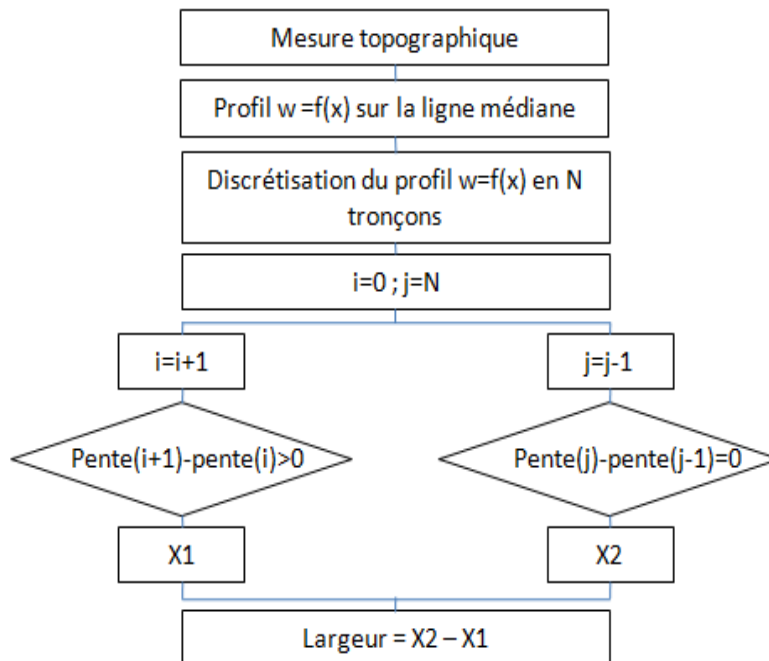


Figure 4.4-3. Procédure permettant de mesurer la largeur de la membrane

Cette procédure peut être renouvelée plusieurs fois, pour plusieurs valeurs de pressions différentes, ce qui rend la technique très fiable. La largeur est obtenue en moyennant toutes les largeurs mesurées pour chacune des pressions. Cette mesure peut être effectuée de façon automatisée sur le banc lui-même et économise donc l'emploi d'un autre dispositif ainsi que des manipulations.

4.5. Technique de mesure de l'épaisseur

La mesure de l'épaisseur du film mince peut aussi être réalisée par plusieurs moyens. Dans notre étude, nous avons adopté la méthodologie suivante : nous avons prévu dans le procédé de fabrication des structures de test, l'usinage d'une marche autour du film à caractériser, la hauteur de cette marche correspond à l'épaisseur de la membrane. La Figure 4.5-1 montre une coupe transversale de la structure de test.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles



Figure 4.5-1. Gravure de marche autour de la membrane pour mesurer son épaisseur.

La mesure de la hauteur de la marche peut se faire à l'aide d'un profilomètre optique ou mécanique et donc directement sur le banc de test.

4.6. Effet du nombre de points de mesure

Nous avons vu précédemment que pour calculer le module d'Young et la contrainte initiale, il suffit de réécrire l'équation de gonflement sous la forme de $P/w_0 = f(w_0^2)$. Cette dernière expression est l'équation d'une droite dont la pente est une fonction du module d'Young et l'ordonnée à l'origine est une fonction de la contrainte. Théoriquement, pour construire cette droite nous n'avons besoin que de deux points de mesures. Mais nous nous sommes rendus compte que la pente et l'ordonnée à l'origine de cette droite changent en fonction du nombre de points de mesures et en fonction de la région où les mesures ont été effectuées.

Nous avons mené un test sur une membrane en silicium dont la technologie de fabrication est détaillée dans le premier chapitre. Le silicium est un matériau très étudié dans la littérature, ses caractéristiques mécaniques peuvent être calculées théoriquement, le détail de ce calcul est donné en annexe. L'échantillon est de géométrie carrée de $1020\mu\text{m}$ de côté et $4.58\mu\text{m}$ d'épaisseur. La Figure 4.6-1 montre le résultat de l'essai de gonflement effectué sur cet échantillon. La pression différentielle varie de 0.02 à 1.66 bar avec un pas régulier de 0.02 bar. Ce qui correspond à 81 points de mesures uniformément répartis sur la plage de variation de la pression.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

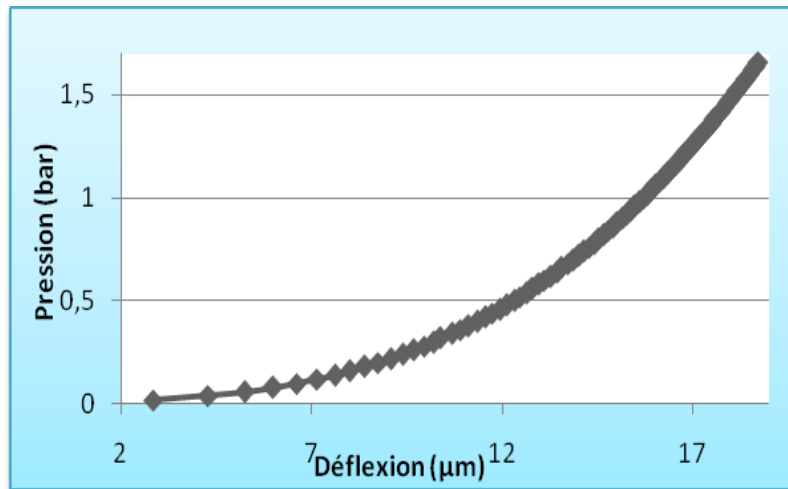


Figure 4.6-1. Pression en fonction de la déflexion. Membrane carrée en Silicium, épaisseur 4.58μm, 1020μm de côté

Quand le générateur de pression atteint la consigne demandée, la pression est maintenue stable pendant que le programme du profilomètre mesure la déflexion. Pour une fiabilité accrue, il est important que la variation de pression pendant la mesure de la déflexion soit la plus petite possible. Un critère de fuite basé sur cette variation de pression a été rajouté dans la procédure d'automatisation des mesures. Si la variation de la pression, pendant la mesure de la déflexion est supérieure à une limite imposée par l'utilisateur, ceci traduit l'existence d'une fuite dans le circuit pneumatique du banc d'essai. En présence d'une telle situation, le logiciel de contrôle des mesures envoie un message d'erreur à l'utilisateur l'informant de l'existence d'une fuite dans le circuit pneumatique.

La Figure 4.6-2 montre la stabilité des mesures obtenues sur la pression durant la mesure de la déflexion.

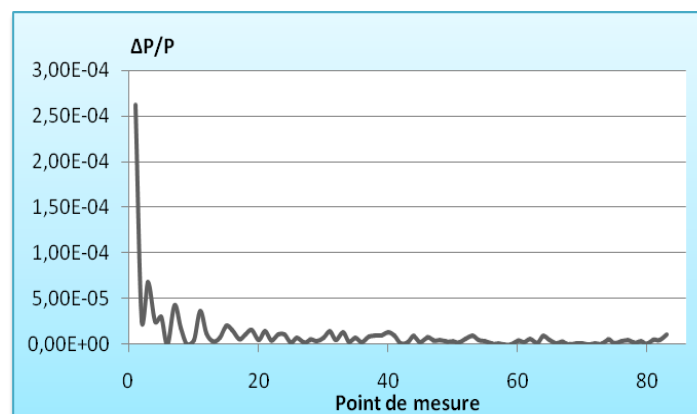


Figure 4.6-2. Stabilité de la pression pendant la mesure de la déflexion

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

Le graphe de la Figure 4.6-2 montre la stabilité de la pression pendant la mesure de la déflexion. ΔP est la différence entre deux mesures successives de la pression et P est la pression de consigne. On peut remarquer une grande incertitude en basse pression au début des mesures, cette incertitude peut être expliquée par le fait que la pression très proche de la pression atmosphérique est très difficilement mesurable, et pour cela il est préférable de commencer les mesures à une pression suffisamment éloignée de la pression atmosphérique.

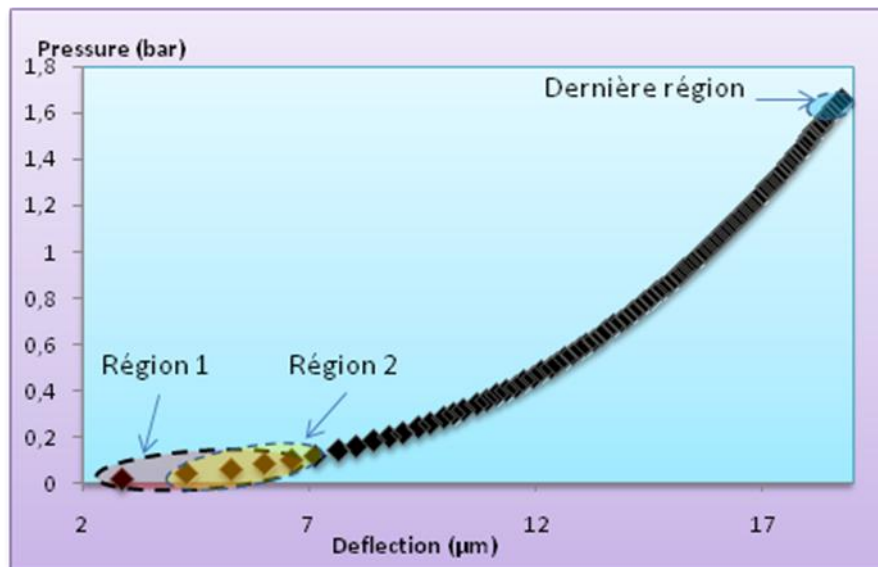


Figure 4.6-3. Schéma expliquant le choix du nombre de points de mesure et de la région

Pour mettre en évidence l'influence du nombre de points de mesures, nous avons procédé de la manière suivante : une discrétisation du domaine d'expérience est effectuée. D'abord nous n'avons considéré que 5 points de mesures parmi l'ensemble des 81 points. La Figure 4.6-3 montre la discrétisation du domaine expérimental par des régions glissantes, chaque région contient cinq points de mesures.

Cette procédure peut être répétée en changeant le nombre de points de mesures. Cette méthode permet d'étudier à la fois l'influence du nombre de points de mesures et l'influence de la région dans laquelle les mesures sont effectuées.

Les propriétés mécaniques de la membrane peuvent être extraites en utilisant les équations IV-5 et IV-6. Un programme Matlab a été créé afin de calculer les propriétés mécaniques à partir des résultats d'essai.

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

Les graphiques de la Figure 4.6-4 et la Figure 4.6-5 montrent les résultats de caractérisation du module biaxial du silicium (voir Annexe 1, les propriétés du silicium) et de la contrainte initiale obtenus selon trois cas de figures :

- Le premier graphique correspond à des régions contenant cinq points de mesures
- Le deuxième graphique correspond à des régions contenant 15 points de mesures
- Le troisième graphique correspond à des régions contenant 25 points de mesures.

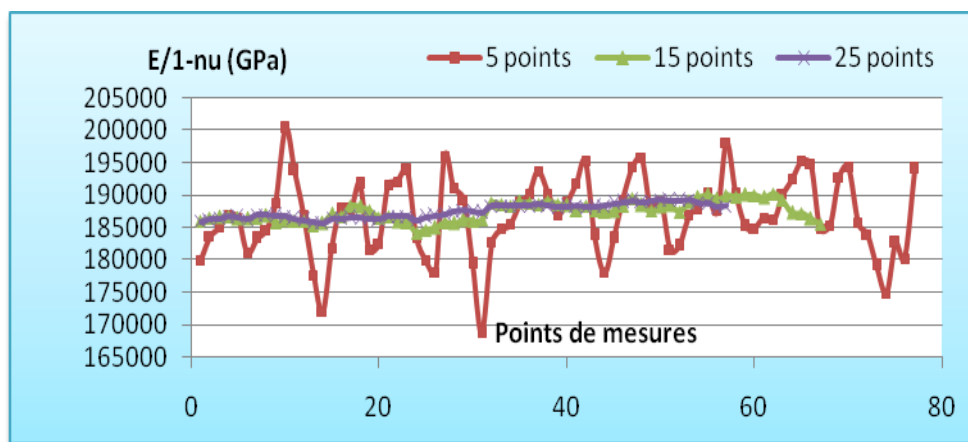


Figure 4.6-4. Module biaxial d'une membrane carrée en silicium

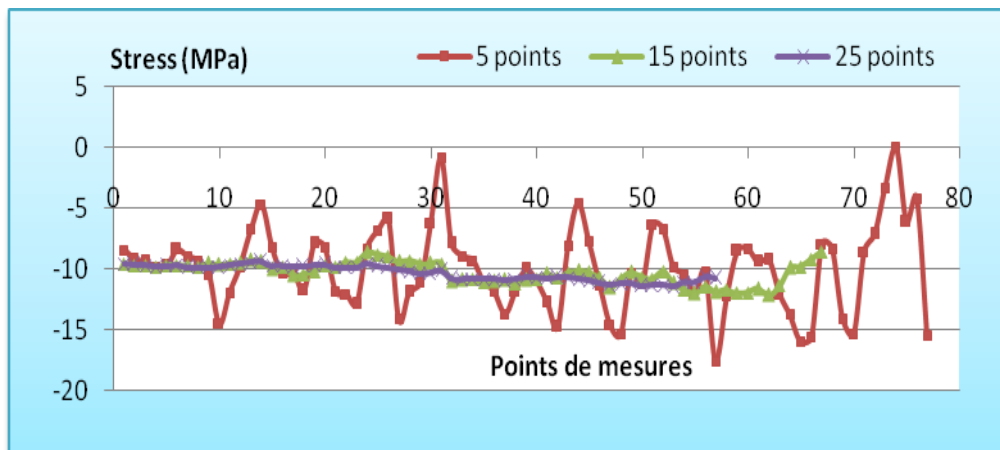


Figure 4.6-5. Contrainte initiale d'une membrane carrée en silicium

A chacune des régions considérées, correspond un résultat de caractérisation, (un module d'Young et une contrainte initiale). Le graphique rouge, par exemple, est construit de la manière suivante : le premier point est calculé en considérant les cinq premiers points de mesure de la pression en fonction de la déflexion, le second point du graphique est obtenu en

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

considérant les cinq points suivants, et ainsi de suite jusqu'au dernier point de mesure. Les graphiques vert et bleu sont obtenus de la même manière sauf que pour le vert nous avons considéré des régions contenant 15 points de mesures, et enfin le graphique bleu est construit à partir de régions qui contiennent 25 points de mesures. Comme nous pouvons le constater, les résultats de caractérisation dépendent du nombre de points de mesures ainsi que de la région où ces mesures ont été relevées.

On remarque que pour un nombre faible de points de mesures, les résultats sont fonction de la région dans laquelle sont effectuées les mesures, cette région a de moins en moins d'influence quand on augmente le nombre de points de mesures. Dans le cadre de notre étude, avec 25 points de mesures, les résultats sont quasi constants. De ce fait, pour obtenir un résultat de caractérisation fiable, il faut au minimum 25 points de mesures uniformément réparties dans tout le domaine élastique.

4.7. Calcul des incertitudes

4.7.1. Distinction entre erreur et incertitude

L'erreur de mesure d'une certaine grandeur est la différence entre la valeur mesurée et la valeur vraie. L'incertitude d'une mesure traduit les tentatives scientifiques pour estimer l'importance de l'erreur commise. L'incertitude définit ainsi un intervalle autour de la valeur mesurée, incluant l'erreur inconnue. [45]

Le calcul d'incertitude est un ensemble de techniques permettant d'estimer l'erreur faite sur un résultat numérique à partir des incertitudes ou des erreurs faites sur les mesures qui ont conduit à ce résultat. Ceci permet donc d'estimer la propagation des erreurs. Deux sources d'erreurs peuvent être considérées : erreurs aléatoires et erreurs systématiques.

Lorsqu'on mesure une grandeur physique plusieurs fois, on constate que les résultats sont légèrement différents, ceci est dû à des facteurs perturbateurs ou à la nature aléatoire de la mesure. Ce phénomène sera détecté par une étude statistique. Le résultat de la mesure est caractérisé par une distribution de probabilité répartie autour de la valeur vraie dans le cas d'erreur purement aléatoire.

L'erreur systématique est liée principalement à la précision de l'appareil de mesure. L'erreur systématique n'est pas détectable par une étude statistique. Les erreurs systématiques ont des origines diverses comme, à titre d'exemple, l'erreur d'étalonnage, l'oubli d'un

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

paramètre, une procédure erronée.... Les erreurs systématiques sont difficiles à détecter à priori, mais une fois détectées, on peut les corriger.

4.7.2. Bref rappel sur la notion d'incertitude

L'incertitude définit un intervalle autour de la valeur mesurée qui inclut la valeur vraie avec une probabilité plus ou moins grande. L'incertitude peut être déterminée en pratique avec deux méthodes différentes :

Soit en cherchant un majorant de l'erreur, ce majorant est estimé assez grossièrement à partir de l'appareil de mesure et des conditions expérimentales. Cette méthode est apparemment simple et intellectuellement satisfaisante, mais le souci de majorer conduit à des intervalles très larges qui ont peu d'intérêt pratique.

La deuxième méthode consiste à évaluer statistiquement l'incertitude. On cherche dans ce cas à caractériser la distribution de probabilité des valeurs de la mesure "x", en évaluant le mieux possible la valeur moyenne et l'écart-type de cette distribution. Ceci se fait par l'analyse statistique d'un ensemble de mesures de x. En l'absence d'erreur systématique, l'estimation de la valeur moyenne est la meilleure estimation de la valeur [46]. Cette dernière méthode sera utilisée dans le cadre de cette étude. La meilleure estimation d'une mesure "x" obtenue à partir de n mesures $x_1, x_2, \dots, x_n$ est la moyenne de ces mesures. [45]. Le calcul de la moyenne de la grandeur x se fait à partir de l'équation IV-7.

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^n x_i \quad \text{IV-7}$$

La meilleure estimation du carré de l'écart type " σ " déduite des n mesures est donnée par l'équation IV-8 ci-dessous [45].

$$\sigma^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=0}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad \text{IV-8}$$

L'incertitude sur la détermination de la valeur vraie à partir de la moyenne des n mesures est appelée écart type de la moyenne. Celui-ci est donné par l'équation IV-9.

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad \text{IV-9}$$

Cette détermination est $\sqrt{n}$ fois plus précise que celle obtenue à partir d'une mesure unique. Dans le cas où on effectue une moyenne sur un petit nombre de mesures, la théorie

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

montre qu'il faut alors utiliser $\sigma_{\bar{x}} = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ où k est appelé coefficient de Student. Ce coefficient dépend du nombre de points moyennés et du niveau de confiance. Le tableau IV-1 donne les valeurs du coefficient k en fonction du nombre de mesures pour un intervalle de confiance de 68%.

Tableau IV-1. Coefficients de Student												
n	2	3	4	5	6	7	8	9	10	20	40	inf
k	1.84	1.32	1.20	1.14	1.11	1.09	1.08	1.07	1.06	1.03	1.01	1

4.7.3. Propagation des incertitudes

On s'intéresse ici au problème suivant : on connaît les grandeurs expérimentales x, y, ... avec les incertitudes Δx , Δy , Et on cherche l'incertitude Δq sur la grandeur $q = f(x, y, \dots)$. Il est montré dans [45] que cette incertitude se calcule par l'équation IV-10

$$\Delta q = \sqrt{\left| \frac{\partial f}{\partial x} \right|^2 (\Delta x)^2 + \left| \frac{\partial f}{\partial y} \right|^2 (\Delta y)^2 + \dots} \quad \text{IV-10}$$

4.8. Calcul des incertitudes pour notre banc

En appliquant la formule d'incertitude de l'équation II-43 aux équations II-52 et II-53 du calcul des propriétés mécaniques, nous pouvons déterminer les expressions des incertitudes sur le module biaxial et la contrainte initiale en fonction des incertitudes des autres paramètres. Soient les équations IV-11 et IV-12 suivantes :

$$\begin{aligned} \frac{E}{(1-\nu)} &= E_B = \frac{Aa^4}{C_2 t} \\ \text{Soit } E_B &= f(A, a, C_2, t) \end{aligned} \quad \text{IV-11}$$

$$\Delta E = \sqrt{\left| \frac{\partial f}{\partial A} \right|^2 (\Delta A)^2 + \left| \frac{\partial f}{\partial a} \right|^2 (\Delta a)^2 + \left| \frac{\partial f}{\partial C_2} \right|^2 (\Delta C_2)^2 + \left| \frac{\partial f}{\partial t} \right|^2 (\Delta t)^2} = \sqrt{\left| \frac{a^4}{C_2 t} \right|^2 (\Delta A)^2 + \left| \frac{4Aa^3}{C_2 t} \right|^2 (\Delta a)^2 + \left| \frac{-Aa^4}{C_2^2 t} \right|^2 (\Delta C_2)^2 + \left| \frac{-Aa^4}{C_2 t^2} \right|^2 (\Delta t)^2}$$

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

$$\sigma_0 = \frac{a^2}{C_1 t} \left[B - A \frac{C_3 t^2}{C_2} \right]$$

IV-12

Soit $\sigma_0 = f(A, B, a, C_1, C_2, t)$

$$\Delta\sigma_0 = \sqrt{\left| \frac{a^2}{C_1 t} \right|^2 (\Delta B)^2 + \left| -\frac{C_3 a^2 t}{C_1 C_2} \right|^2 (\Delta A)^2 + \left| \frac{2a}{C_1 t} \left(B - A \frac{C_3 t^2}{C_2} \right) \right|^2 (\Delta a)^2 + \left| A \frac{C_3 t^2}{C_2^2} \right|^2 (\Delta C_2)^2 + \left| -\frac{a^2}{C_1^2 t} \left(B - A \frac{C_3 t^2}{C_2} \right) \right|^2 (\Delta C_1)^2 + \left| -\frac{Ba^2}{C_1 t^2} - A \frac{C_3 a^2}{C_1 C_2} \right|^2 (\Delta t)^2}$$

Il reste maintenant à déterminer les incertitudes de mesures sur la largeur a et l'épaisseur " t ", et l'incertitude sur la détermination des paramètres A , B , C_1 et C_2 . Dans ces calculs d'incertitudes nous ne prenons pas en compte les erreurs systématiques qui peuvent être dues par exemple à un mauvais réglage des appareils de mesures ou à une mauvaise interprétation de l'opérateur. Les incertitudes liées à ces erreurs doivent être rajoutées aux incertitudes calculées ci-après.

4.8.1. Incertitude sur la mesure de la largeur

La structure de test décrite précédemment est utilisée pour évaluer les incertitudes relatives aux mesures de la largeur et de l'épaisseur. La méthodologie de mesure de la dimension latérale, développée au paragraphe (III-2-i), est utilisée pour évaluer l'incertitude sur la mesure du côté de la membrane. La procédure de mesure a été répétée dix fois sur dix topographies différentes. Les mesures sont faites suivant l'axe des x (horizontal) et l'axe des y (vertical) de la membrane. Le graphique de la Figure 4.8-1 montre le résultat de ces mesures

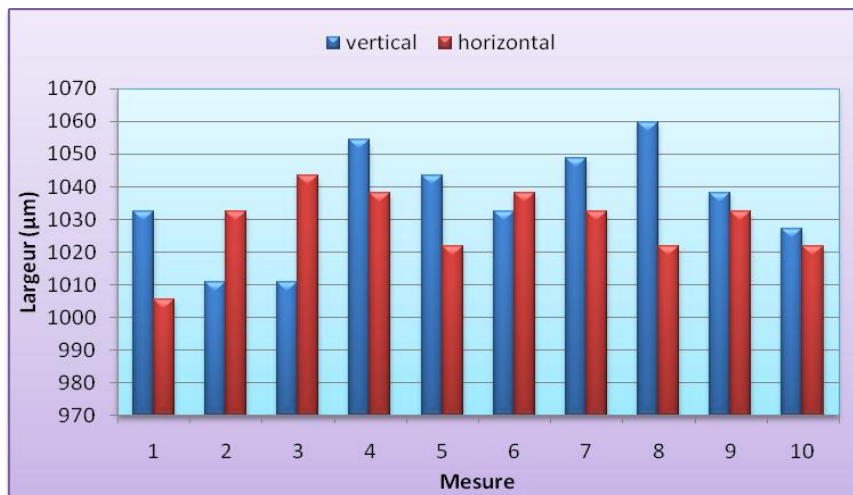


Figure 4.8-1. Mesures de la dimension latérale

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

La largeur considérée dans le calcul est la plus petite des deux mesures, soit la mesure suivant l'axe horizontal. Les dix mesures ont un écart type de 11.18. Ce qu'il nous donne l'incertitude suivante sur la mesure de "a" :

$$\Delta a = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1.06 \times \frac{11.18}{\sqrt{10}} \quad \text{IV-13}$$
$$\Delta a = \pm 1.87 \mu m \quad \text{soit } 0.18\%$$

4.8.2. Incertitude sur la mesure de l'épaisseur

L'épaisseur a été mesurée douze fois dans douze endroits différents répartis sur le pourtour de la membrane. La Figure 4.8-2 donne les résultats de ces mesures.

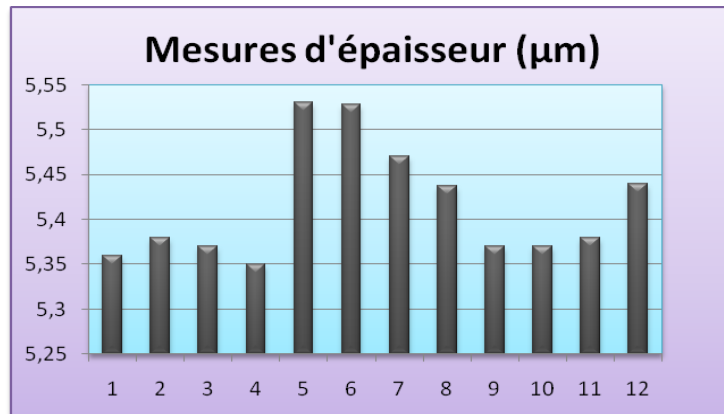


Figure 4.8-2. Mesures de l'épaisseur

Ces mesures ont un écart type égal à 0.0646. Ce qui nous donne l'incertitude suivante sur la mesure de "t"

$$\Delta t = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1.06 \times \frac{0.0646}{\sqrt{12}} \quad \text{IV-14}$$
$$\Delta t = \pm 0.01 \mu m \quad \text{soit } 0.22\%$$

4.8.3. Incertitude sur la détermination de A et B

Pour mémoire, A et B correspondent respectivement à la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite $P/w_0 = f(w_0^2)$. Nous avons vu précédemment que 25 points de mesures sont nécessaires pour obtenir une bonne répétabilité des résultats. Mais en fonction du pas entre deux mesures successives et la zone dans laquelle le matériau a été testé, on peut avoir quelques différences sur le calcul de A et B. La Figure 4.8-3 montre les calculs des

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

paramètres A et B effectués dans 57 mesures différentes, chaque résultat correspond à une région contenant 25 points de mesures.

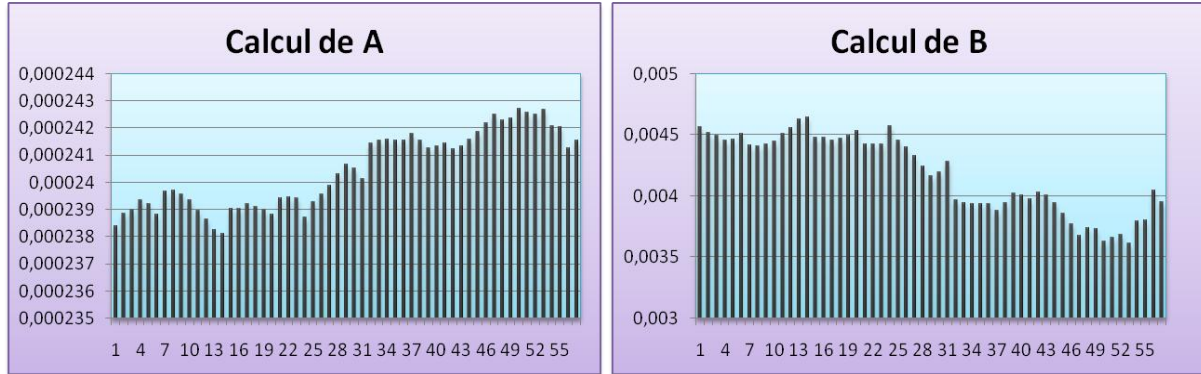


Figure 4.8-3. Calcul des paramètres A et B

Les mesures de A ont un écart type égal à $1.4E-6$, et les mesures de B ont un écart type égale à $3.17E-4$. Ce qu'il nous donne les incertitudes suivantes :

$$\Delta A = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1 \times \frac{1.4E-6}{\sqrt{57}} \quad \text{IV-15}$$

$$\Delta A = \pm 9.27E-8 \quad \text{Soit } 0.039\%$$

$$\Delta B = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1 \times \frac{3.17E-4}{\sqrt{57}} \quad \text{IV-16}$$

$$\Delta B = \pm 2.1E-5 \quad \text{Soit } 0.5\%$$

4.8.4. Incertitudes sur les coefficients C_1 et C_2

Pour estimer les incertitudes sur les coefficients C_1 et C_2 , il est plus judicieux de déterminer ces derniers avec une méthode de recalage appliquée à un modèle éléments finis et ensuite étudier leurs variations. Ceci sera l'objet d'un paragraphe dans le chapitre 6. Ici, nous n'allons considérer que les études effectuées par [27] [7] [28] [29] donnant ces coefficients, ainsi le calcul d'incertitude leur sera appliqué. Le coefficient C_2 est fonction du coefficient de Poisson, celui-ci sera égal à la valeur théorique de 0.062 pour le silicium.

Le graphique de la Figure 4.8-4 donne les valeurs des coefficients C_1 et C_2 calculés avec les quatre références [27] [7] [28] [29].

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

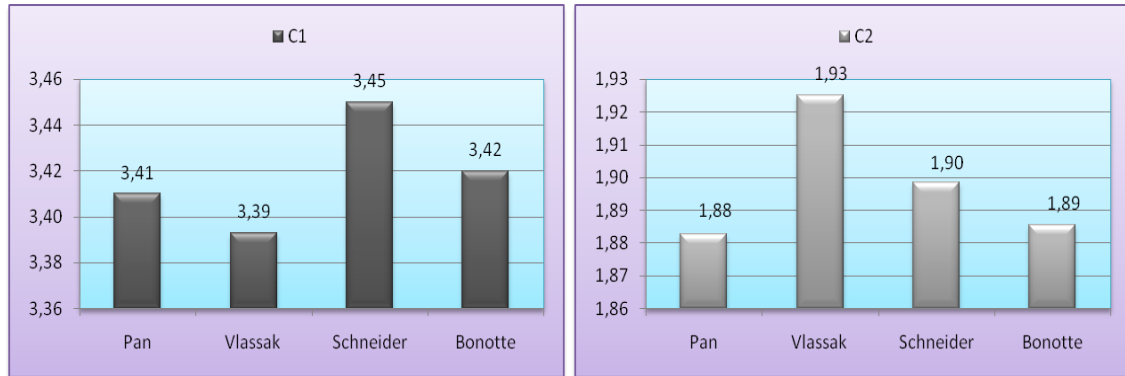


Figure 4.8-4. Coefficients C1 et C2 pour une membrane de géométrie carrée

L'écart type du coefficient C1 est égal à $2.39E-2$, et celui du coefficient C2 est égal à $1.94E-2$. Les équations IV-17 et IV-18 donnent les incertitudes relatives à ces deux coefficients

$$\Delta C_1 = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1.2 \times \frac{2.39E-2}{\sqrt{4}} \quad \text{IV-17}$$
$$\Delta C_1 = \pm 7.17E-3$$

$$\Delta C_2 = k \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1.2 \times \frac{1.94E-2}{\sqrt{4}} \quad \text{IV-18}$$
$$\Delta C_2 = \pm 5.82E-3$$

4.9. Vérification des performances du banc de mesure

Le moyen le plus fiable pour valider notre banc de mesure est de l'utiliser pour retrouver les propriétés mécaniques d'un film mince bien connues par ailleurs. Le silicium est le matériau de base de la micro-électronique, ses propriétés ont été largement étudiées dans la littérature, on peut citer à titre d'exemple [47], ses caractéristiques sont rappelées en annexe 2.

La technologie de fabrication des structures de test est détaillée dans le chapitre I. Les membranes sont micro-usinées suivant la direction $\langle 110 \rangle$. Un wafer de type SOI (Silicon On Insulator) et de plan cristallographique (100) est utilisé pour fabriquer les structures de test. Une campagne de mesure a été menée sur une membrane de géométrie carrée, l'épaisseur et la largeur ont été mesurées suivant la procédure décrite précédemment. Dix pressions différentes ont été utilisées, ces pressions sont comprises entre 66 et 146 mbar avec un pas régulier de 10

Effet des conditions aux limites et des incertitudes dimensionnelles

mbar, la membrane se déforme en petites déflexions comprises entre 1.75 et 4 μ m. La Figure 4.9-1 montre les profils suivant la ligne médiane de la membrane déformée.

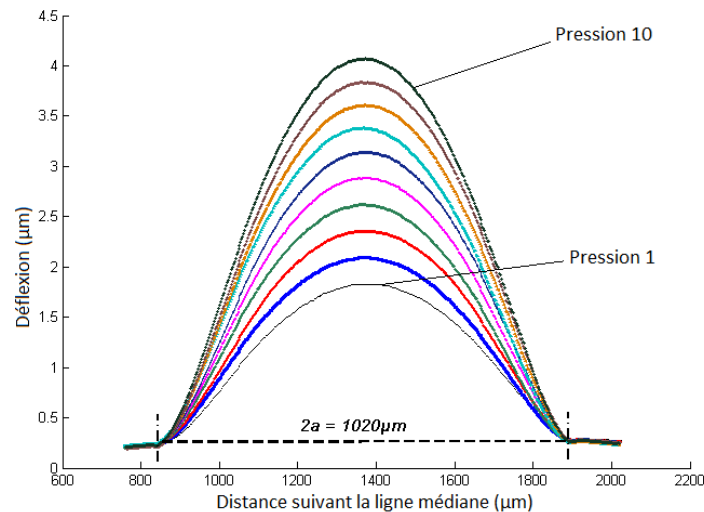


Figure 4.9-1. Profil de la membrane suivant la ligne médiane en vue mesurer le côté

Les mesures géométriques de cette membrane ont donné un côté égal à 1020 μ m et une épaisseur égale à 4.58 μ m.

Les équations II-52 et II-53 sont utilisées pour déterminer le module bi-axial et la contrainte initiale. Le tableau IV-2 résume les résultats de caractérisation comparés avec les propriétés tirées de la littérature.

Tableau IV-2. Comparaison entre l'essai et la littérature

Paramètres mécanique	Test de gonflement	littérature
Module bi-axial	187,5 +/- 3.4GPa	180 Gpa
Contrainte initiale	10 +/-0.2 Mpa	*

Ces résultats sont très satisfaisants, néanmoins il subsiste une petite différence qui peut être liée d'une part aux différentes hypothèses considérées pour obtenir les coefficients C_1 et C_2 de l'équation de gonflement et d'autre part, malgré les améliorations apportées aux techniques de mesures géométriques, l'impact d'une toute petite erreur est très important sur la détermination des propriétés mécaniques. Pour pallier ce problème, il faut faire une étude statistique sur un nombre important d'échantillons de dimensions et géométries différentes. Une première étude statistique fera l'objet d'un paragraphe dans le chapitre V. Cette étude est effectuée sur 22 échantillons en silicium tous de géométries carrées.

4.10. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons quantifié l'effet de la déformation du support de la membrane pour les deux technologies de micro-usinage. Nous avons quantifié l'effet des incertitudes sur les mesures dimensionnelles. Et enfin nous avons montré comment utiliser le banc de gonflement pour mesurer directement les dimensions latérales des membranes. Ce processus évite des manipulations spécifiques à cette tâche et peut être automatisé. De plus il offre la meilleure précision possible.

Pour valider le banc de test mis en place, nous avons fait une application sur des membranes en silicium. Le choix a porté sur ce matériau car ses propriétés mécaniques sont connues de façon sûre dans la littérature et il peut servir à l'étalonnage. Une membrane de géométrie carrée a été caractérisée, nous avons trouvé un module bi-axial égal à 187.5GPa et une contrainte initiale égale à 10MPa. Ces résultats sont très proches de nos attentes et permettent de valider notre banc de test et notre protocole de mesure.

Chapitre - 5. Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

5.1. Introduction

Dans ce chapitre, le banc de test de gonflement est utilisé pour caractériser quelques matériaux utilisés dans le domaine des MEMS. Le premier d'entre eux est bien entendu le silicium qui nous a servi à étalonner notre banc de mesure. Les structures ainsi caractérisées vont ensuite servir de support sur lequel on viendra déposer d'autres matériaux. Nous avons notamment eu l'occasion d'étudier le comportement d'un matériau innovant constitué d'argent poreux que nous avons fait déposer sur un support en silicium de manière à constituer une membrane bicouche.

5.2. Membranes monocouche en silicium

Le silicium est le matériau le plus utilisé dans les dispositifs semi conducteurs, il est présent dans quasiment tous les appareils électroniques et particulièrement les systèmes micro électromécaniques. Les propriétés de ce matériau, que ce soit sur le plan mécanique, électrique ou physique, ont été largement étudiées dans la littérature. Le silicium est probablement le matériau le mieux connu par les physiciens, de ce fait, et au delà de son utilisation pour ses qualités électroniques, il peut être utilisé comme une référence pour calibrer les appareils de mesures ou les bancs de test. Nous l'avons donc employé afin de calibrer notre banc, les membranes ont été fabriquées par les procédés technologiques présentés dans le chapitre IV.

5.2.1. Structures de test

Les échantillons étudiés sont tous de géométries carrées et de différentes tailles, ils sont gravés suivant la direction [110]. Les mesures géométriques sont effectuées suivant les procédures détaillées au chapitre IV. Nous disposons de vingt deux membranes de géométries carrées, vingt sont gravées avec la technique DRIE, qui seront appelées « RIE suivi d'un numéro ». Et deux membranes sont gravées avec la technique KOH, qui seront appelées

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

« KOH suivi d'un numéro ». Le tableau suivant résume les mesures géométriques de l'ensemble de ces échantillons :

Tableau V-1. Caractéristiques géométriques des structures de test								
Echantillon	RIE18a	RIE18b	RIE18c	RIE18d	RIE18e	RIE1c	RIE1d	RIE1e
2a (µm)	1769	1837	1817	1798	1841	2014	2019	2020
t (µm)	5,127	5,248	5,17	5,283	5,39	5,109	4,9747	5
Echantillon	RIE3a	RIE12a	RIE12c	RIE12d	RIE3e	RIE3f	RIE9c	RIE9f
2a (µm)	1331	1055	1046	1052	1549	1568	797	798
t (µm)	5,332	4,94	5,43	5,415	5,219	4,811	5,486	5,21
Echantillon	RIE9g	RIE9h	RIE7a	RIE7c	KOH1a	KOH1e		
2a (µm)	809	806	1337	1300	1020	1033		
t (µm)	5,131	5,347	5,23	5,305	4,583	4,7056		

Les mesures des dimensions latérales sont effectuées avec une incertitude relative égale à 0.18%. Et les mesures des épaisseurs sont effectuées avec une incertitude relative égale à 0.21%.

5.2.2. Expérimentation

Les échantillons sont testés un par un dans notre banc. Le graphe de la Figure 5.2-1 montre les résultats des mesures. Les comportements des divers échantillons sont différents, ce qui est normal compte tenu des dimensions qui sont presque toutes différentes.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

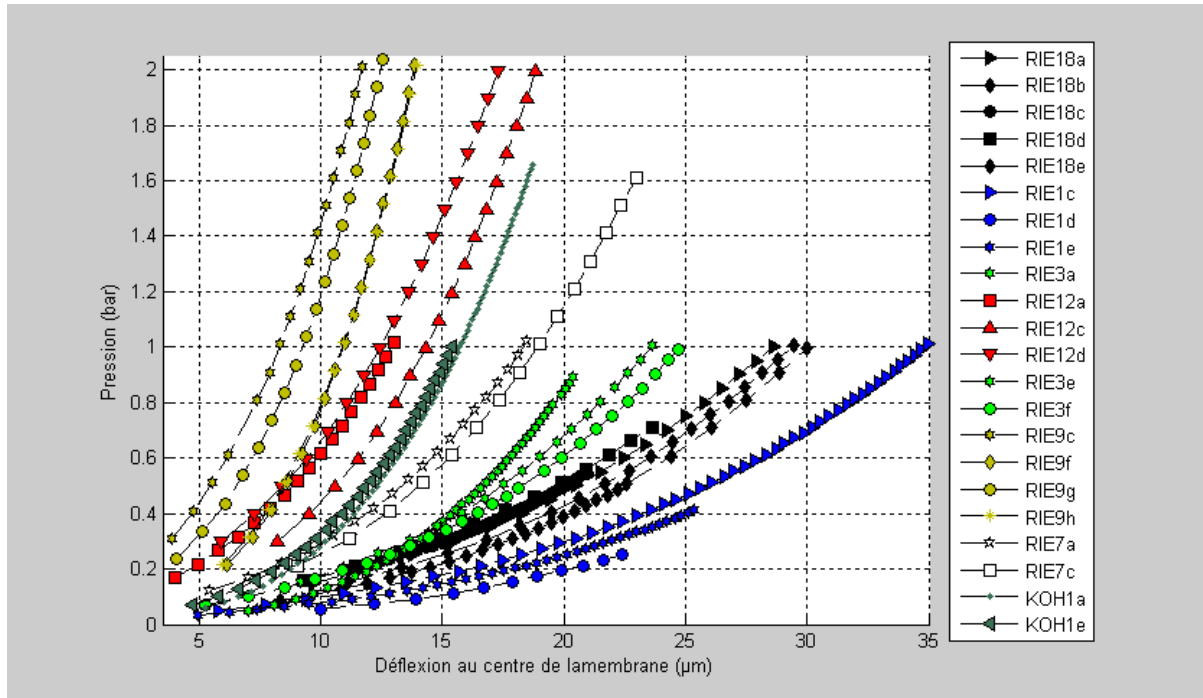


Figure 5.2-1. Résultats de mesures de la pression en fonction de la déflexion pour l'ensemble des échantillons de test

La Figure 5.2-1 montre les résultats de mesure de l'ensemble des membranes. Sur cette figure, on peut voir que les échantillons de mêmes dimensions géométriques réagissent avec le même comportement à l'essai de gonflement.

5.2.3. Caractérisation mécanique

Les membranes sont dans le plan (100). Nous considérons que le coefficient de Poisson est égal à 0.062, ce qui correspond au coefficient de Poisson calculé théoriquement [47]. Le module d'Young et la contrainte initiale sont calculés à partir des équations V-1 et V-2 ci-dessous :

$$\frac{E}{(1-\nu)} = \frac{Aa^4}{C_2 t} \quad \text{V-1}$$

$$\sigma_0 = \frac{a^2}{C_1 t} \left[B - A \frac{C_3 t^2}{C_2} \right] \quad \text{V-2}$$

A et B sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite $P/w_0 = f(w_0^2)$

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

5.2.3.1. Contrainte initiale

Les contraintes initiales de l'ensemble des échantillons sont calculées à partir de l'équation de gonflement. Il est rappelé que le troisième terme de l'équation de gonflement, relatif à la flexion libre de l'échantillon n'a pas été négligé. L'histogramme de la Figure 5.2-2 représente les contraintes initiales en MPa calculées pour l'ensemble des échantillons.

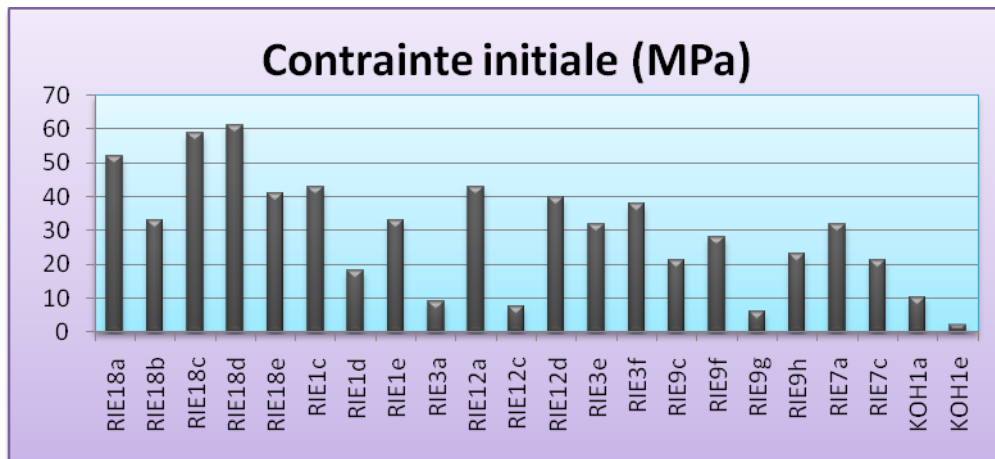


Figure 5.2-2. Contraintes initiales de l'ensemble des échantillons

On remarque que les échantillons sont faiblement contraints. La contrainte initiale la plus élevée est égale à 61 MPa, elle a été calculée pour l'échantillon « RIE18d » dont la géométrie est un carré de 1798 μm de côté. Sur les vingt-deux échantillons testés, 5 ont des contraintes négatives, 3 ont des contraintes comprises entre 6 et 20MPa, 14 membranes ont des contraintes comprises entre 20 et 61MPa. La Figure 5.2-3 montre une statistique effectuée sur le calcul des contraintes.

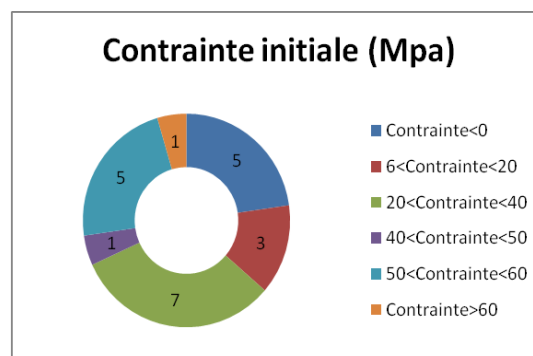


Figure 5.2-3. Répartition des échantillons en fonction de la valeur de leur contrainte initiale

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

On remarque également qu'il existe une dépendance entre la contrainte initiale et la taille de l'échantillon. Le graphique (a) de la Figure 5.2-4 montre la contrainte initiale de chaque échantillon en fonction de sa surface.

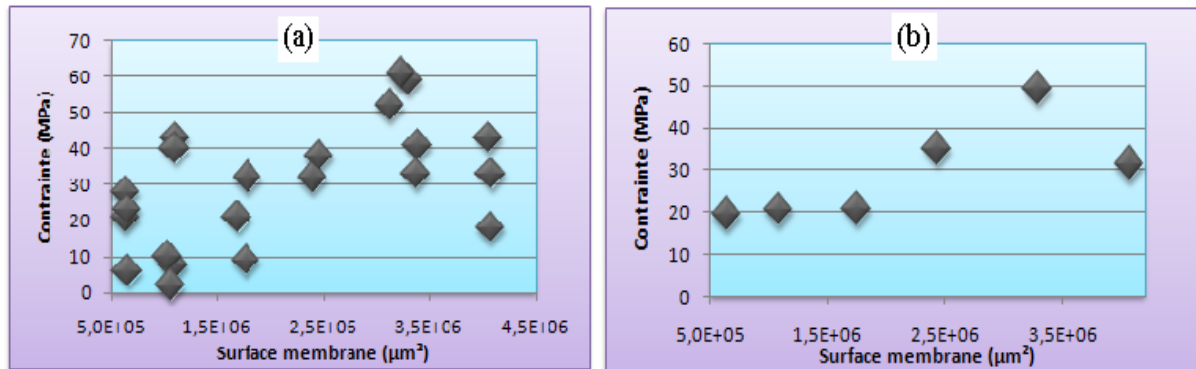


Figure 5.2-4. Contrainte initiale de chaque échantillon en fonction de sa surface

On constate que les contraintes initiales augmentent quand la taille des échantillons augmente. Pour vérifier ce constat, l'ensemble des échantillons a été trié par groupes de mêmes surfaces. Une contrainte moyenne est calculée pour chaque groupe d'échantillons. Le graphique (b) de la Figure 5.2-4, représente l'évolution des contraintes initiales moyennes en fonction de la taille des échantillons. Ce phénomène pourrait provenir du fait que les contraintes résiduelles ne sont pas parfaitement uniformes très localement sur la membrane mais également suivant leur emplacement sur le wafer. Ce qui fait que lors de la gravure elles ne se relâchent pas non plus de la même façon.

5.2.3.2. Module d'Young

L'équation de gonflement est utilisée pour déterminer le module d'Young. L'histogramme de la Figure 5.2-5 représente les modules d'Young en GPa calculés pour l'ensemble des échantillons.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

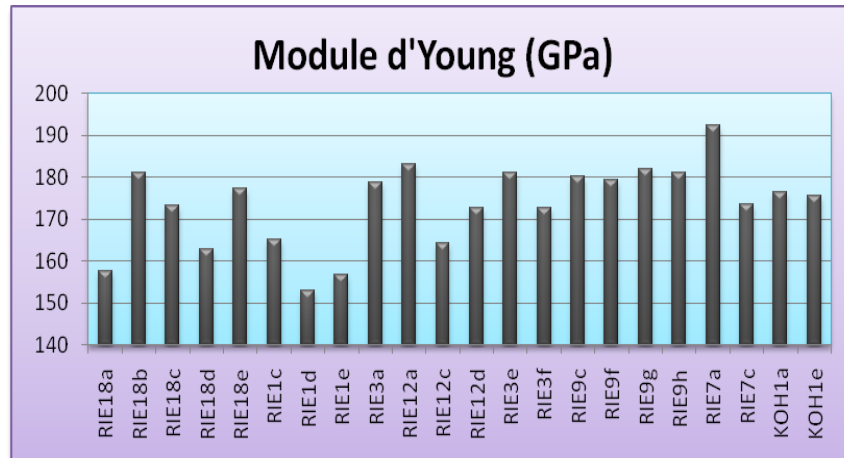


Figure 5.2-5. Modules d'Young de l'ensemble des échantillons

Les modules d'Young calculés pour ces échantillons sont compris entre 153 GPa et 192 GPa. 18 échantillons sur un total de 22 ont un module d'Young compris entre 163 et 183 GPa. La moyenne arithmétique est de 173 GPa avec un écart type égal à 9.87.

Sachant que le module d'Young du silicium calculé théoriquement [47] dans le plan (100) est de l'ordre de 169 GPa. La différence constatée entre la valeur théorique et celle mesurée lors de cette étude est principalement due aux éventuelles erreurs et incertitudes commises sur les mesures géométriques des échantillons.

De la même façon, nous avons tracé le module d'Young calculé pour chaque échantillon en fonction de sa surface. Le graphique (a) de la Figure 5.2-6 montre le module d'Young de chaque échantillon en fonction de sa surface, et le graphique (b) représente une évolution des modules d'Young moyens en fonction de la taille des échantillons.

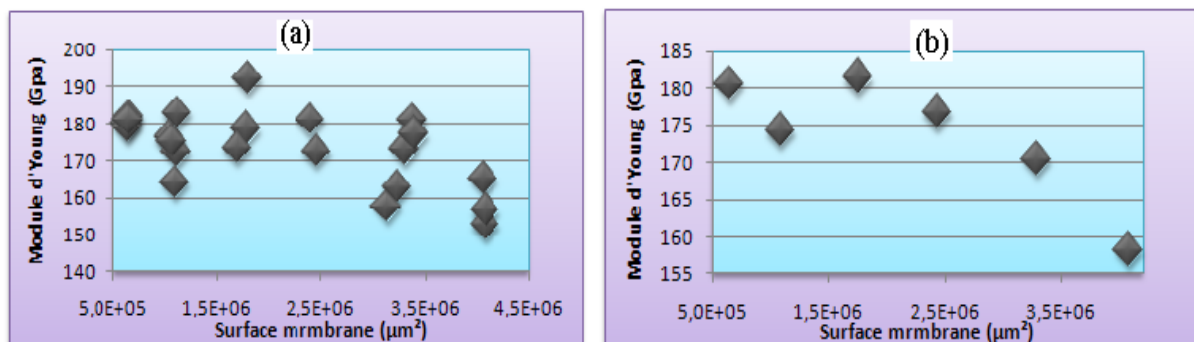


Figure 5.2-6. Contrainte initiale de chaque échantillon en fonction de sa surface

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

Contrairement aux contraintes initiales, le module d'Young augmente quand la taille de l'échantillon devient de plus en plus petite. Les échantillons de petite taille sont plus rigides que les échantillons de plus grande taille. Ce phénomène pourrait provenir du fait que plus la membrane est petite et moins le support se déforme à son encastrement. Faute de temps et vu le nombre de membranes, nous n'avons pas pu appliquer notre méthode numérique pour voir si le module d'Young aurait été plus homogène.

5.3.Membranes bicouche

5.3.1. Introduction

Les membranes en silicium précédemment fabriquées, peuvent être utilisées pour caractériser d'autres matériaux. En effet, puisque nous connaissons leurs propriétés mécaniques, nous pouvons y déposer un matériau à tester, Figure 5.3-1.



Figure 5.3-1. Structure de test bicouche

En effectuant un test de gonflement sur la nouvelle structure de test, les propriétés mécaniques du matériau étudié peuvent être déterminées. Pour ce faire il faut utiliser un modèle mathématique spécifique pour des membranes multicouches.

5.3.2. Modélisation mathématique

L'équation de gonflement dans le cas d'une membrane multicouche a la même forme que celle d'une monocouche à l'exception des coefficients $C1$ et $C2$ [36]. Pour proposer un modèle mathématique pour les membranes carrées multicouches, Pin et al ont admis les hypothèses suivantes :

Les déplacements latéraux sont nuls en épaisseur, cela signifie que les lignes perpendiculaires au plan OXY avant déflexion demeurent perpendiculaires au même plan après déflexion. L'énergie totale de déformation des multicouches est calculée comme étant la

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

somme de l'énergie de déformation ramenée à une seule couche. L'équation de gonflement de membranes multicouches a la même forme que celle obtenue dans le cas d'une monocouche mais en remplaçant le module bi-axial multiplié par l'épaisseur, par la somme des modules bi-axiaux de chaque couche multipliés par l'épaisseur de chaque couche. La contrainte initiale quant à elle est multipliée par l'épaisseur de chaque couche. Soient les équations V-3 et V-4 suivantes :

$$\frac{Et}{1-\nu} \Rightarrow \sum_{i=1}^n \frac{E_i t_i}{1-\nu_i} \quad \text{V-3}$$

$$\text{et } \sigma_0 t \Rightarrow \sum_{i=1}^n \sigma_{0i} t_i \quad \text{V-4}$$

Dans le cas de grandes déformations, l'équation de gonflement d'une membrane multicouches devient :

$$P = \frac{C_2(\nu_i, E_i, t_i)}{a^4} w_0^3 + \sum_{i=1}^n \sigma_{0i} t_i \frac{C_1}{a^2} w_0 \quad \text{V-5}$$

Avec :

- P : pression différentielle
- σ_{0i} : contraintes initiales de la couche i
- ν_i : coefficient de poisson du matériau de la couche i
- w_0 : déflexion maximale au centre
- a : rayon de la membrane
- E_i : module de Young du matériau de la couche i
- t_i : épaisseur de la couche i

L'équation V-3 peut être réécrite de la manière suivante :

$$\frac{P}{w_0} = \frac{\sum_{i=1}^n C_2(\nu_i) \frac{E_i t_i}{(1-\nu_i)}}{a^4} w_0^2 + C_1 \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{0i} t_i}{a^2} \quad \text{V-6}$$

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

L'interpolation linéaire de la courbe $P/w_0=f(w_0^2)$ est une droite dont la pente est une fonction du module de Young, et l'ordonnée à l'origine est une fonction des contraintes initiales.

$$A = \frac{\sum_{i=1}^n C_2(\nu_i) \frac{E_i t_i}{(1-\nu_i)}}{a^4} \quad \text{V-7}$$

$$B = C_1 \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{0i} t_i}{a^2} \quad \text{V-8}$$

A et B sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite. Si les propriétés mécaniques d'une des couches sont connues, les propriétés mécaniques de l'autre couche sont facilement déduites.

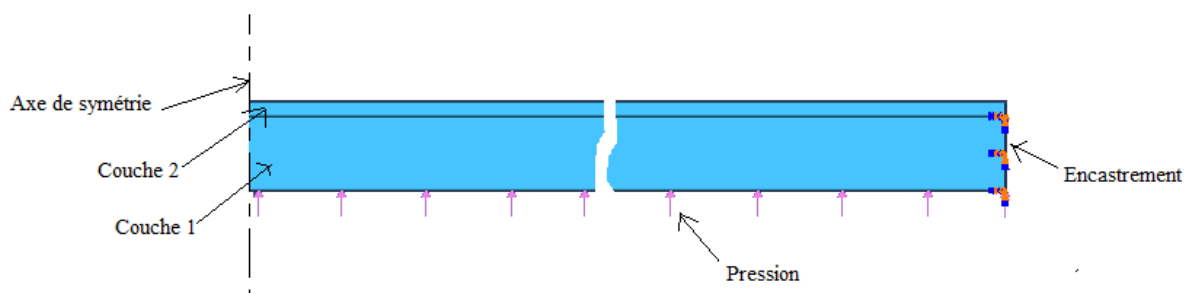
5.3.3. Modélisation par éléments finis

La modélisation par les éléments finis est utilisée dans ce chapitre dans le but de vérifier la validité des équations des membranes multicouches. Nous considérons une membrane bicouche de géométrie circulaire d'un rayons de 500 μm . Le tableau V-2 montre les paramètres utilisés pour effectuer les simulations.

Tableau V-2. Paramètres de simulation

	Épaisseur	Module d'Young	Coefficient de Poisson
couche 1	5 μm	169 GPa	0,062
couche 2	1 μm	80 GPa	0,36

Pour simplifier les calculs, nous supposons que la membrane est sans contrainte initiale. Le modèle axisymétrique développé dans le chapitre II est utilisé pour faire les simulations. La Figure 5.3-2 montre la géométrie et les conditions aux limites du modèle éléments finis



Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

Figure 5.3-2. Géométrie et conditions de chargement et aux limites du modèle éléments finis

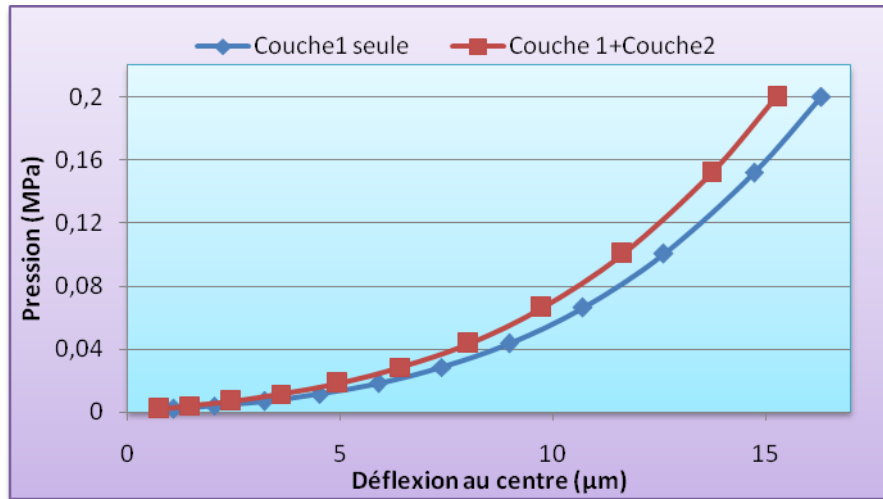


Figure 5.3-3. Résultat de simulations pour une membrane monocouche et une membrane bicouche

La continuité entre les deux couches est considérée comme parfaite et la membrane est parfaitement encastree à ses bords. Deux simulations ont été réalisées, dans la première, la couche 1 a uniquement été modélisée et dans la deuxième les deux couches ont été prises en compte. La Figure 5.3-3 montre le résultat de simulations de deux membranes ; la première membrane monocouche est modélisée avec seulement la couche 1, et la deuxième est bicouche modélisée avec la superposition des couches 1 et 2.

On remarque que le fait de rajouter une deuxième couche rend la membrane plus rigide, comme on pouvait s'y attendre. Ces résultats seront comparés à ceux du modèle mathématique. Le module d'Young et le coefficient de Poisson de la membrane bicouche sont calculés à partir des équations V-9 et V-10.

$$E_{eq} = \left(\frac{E_{Couche1} t_{Couche1}}{1 - \nu_{Couche1}} + \frac{E_{Couche2} t_{Couche2}}{1 - \nu_{Couche2}} \right) \frac{1 - \nu_{eq}}{t_{eq}} \quad V-9$$

Où "eq" est un indice représentant les paramètres équivalents de la membrane bicouche. Le coefficient de Poisson équivalent de la membrane bicouche est calculé à partir des lois de mélange [48]. Soit

$$\nu_{eq} = \frac{\nu_{Couche1} V_{Couche1} + \nu_{Couche2} V_{Couche2}}{V_{Couche1} + V_{Couche2}} \quad V-10$$

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

Le tableau V-3 résume les propriétés mécaniques de la membrane bicouche calculées à partir des équations précédentes

Tableau V-3. Paramètres de simulation

	Épaisseur	Module d'Young	Coefficient de Poisson
Bicouche	6 μm	152 GPa	0,112

On remarque que le module d'Young de la membrane bicouche est inférieur à celui de la couche 1 et supérieur à celui de la couche 2. L'équation de gonflement est utilisée pour calculer le comportement de la membrane, le coefficient C2 proposé par Small et all [37] a été utilisé. La Figure 5.3-4 montre une comparaison entre le modèle mathématique et le modèle éléments finis de la membrane bicouche.

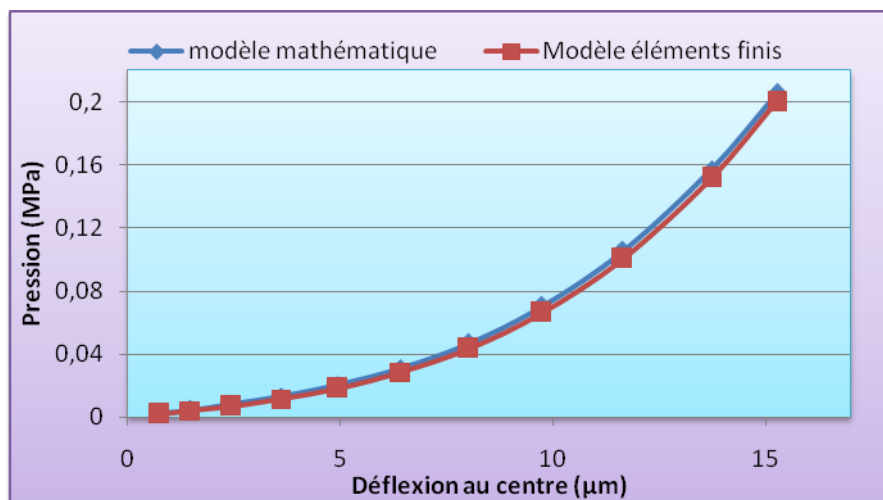


Figure 5.3-4. Comparaison entre le modèle mathématique et le modèle éléments finis d'une membrane bicouche

On constate que les modèles mathématique et éléments finis traduisent de la même manière le comportement de la membrane bicouche soumise à un test de gonflement. Les formulations des lois de mélange sont donc valables pour effectuer ce genre d'étude.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

5.3.4. Impact des incertitudes géométriques sur les résultats de caractérisation

Dans la pratique, on cherche à caractériser l'une des deux couches constituant la membrane bicouche. En effet, connaissant les propriétés mécaniques de la couche 1, par exemple, le module d'Young et la contrainte initiale de la couche 2 peuvent être calculés à partir des deux équations V-11 et V-12 suivantes :

$$E_{couche2} = \left(\frac{E_{eq} t_{eq}}{1 - \nu_{eq}} - \frac{E_{couche1} t_{couche1}}{1 - \nu_{couche1}} \right) \frac{1 - \nu_{couche2}}{t_{couche2}} \quad V-11$$

$$\sigma_{0couche2} = \frac{\sigma_{0eq} t_{eq} - \sigma_{0couche1} t_{couche1}}{t_{couche2}} \quad V-12$$

Les éventuelles erreurs de mesures des épaisseurs des couches ainsi que de la dimension latérale de la membrane, provoqueront forcément des erreurs de calcul des propriétés mécaniques recherchées. Pour quantifier cet impact, deux scénarios différents sont simulés dans l'objectif de mettre en évidence les erreurs sur les résultats de caractérisation provoquées. D'une part par les incertitudes de mesures des épaisseurs, et d'autre part par les incertitudes de mesure de la dimension latérale.

5.3.4.1. Incertitudes sur la mesure des épaisseurs

Les erreurs de mesures d'épaisseurs de la couche 1 et de la couche 2 ont été volontairement introduites dans le calcul du module d'Young et de la contrainte initiale. Les propriétés mécaniques de la couche 1 sont déterminées avant le dépôt de la couche 2. Ensuite les propriétés de la couche 2 sont déterminées en utilisant les équations V-11 et V-12.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

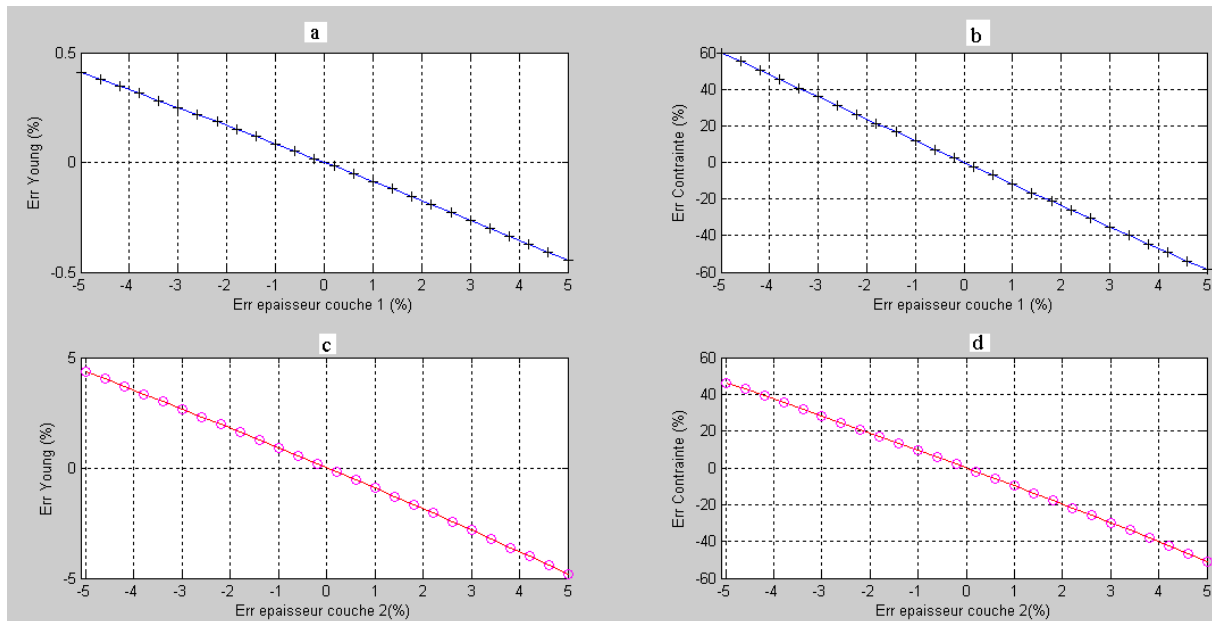


Figure 5.3-5. Impact des erreurs de mesures géométriques sur la caractérisation de la couche 2.

Impact de l'erreur de mesure de l'épaisseur de la couche 1 sur le calcul du module d'Young de la couche 2

Impact de l'erreur de mesure de l'épaisseur de la couche 1 sur le calcul de la contrainte initiale de la couche 2

Impact de l'erreur de mesure de l'épaisseur de la couche 2 sur le calcul du module d'Young de la couche 2

Impact de l'erreur de mesure de l'épaisseur de la couche 2 sur le calcul de la contrainte initiale de la couche 2

Les graphiques de La Figure 5.3-5 montre l'impact des incertitudes des mesures des épaisseurs des couches 1 et 2, composant la membrane bicouche, sur le résultat de caractérisation de la couche 2. Ils permettent de tirer les enseignements suivants :

- La précision de caractérisation du module d'Young de la couche 2 est beaucoup plus sensible à l'erreur commise sur la mesure de l'épaisseur de cette même couche que celle commise sur la couche de base (couche 1). Sur les graphiques V-11 (a) et V-11 (b), on peut remarquer qu'une erreur de mesure de $\pm 5\%$ de l'épaisseur de la couche 1, n'a quasiment aucun impact sur le calcul du module d'Young de la couche 2. Tandis qu'une même erreur commise sur la mesure de l'épaisseur de la couche 2 provoquerait une erreur de $\pm 5\%$ sur le module d'Young de la couche 2.
- La précision de calcul de la contrainte initiale est liée à la précision de mesure des deux épaisseurs. Sur les graphiques V-11 (b) et V-11 (d), on peut remarquer qu'une erreur de mesure de $\pm 5\%$ de l'épaisseur de la couche 1, provoquerait une erreur de $\pm 60\%$ sur le

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

calcul de la contrainte initiale de la couche 2. Tandis qu'une même erreur commise sur la mesure de l'épaisseur de la couche 2 provoquerait une erreur de +/- 50%.

5.3.4.2. Incertitude sur la mesure de la dimension latérale

Contrairement au cas de l'épaisseur, l'erreur commise sur la mesure de la dimension latérale est commune aux deux couches. L'impact de celle-ci sur le résultat de caractérisation de la couche 2 est mis en évidence ci-dessous. Pour ce faire, des erreurs ont été volontairement introduites dans la mesure des dimensions latérales. Les propriétés de la couche 2 sont déterminées en utilisant les équations V-11 et V-12.

La Figure 5.3-6 montre l'impact des incertitudes commises lors de la mesure de la dimension latérale sur le résultat de caractérisation de la couche 2.

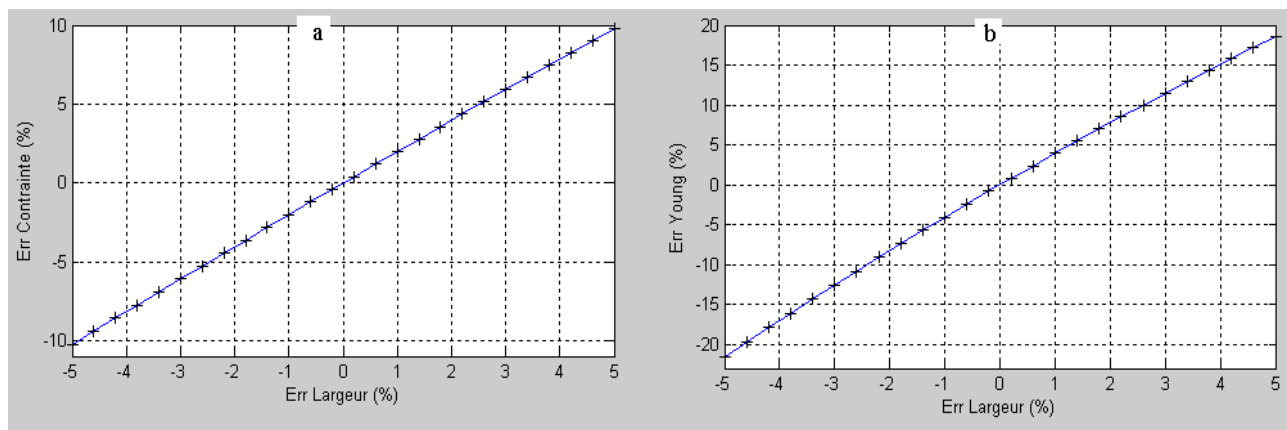


Figure 5.3-6. Erreur de caractérisation du module d'Young (a) et de la contrainte initiale (b) de la couche 2 provoquée par l'erreur de mesure de la dimension latérale

Sur la Figure 5.3-6 (a), on peut constater qu'une erreur de +/- 5% commise sur la mesure de la dimension latérale de la membrane, se traduit par une erreur de +/- 10 % sur le module d'Young, et par une erreur de +/- 20% sur la contrainte initiale de la couche 2 (Figure 5.3-6 (b)). Comparé à l'impact engendré par l'erreur de mesure de l'épaisseur de la couche caractérisée.

D'une manière générale, la mesure de l'épaisseur de la couche caractérisée est le facteur clé le plus important. Il faut effectuer cette mesure avec la plus grande précision possible. Contrairement aux membranes monocouche, les incertitudes de mesures géométriques de la couche de base, de la membrane bicouche, n'ont pas un impact significatif sur la précision du résultat de caractérisation de la couche étudiée si le module d'Young est petit par rapport à la couche support.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

5.3.5. Caractérisation de l'argent poreux

L'argent est un matériau métallique, il est apprécié dans le domaine de la micro-électronique non seulement pour ses propriétés électriques mais surtout par le fait qu'il est possible de l'utiliser sous la forme de poudres ou de nanoparticules ce qui facilite son dépôt sur des substrats souples [49]. Le procédé de fabrication utilisé pour faire ce type de dépôt est la technique dite « ink-jet », ou impression par jet de matière. Cette technique permet, à partir d'un matériau en solution, de réaliser de manière additive un motif structuré, réduisant ainsi le nombre d'étapes de fabrication et la quantité de matériau consommé, contrairement à la photolithographie. De plus, l'impression s'applique aux substrats souples pour la réalisation de dispositifs électroniques flexibles.

5.3.5.1. Technologie de fabrication

Le principe de fabrication des structures de test est relativement simple, il consiste à poser une goutte du mélange, de nanoparticule d'argent diluée dans un solvant, sur le substrat qui est une membrane en silicium préalablement caractérisée par le test de gonflement. La structure de test ainsi obtenue subit un recuit dans le but d'évaporer le solvant et de solidifier la couche d'argent obtenue. La Figure 5.3-7 représente un schéma simplifié du procédé de fabrication.

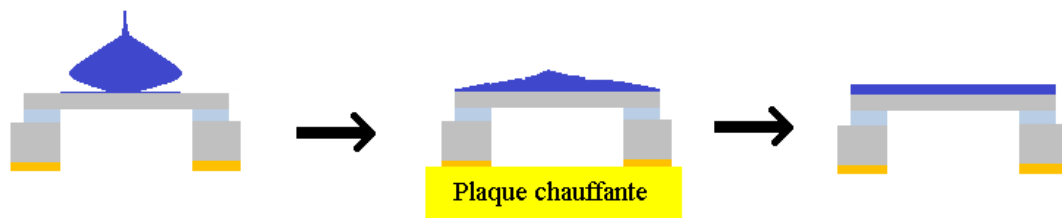


Figure 5.3-7. Étapes technologiques du dépôt du film d'argent sur la membrane en silicium

La Figure 5.3-7 représente une schématisation simplifiée du procédé du dépôt du film d'argent, mais en réalité c'est plus compliqué car pour obtenir un dépôt reproductible, il faut maîtriser certains paramètres comme le volume de la goutte du mélange argent + solvant, température du recuit et ainsi de suite, ...

5.3.5.2. Structures de test

Les échantillons sont de géométries carrées de différentes tailles. Nous disposons de 3 échantillons différents. Le tableau V-4 suivant résume leurs mesures géométriques :

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

Tableau V-4. Paramètres géométriques des échantillons bicouche

Echantillon	RIE18e	RIE1a	RIE1b
Largeur (μm)	1841	2078	1834
Epaisseur -Si (μm)	5,39	5,03	5,38
Epaisseur -Ag (μm)	1,121	1,172	0,867
Température recuit ($^{\circ}\text{C}$)	500	200	200

5.3.5.3. Expérimentations

Les échantillons sont passés un par un dans le banc de test de gonflement. Les graphes de la Figure 5.3-8 montrent les résultats de mesures de ces échantillons

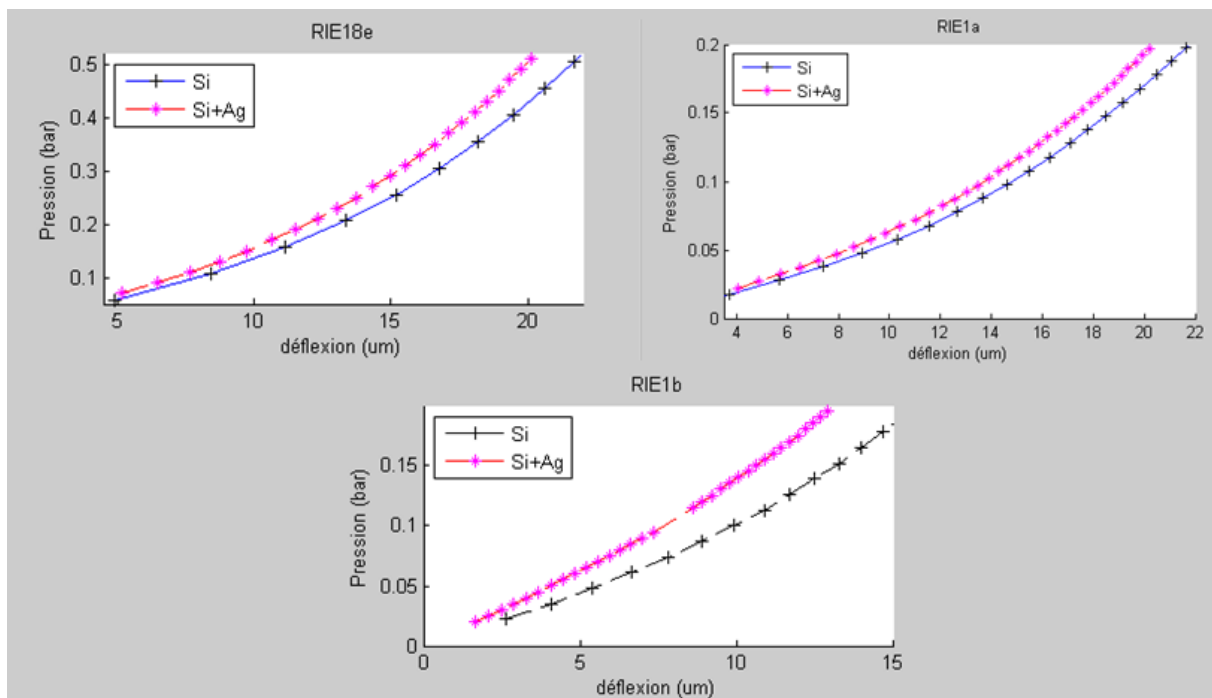


Figure 5.3-8. Résultat de mesure de la pression en fonction de la déflexion avant et après le dépôt du film d'argent

La Figure 5.3-8 montre le résultat de mesure de l'ensemble des échantillons avant et après dépôt du film d'argent.

5.3.5.4. Caractérisation mécanique

Dans cette étude nous avons considéré que le coefficient de Poisson de l'argent déposé en couche mince n'est pas très différent de celui de l'argent massif, soit 0.367 [50]. En

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

appliquant les équations V-11 et V-12 dans le cadre de cette étude, nous obtenons les équations V-11bis et V-12bis ci-dessous

$$E_{Ag} = \left(\frac{E_{eq} t_{eq}}{1 - \nu_{eq}} - \frac{E_{Si} t_{Si}}{1 - \nu_{Si}} \right) \frac{1 - \nu_{Ag}}{t_{Ag}} \quad \text{V-11bis}$$

$$\sigma_{0Ag} = \frac{\sigma_{0eq} t_{eq} - \sigma_{0Si} t_{Si}}{t_{Ag}} \quad \text{V-12bis}$$

Avec E_{eq} et σ_{0eq} sont respectivement le module d'Young équivalent et la contrainte initiale équivalente de la membrane bicouche. t_{eq} est l'épaisseur totale égale à la somme des deux couches constituant la membrane. ν_{eq} est le coefficient de Poisson équivalent de la membrane bicouche, il est calculé à partir des lois de mélange [48]. Soit

$$\nu_{eq} V_{total} = \sum \nu_i V_i \quad \text{V-13}$$

V_i est le volume de la couche i , et V_{total} est le volume total de la membrane bicouche égal à la somme des volumes des deux couches constituant la membrane

5.3.5.4.1. Contrainte initiale équivalente

La contrainte initiale équivalente est une contrainte moyenne dans la membrane bicouche, les deux couches sont donc considérées comme parfaitement collées. Les résultats d'essais des membranes bicouche et l'équation V-2 sont utilisés pour calculer la contrainte équivalente de chaque échantillon. Le troisième terme de l'équation de gonflement, relatif à la flexion libre de l'échantillon, n'est pas négligé. L'histogramme de la Figure 5.3-9 représente les contraintes initiales équivalentes en MPa calculées pour chaque échantillon

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

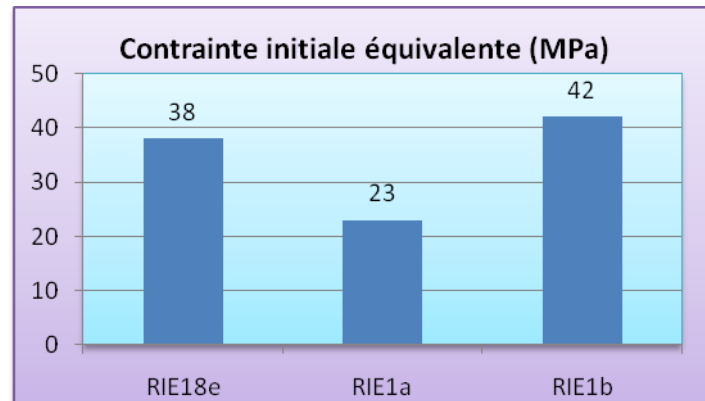


Figure 5.3-9. Contraintes initiales équivalentes des trois échantillons bicouche

Les membranes bicouche résultant de la superposition des deux couches de silicium et d'argent sont faiblement contraintes. Les contraintes calculées varient entre 23 et 42 MPa, ces contraintes sont fictives car dans le cas de membranes bicouche, il existe un gradient de contrainte dans l'épaisseur de la membrane et dans certains cas, la nature des contraintes est différente d'une couche à l'autre. (Contraintes d'extension ou de compression)

5.3.5.4.2. Module d'Young équivalent

Le module d'Young équivalent est calculé à partir des résultats d'essais de chaque échantillon et de l'équation V-1. L'historique de la Figure 5.3-10 représente les modules d'Young équivalents en GPa calculés pour chaque échantillon.

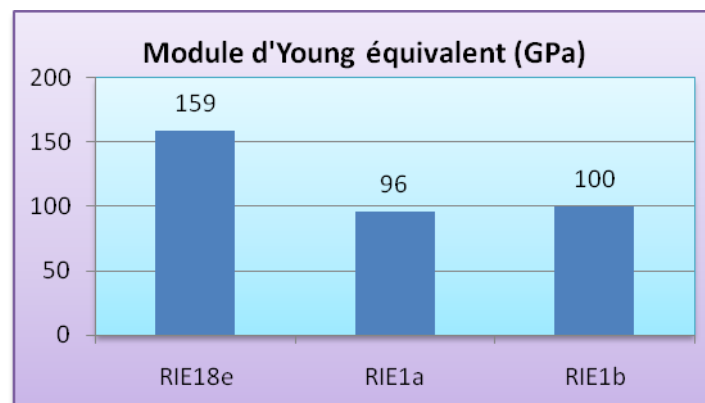


Figure 5.3-10. Modules d'Young équivalents des trois échantillons bicouche

Les modules d'Young équivalents des membranes bicouche varient d'un échantillon à l'autre, ceci est normal car ils sont fonction de plusieurs paramètres dont l'épaisseur du dépôt et la température du recuit. Les échantillons RIE1a et RIE1b ont été recuit avec la même

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

température (200°C), leurs modules d'Young respectifs sont très proches. Tandis que l'échantillon RIE18e a été recuit à une température différente (500°C), son module d'Young est beaucoup plus élevé que les deux autres.

5.3.5.4.3. Contrainte initiale dans le film d'argent

Connaissant les contraintes initiales équivalentes de chaque membrane ainsi que les contraintes initiales des couches de silicium seul, les contraintes initiales des dépôts d'argent de chaque échantillon peuvent être calculées à partir de l'équation V-12bis. L'histogramme de la Figure 5.3-11 représente les contraintes initiales en MPa calculées pour chaque échantillon

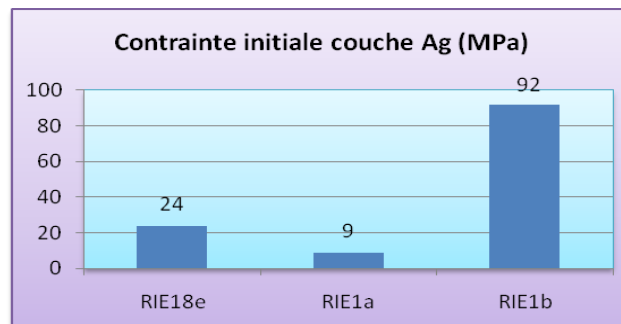


Figure 5.3-11. Contraintes initiales des dépôts d'argent des trois échantillons

On ne trouve pas les mêmes contraintes initiales dans les échantillons, ceci est probablement dû à l'homogénéité ainsi qu'à l'épaisseur du dépôt de chaque échantillon

5.3.5.4.4. Module d'Young de l'argent

Connaissant les modules d'Young équivalents de chaque membrane ainsi que les modules d'Young des couches de silicium, les modules d'Young des dépôts d'argent de chaque échantillon peuvent être calculés à partir de l'équation V-11bis. L'histogramme de la Figure 5.3-12 représente les modules d'Young en GPa calculés pour chaque échantillon

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

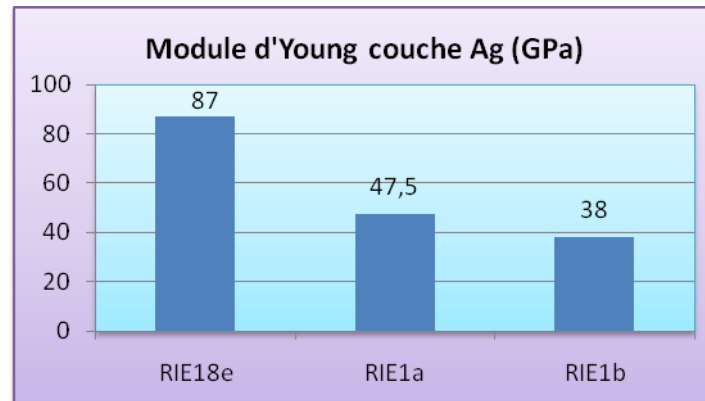


Figure 5.3-12. Modules d'Young des dépôts d'argent des trois échantillons

Comme pour le module d'Young équivalent, l'épaisseur du dépôt et la température du recuit sont probablement les paramètres les plus importants qui peuvent changer la rigidité du dépôt. Il est possible que la température du recuit favorise la rigidité du dépôt, en effet, les échantillons RIE1a et RIE1b ont pratiquement la même rigidité. Ces échantillons ont été recuits avec une température plus faible que celle de l'échantillon RIE18e, qui lui, a une rigidité plus élevée. Avec seulement trois échantillons il est difficile de porter un jugement définitif.

5.4. Conclusion

Les résultats de caractérisation des membranes bicouche sont obtenus en admettant certaines hypothèses. Nous avons considéré qu'il y a une adhérence parfaite entre la couche de silicium et la couche d'argent, et que le dépôt de la couche d'argent est régulier et homogène sur toute la surface. Ces hypothèses ne sont pas forcément vérifiées car dans la réalité, l'argent n'adhère pas très bien au silicium, ce qui crée une mauvaise homogénéisation et régularité du dépôt. Dans le cas de cette étude, un promoteur d'adhésion a été utilisé afin de favoriser le dépôt d'argent sur la couche de silicium.

La rigidité du dépôt dépend de plusieurs paramètres, il est possible que la température lors du dépôt et son épaisseur soient les plus importants. Pour affiner notre compréhension du phénomène, il faudrait effectuer une étude statistique sur plusieurs échantillons. Il est primordial de mesurer l'épaisseur du dépôt à caractériser avec la plus grande précision possible car une petite erreur se traduit par une erreur importante sur le module d'Young et sur la contrainte initiale du dépôt.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

La caractérisation mécanique par gonflement de membranes multicouche peut être une solution fiable pour des matériaux de très faible épaisseur et des matériaux poreux. Nous avons vu que les modèles mathématiques associés à cette technique de caractérisation sont cohérents avec les modèles éléments finis. Les seules complications résident dans la technologie de fabrication et dans les méthodes de mesures géométriques. Ces dernières influent grandement sur la précision des résultats de caractérisation.

Application à la caractérisation mécanique d'une membrane bicouche

Chapitre - 6. Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Comme nous l'avons mentionné dans les chapitres précédents, le test de gonflement de membrane est un essai mécanique généralement utilisé pour déterminer le module d'Young, la contrainte initiale et le coefficient de Poisson d'un film mince déposé sur un substrat. Pour effectuer cette caractérisation, on associe un modèle mathématique approprié à la courbe expérimentale. Ce modèle applicable uniquement dans le domaine élastique est choisi en fonction de la géométrie de la membrane (coefficients $C1$ et $C2$). Dans la littérature, on peut trouver plusieurs études traitant de l'équation de gonflement. On peut citer par exemple pour les membranes de géométrie circulaires : [27] [36] [23] [37] [35] [22]. Et pour les membranes de géométries carrées et infiniment longues : [16] [27] [7] [28] [29]. Ces modèles mathématiques permettent d'écrire la pression appliquée en fonction de la déflexion maximale au centre de la membrane. Ils ne sont valables que pour certaines géométries, (membranes circulaires, carrées ou infiniment longues). D'autre part, ils sont basés sur des hypothèses qui ne sont pas toujours vérifiées dans le cas réel du test comme par exemple la déformation du support. D'où l'intérêt de déterminer l'équation de gonflement par une méthode de recalage, celle-ci peut aussi servir de moyen de vérification [51] [52]. Cette méthode utilise uniquement la modélisation par éléments finis et pourrait servir à déterminer d'autres paramètres dans le domaine plastique.

6.1.Description de la méthode

Le recalage de modèle est également connu sous le vocable d'identification paramétrique ou correction paramétrique. Il est utilisé lorsque l'on n'arrive pas à déterminer analytiquement les paramètres caractéristiques d'un modèle. Dans le cadre de ce travail, nous avons conçu puis codé un algorithme sous Matlab. Cet algorithme permet de faire coïncider un résultat issu d'un calcul par éléments finis à un résultat issu d'un essai expérimental

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Les propriétés mécaniques recherchées sont obtenues en relançant les calculs par éléments finis et en faisant varier les paramètres recherchés jusqu'à obtenir un « fit » (une coïncidence) entre la courbe d'essai obtenue numériquement et la courbe d'essai expérimental. On rappelle que pour exécuter les calculs par éléments finis d'un modèle numérique quelconque, il est indispensable de renseigner certaines propriétés mécaniques du matériau. Pour une étude statique de comportement élastique par gonflement de membrane, les propriétés mécaniques nécessaires pour exécuter ce calcul, sont le module d'Young, le coefficient de Poisson et la contrainte initiale.

Avant de lancer la procédure de recalage, nous commençons par faire un test expérimental sur une membrane dont on a mesuré la largeur et l'épaisseur préalablement et en suivant la méthode proposée au chapitre IV. La procédure de recalage est constituée des parties suivantes :

- Lancement des calculs par éléments finis
- Récupération des résultats de l'essai expérimental
- Approximation de la courbe d'essai $P=f(w_0)$ sous une forme polynômiale
- Calcul d'erreur entre courbe expérimentale et courbe numérique
- Minimisation de l'erreur en agissant sur les propriétés mécaniques du matériau
- Relance des calculs d'une manière itérative jusqu'à la convergence

Le logiciel de simulation utilisé est Abaqus® [53]. Notre choix a porté sur ce logiciel du fait de sa capacité à résoudre des problèmes de non linéarité. Nous en avons besoin dans un premier temps car la déformation de la membrane se fait en grande déformation ensuite nous comptons ajouter la plasticité. Le second avantage d'Abaqus est que l'on peut imposer facilement des contraintes initiales sur les différentes couches qui constituent le film mince. Par ailleurs, comme le problème est non-linéaire, on ne peut pas appliquer la charge en une étape seulement, on doit l'appliquer itérativement. En effet, la pression appliquée sur une face de la membrane, est subdivisée en plusieurs valeurs intermédiaires dont le pas est ajustable par l'utilisateur. Le logiciel Matlab® [54] a été choisi comme environnement de travail. Le choix de Matlab est relatif, entre-autre, à sa puissance en algèbre linéaire et à la facilité de traiter des matrices/vecteurs.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

6.1.1. Lancement des calculs par éléments finis

Les éléments coques de type « S4R5 » sont utilisés pour discrétiser la géométrie de la membrane et simuler son comportement mécanique. Ces éléments sont efficaces lorsque l'on veut simuler un problème contenant des contraintes initiales. Le processeur de post traitement d'Abaqus s'exécute par un fichier d'entrée « input file » d'extension « .inp ». Ce fichier est construit automatiquement par le logiciel lorsque l'on travaille avec son interface graphique et après avoir lancé le calcul. Il est également possible de l'écrire en utilisant un logiciel spécialisé comme I-Deas® (actuellement NX7). Ce fichier contient toutes les informations nécessaires pour exécuter le calcul, comme la géométrie, le maillage, les propriétés du matériau, le type d'éléments, etc.... Il peut être ouvert avec un éditeur de texte, et il est possible de lui apporter des modifications à condition de respecter une syntaxe adéquate et des mots clés appropriés. Dans le cas de cette étude, nous apportons des modifications à ce fichier en créant des variables associées aux paramètres recherchés (module d'Young, contrainte initiale et coefficient de Poisson). Nous l'utilisons également pour imprimer le résultat de la déflexion au centre de la membrane dans un fichier récapitulatif de données et de résultats « data file », ce fichier a une extension « .dat » et peut également être ouvert par un éditeur de texte. Toutefois, les modifications sont effectuées par un programme Matlab, celui-ci permet de charger le fichier dans le processeur d'Abaqus et de récupérer les résultats à partir du fichier d'extension « .dat » construit à la fin du calcul. Les résultats récupérés sont sous forme d'un tableau de données contenant la pression et la déflexion au centre de la membrane.

6.1.2. Approximation des résultats de pression-déflexion. $P=f(w_0)$

Les résultats de la pression-déflexion récupérés à la fin de la simulation peuvent être modélisés par une équation mathématique. De manière générale, nous cherchons à approximer une fonction dont on ne connaît les valeurs qu'en certains points. Plus précisément, étant donné n couples de pressions et de déflexion (P_i, w_{0i}) , le problème consiste à trouver une fonction $F=F(w_0)$ telle que $F(w_{0i})=P_i$ pour $i=1, \dots, n$. On dit alors que F interpole $\{P_i\}$ aux points $\{w_{0i}\}$.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Nous admettons que les couples (P_i, w_{0i}) , (pression, déflexion au centre de la membrane), construisent une fonction polynomiale sous forme d'une somme de deux termes : le premier terme est cubique et le second est linéaire comme illustré par l'équation VI-1.

$$P = Aw_0^3 + Bw_0 \quad \text{VI-1}$$

Avec A et B sont les coefficients correspondant respectivement au terme cubique et au terme linéaire. Ces deux coefficients peuvent être déterminés numériquement en utilisant une méthode itérative [55]. En effet, pour n mesures de la pression – déflexion, nous pouvons écrire le système d'équations VI-2 suivants :

$$\begin{cases} w_{01}^3 A + w_{01} B = P_1 \\ w_{02}^3 A + w_{02} B = P_2 \\ \dots & \dots & \dots \\ w_{0n}^3 A + w_{0n} B = P_n \end{cases} \Leftrightarrow \begin{bmatrix} w_{01}^3 & w_{01} \\ w_{02}^3 & w_{02} \\ \dots & \dots \\ w_{0n}^3 & w_{0n} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A \\ B \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P_1 \\ P_2 \\ \dots \\ P_n \end{bmatrix} \quad \text{VI-2}$$

Nous disposons de n équations et de deux inconnues (A et B). Nous rappelons que seulement 2 équations sont nécessaires pour déterminer les 2 inconnues. Il y a donc une redondance des équations, ce qui devrait assurer une bonne précision. Parmi toutes les solutions, nous choisissons celle qui approxime le mieux l'ensemble des points (P_i, w_{0i}) . En exprimant le problème sous une forme matricielle, on obtient l'équation VI-3 ci-dessous

$$\begin{bmatrix} w_{0i}^3 & w_{0i} \\ w_{0i+k}^3 & w_{0i+k} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A \\ B \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P_i \\ P_{i+k} \end{bmatrix} \Leftrightarrow \begin{bmatrix} A \\ B \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} w_{0i}^3 & w_{0i} \\ w_{0i+k}^3 & w_{0i+k} \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} P_i \\ P_{i+k} \end{bmatrix} \quad \text{VI-3}$$

A et B sont ainsi calculés en multipliant l'inverse d'une matrice carrée (2x2) de déflexions par un vecteur de pression. Chaque ligne de la matrice carrée contient la déflexion à la puissance 3 et la déflexion de deux points différents. L'algorithme de la Figure 6.1-1 présenté ci-dessous permet de faire ce calcul autant de fois que possible jusqu'à obtention des meilleurs paramètres qui interpolent le mieux l'ensemble des points.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

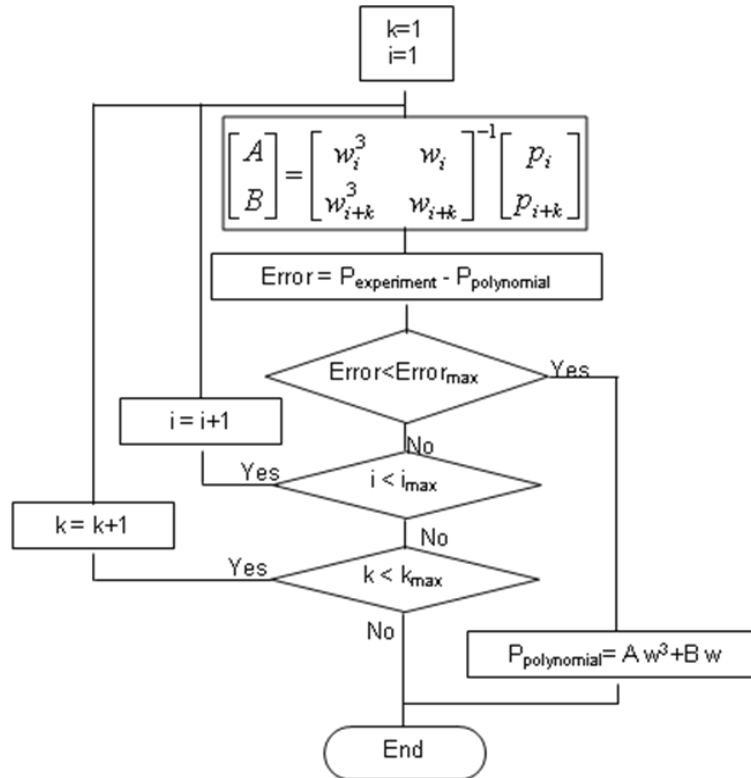


Figure 6.1-1. Procédure itérative pour déterminer les coefficients A et B.

A la première itération, les inconnues A et B sont calculées à partir des deux points initiaux (P_i, w_{0i}) et (P_{i+k}, w_{0i+k}) , ensuite, on calcule l'erreur entre la courbe d'interpolation et la courbe initiale, s'il y a convergence, la recherche des paramètres est arrêtée, sinon, on change la paire de points et on passe à l'itération suivante. Ainsi les coefficients A et B sont calculés autant de fois qu'il y a de combinaisons possibles de 2 équations parmi l'ensemble des équations. L'erreur entre la courbe d'interpolation et la courbe interpolée est calculée pour chaque solution. Les coefficients qui approximent le mieux la pression en fonction de la déflexion sont ceux qui provoquent une erreur minimale. Un exemple d'approximation de courbe expérimentale par cet algorithme est donné dans la Figure 6.1-2. L'erreur relative entre les deux courbes est inférieure à 1E-4%.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

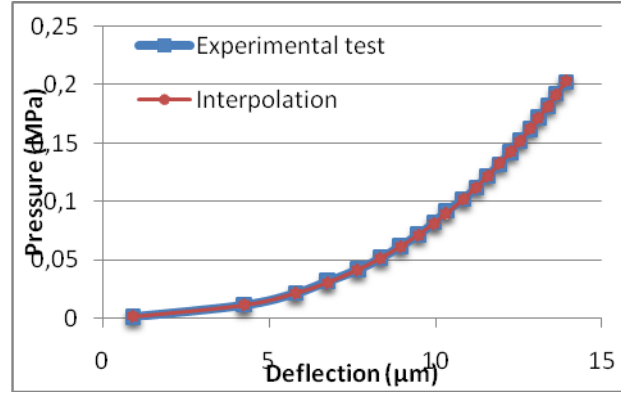


Figure 6.1-2. Interpolation des données expérimentales avec l'algorithme proposé

Les coefficients A et B sont ensuite utilisés pour calculer les propriétés mécaniques du matériau. Dans le cas de cette étude de recalage, cette procédure d'interpolation est appliquée à la fois à la courbe expérimentale et à la courbe de simulation numérique. Ainsi les paramètres de simulation peuvent être corrigés en effectuant une comparaison entre les paramètres d'interpolation des courbes expérimentale et de simulation.

6.1.3. Comparaison entre courbe expérimentale et courbe numérique

Notre problème de recalage consiste à trouver le module d'Young et la contrainte initiale en utilisant Abaqus comme logiciel de calcul. Pour pouvoir faire le recalage, il est donc nécessaire de lancer Abaqus plusieurs fois pour des valeurs du module d'Young et de contrainte initiale qui sont corrigées à chaque itération. Une des possibilités de Matlab est de pouvoir lancer Abaqus à partir d'une commande système. L'idée est donc de développer une procédure qui ne nécessite qu'un minimum d'interventions de la part de l'utilisateur.

En définissant une erreur sous la forme du module d'un vecteur contenant les différences relatives entre la courbe simulée et la courbe expérimentale, on peut formuler un problème d'optimisation dans le but de minimiser l'erreur. Les équations VI-4 et VI-5 décrivent ce problème d'optimisation.

$$\|\mathcal{E}\| = \left[\sum_{i=1}^n \mathcal{E}_i^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{VI-4}$$

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

$$\text{Avec } \varepsilon_i = \frac{P_i^s - P_i^e}{P_i^e} \quad i = 1, \dots, n \quad \text{VI-5}$$

Où P_i est la pression correspondante à la déflexion w_i , les indices « s » et « e » représentent respectivement les résultats de simulation et du test expérimental, n est le nombre total de points de la courbe de la pression en fonction de la déflexion.

Cependant, pour pouvoir appliquer les équations VI-4 et VI-5, il faut que les déflexions des points expérimentaux et simulés soient prises pour les mêmes valeurs de pression. De ce fait, les deux courbes, expérimentale et numérique, sont d'abord approximées, par la méthode décrite par l'algorithme de la Figure 6.1-1. La convergence de la procédure est obtenue lorsque l'erreur calculée avec l'équation VI-4 est minimale. Les propriétés mécaniques utilisées dans la dernière simulation, qui a permis la convergence, correspondent aux propriétés recherchées du matériau.

6.1.4. Convergence de la procédure de recalage

La procédure de recalage est une succession de lignes de commandes écrites avec le langage de Matlab, elle permet, tout d'abord, de comparer la courbe d'essai à la courbe de simulation numérique, ensuite, de déterminer les nouveaux paramètres à essayer et les corriger dans le fichier « .inp », et enfin de relancer itérativement le calcul par éléments finis.

Pour approcher les résultats expérimentaux, une comparaison est effectuée entre les coefficients des polynômes qui approximent deux courbes, une courbe cible (issue du test expérimental) et une courbe étudiée (issue de la simulation). Soient :

- A_e et A_s respectivement les coefficients des termes cubiques du polynôme expérimental et du polynôme de la simulation numérique.
- B_e et B_s coefficients des termes linéaires du polynôme expérimental et respectivement du polynôme de la simulation numérique.

De manière générale, pour approcher les valeurs des coefficients numériques à celles des coefficients expérimentaux, il faut agir sur les paramètres mécaniques recherchés, et ensuite relancer le logiciel de calcul par éléments finis. Par conséquent, il faudra déterminer la façon dont les coefficients du polynôme d'interpolation changent en fonction des paramètres

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

recherchés. Nous avons effectué quelques simulations numériques en ne faisant varier qu'un seul paramètre à la fois, les autres paramètres sont gardés fixes. Le tableau VI-1 résume les paramètres utilisés pour faire les simulations de cette étude.

Tableau VI-1. Paramètres de simulation pour étudier les coefficients A_s et B_s			
	Module d'Young E	Contrainte initiale σ	Coefficient de Poisson ν
Série de simulations 1	Variable 50 à 500 GPa	Constante -10 MPa	Constant 0,062
Série de simulations 2	Constant 169 GPa	Variable -60 à +80 Mpa	Constant 0,062
Série de simulations 3	Constant 169 GPa	Constante -10 Mpa	0,01 à 0,37

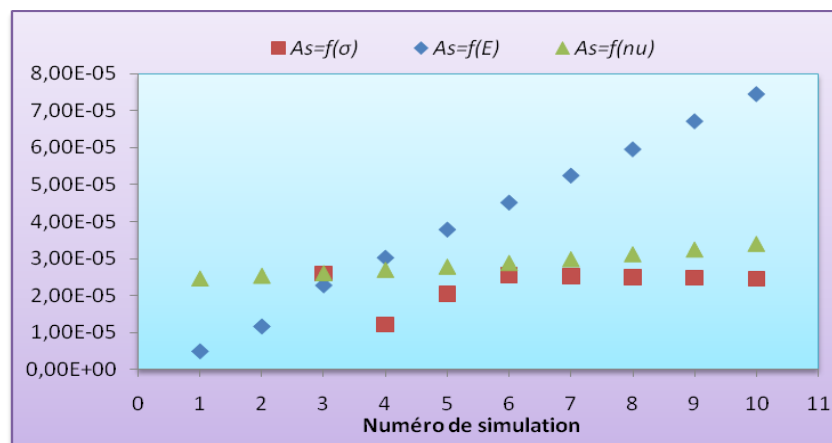


Figure 6.1-3. Variation du coefficient A_s en fonction de la contrainte initiale, module d'Young et du coefficient de Poisson

Les résultats de ces simulations sont donnés dans les graphiques de la Figure 6.1-3 pour le coefficient A_s , et de la Figure 6.1-4 pour le coefficient B_s . Ces deux coefficients sont tracés pour chaque série de simulation en fonction du paramètre variable.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

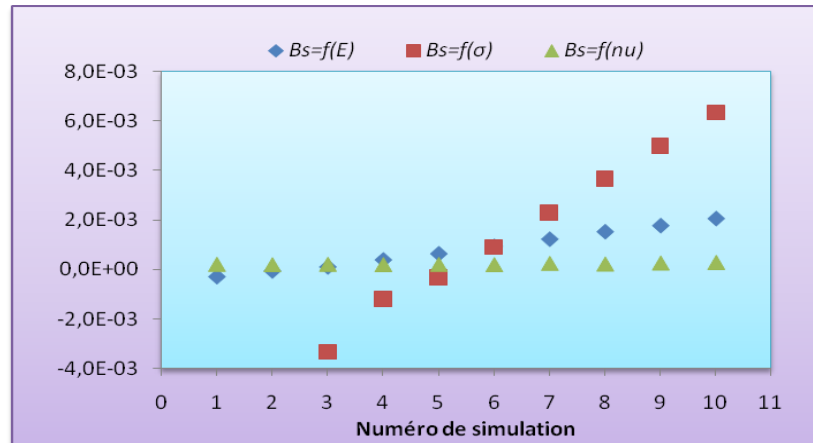


Figure 6.1-4. Variation du coefficient B_s en fonction de la contrainte initiale, module d'Young et du coefficient de Poisson

Le coefficient A_s varie fortement et linéairement en fonction du module d'Young, tandis qu'il reste pratiquement constant quand la contrainte initiale et le coefficient de Poisson varient. Le coefficient B_s , quant à lui, est fortement dépendant de la contrainte initiale et cette variation semble être linéaire. Il est également dépendant du module d'Young, mais cette dépendance est très légère. Par ailleurs, il reste quasiment constant en fonction du coefficient de Poisson. L'influence du coefficient de Poisson est masquée par celle du module d'Young et de la contrainte initiale, c'est la raison pour laquelle ce paramètre ne sera pas recherché par la méthode de recalage. Dans cette étude nous nous limiterons à la recherche du module d'Young et de la contrainte initiale.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

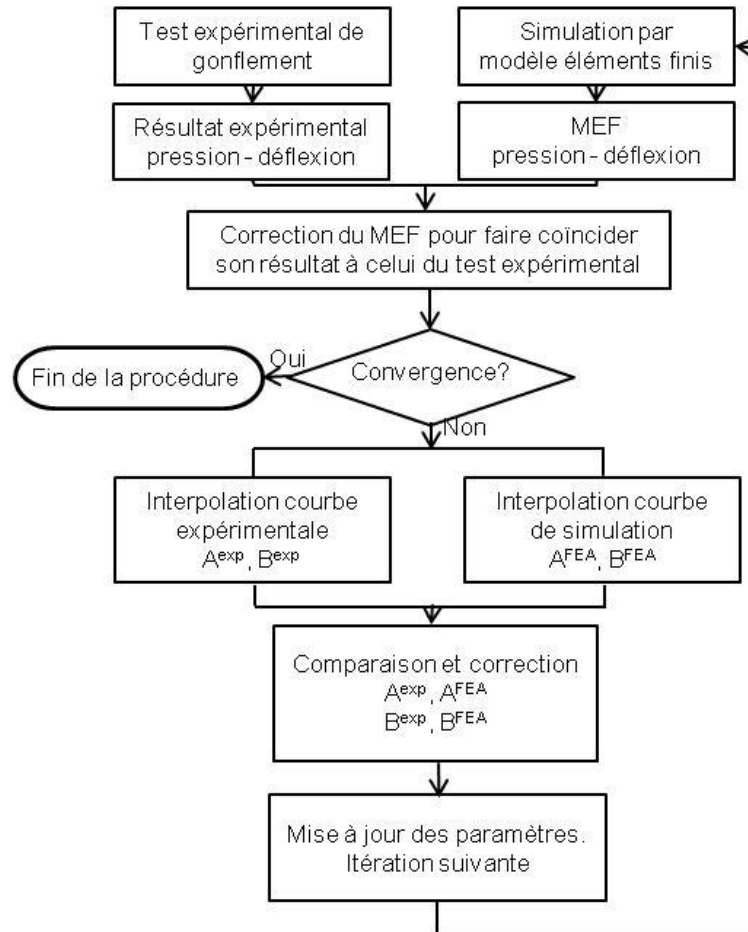


Figure 6.1-5. Organigramme de la procédure de recalage pour la détermination des propriétés mécaniques de films minces

Pour trouver les paramètres optimaux qui font correspondre la courbe de la pression en fonction de la déflexion issue de la simulation numérique à celle obtenue par le test expérimental, on commence par rechercher le polynôme d'interpolation pour chacune de ces courbes, ensuite, les coefficients de chaque polynôme sont comparés un à un et enfin, la variation résultante est corrigée en agissant sur le paramètre approprié. La procédure de recalage est résumée par l'organigramme de la Figure 6.1-5.

Pour accélérer la convergence, nous nous sommes inspirés de la méthode de la dichotomie [56] pour créer un algorithme. Cette technique est un processus itératif ou récursif de recherche, où à chaque étape, on coupe en deux parties un espace de recherche qui devient restreint à l'une de ces deux parties. Concrètement, on choisit un intervalle $[x_g \ x_d]$ où le paramètre recherché X est inclus, on lance une première simulation pour la valeur x_0 qui

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

correspond au milieu de l'intervalle, ensuite on calcule l'erreur entre le résultat de simulation et le résultat expérimental, puis en fonction du signe de l'erreur, l'intervalle de recherche est réduit à sa moitié droite $[x_0 \ x_d]$ ou gauche $[x_g \ x_0]$. Et ainsi de suite, à chaque itération l'intervalle qui contient la valeur optimale recherchée voit sa longueur se diviser par 2.

Quand les résultats numériques sont proches, voire égaux, aux résultats d'essai, les paramètres courants représentent les paramètres caractéristiques du matériau étudié.

6.1.5. Application

6.1.5.1. Caractérisation par interpolation du test expérimental

La procédure de recalage est appliquée à la même membrane de géométrie carrée précédemment testée dans le chapitre II, le côté de cette membrane est égal à $1020\mu\text{m}$ et son épaisseur est égale à $4.58\mu\text{m}$. Tout d'abord, nous avons cherché un polynôme approximant les résultats du test expérimental avec l'algorithme détaillé dans la Figure 6.1-1 au paragraphe précédemment. Le résultat de ce travail est illustré par la courbe de la Figure 6.1-6.

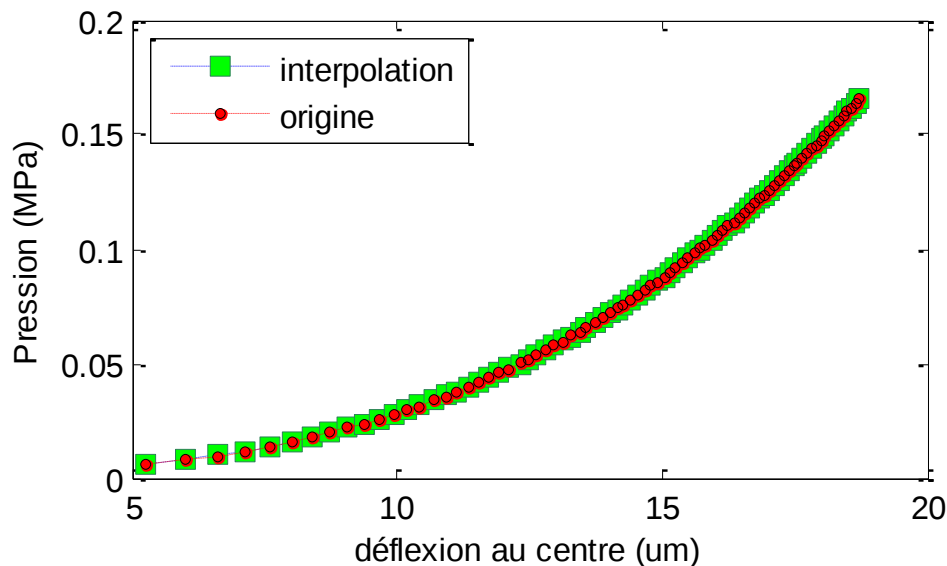


Figure 6.1-6. Résultat d'interpolation des résultats du test de gonflement

Comme nous pouvons le constater, les résultats expérimentaux ont bien été approximés par la procédure d'interpolation précédemment proposée. En effet, l'erreur quadratique entre

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

la courbe de l'interpolation et la courbe originale issue du test expérimental est inférieure à $2E-6$. Les coefficients C1 et C2 utilisés pour calculer les paramètres mécaniques sont ceux proposés par E. Bonnotte [29]. En revanche, le module d'Young et la contrainte initiale de la membrane ont été calculés seulement, le coefficient de Poisson est supposé connu et égal à 0.062. Nous avons obtenu un module d'Young égal à 176.6GPa et une contrainte initiale égale à -10.4MPa. La corrélation avec les résultats théoriques est très bonne si bien que la méthodologie est valide et peut être utilisée dans le but d'étudier les propriétés mécaniques des films minces par le test de gonflement

6.1.5.2. Caractérisation par recalage

La première étape de la procédure de recalage consiste à lire les données de la pression en fonction de la déflexion obtenues à partir du test expérimental. Ensuite, le fichier de données de simulation est construit et lancé dans le processeur de calcul par éléments finis. Les paramètres mécaniques du matériau de la première itération sont choisis arbitrairement. Pour éviter toute divergence de la procédure itérative d'optimisation, nous avons limité le champ de recherche des paramètres optimaux par des valeurs minimales et maximales. Dans notre cas nous avons considéré que le module d'Young recherché est compris entre 1GPa et 1000GPa, et la contrainte initiale comprise entre 0MPa et 500MPa. Le domaine de recherche des paramètres est choisi volontairement large. La procédure a convergé en seulement huit itérations. La courbe de la Figure 6.1-7 montre le résultat de l'ensemble de ces itérations.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

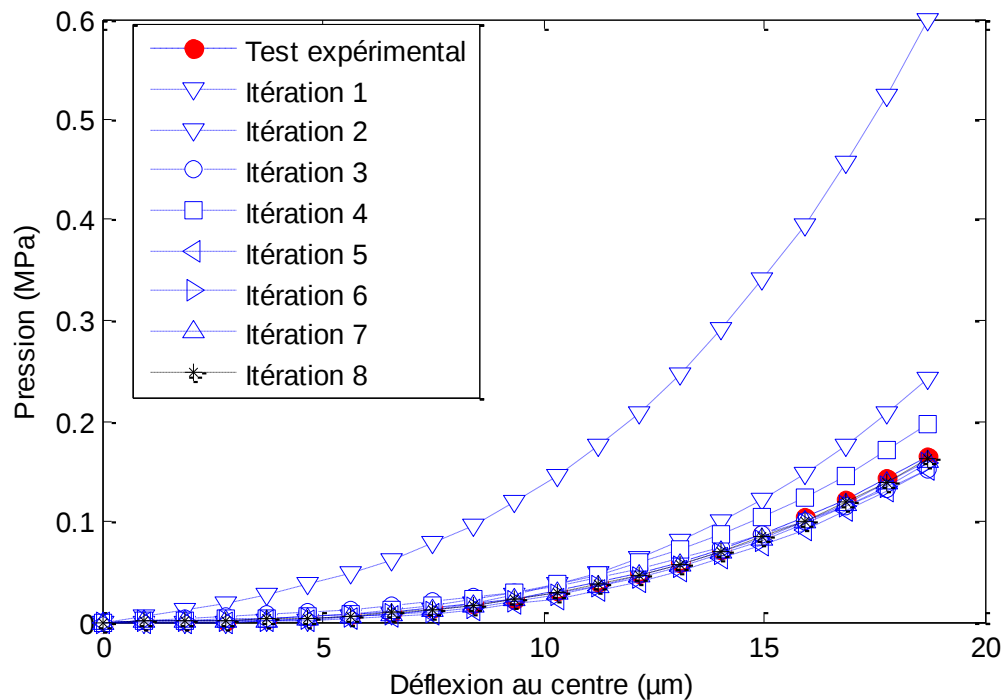


Figure 6.1-7. Résultat des itérations de la procédure de recalage

Comme nous pouvons le constater, le résultat de la première itération est incorrect et très éloigné de la courbe cible. Cependant, au fur et à mesure des itérations et de la correction des paramètres mécaniques, le résultat numérique se rapproche du résultat expérimental jusqu'à la convergence. Le graphique de la Figure 6.1-8 nous informe sur la vitesse de convergence de la procédure, notamment l'erreur relative est tracée pour chaque itération et pour les deux paramètres mécaniques étudiés. Le module d'Young se stabilise plus vite que la contrainte initiale. En effet, le module d'Young converge vers la valeur optimale à la cinquième itération, tandis que la contrainte initiale converge à la huitième itération.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

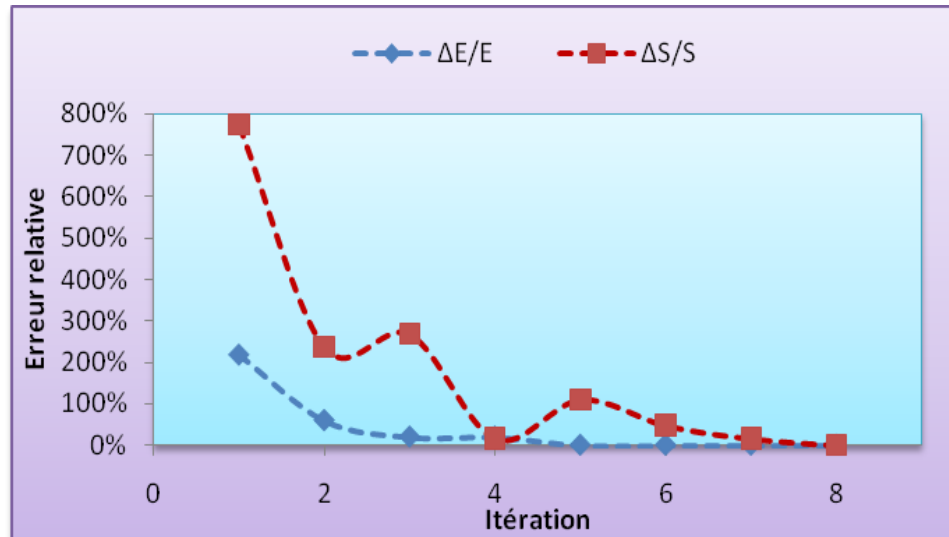


Figure 6.1-8. Vitesse de convergence de la procédure de recherche des paramètres optimaux

La convergence est obtenue après seulement quelques itérations. Le résultat de la dernière itération est présenté en Figure 6.1-9 ci-dessous.

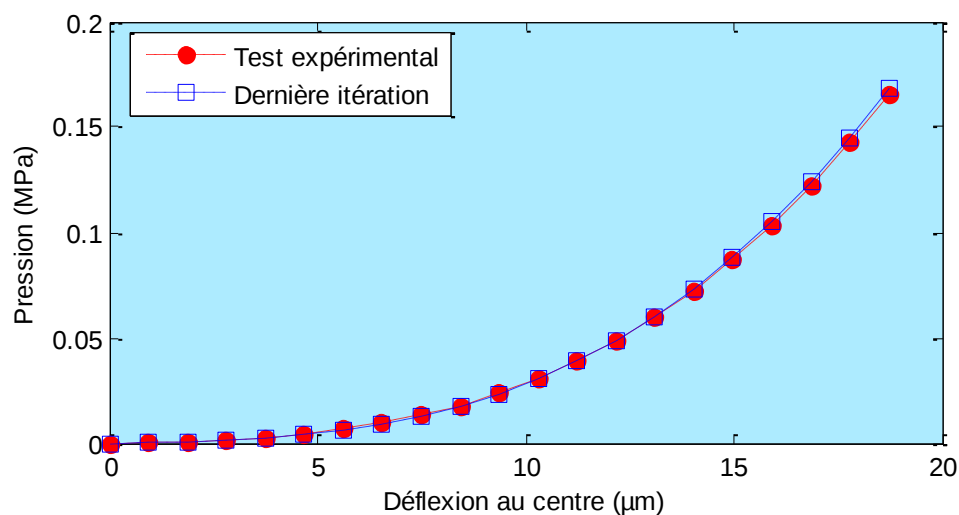


Figure 6.1-9. Résultat de la dernière itération

Tableau VI-2 : Comparaison des résultats des différents modèles				
	Méthode I	Interpolation	Recalage	Théorie [7]
Module d'Young (GPa)	176.3	176.6	162.5	169
Contrainte initiale (MPa)	-10	-10.4	-7,5	

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

La courbe de la dernière itération est quasiment superposée avec la courbe expérimentale, ceci témoigne de la validité de la méthode. A cette dernière itération, le module d'Young est égal à 162.5 GPa et la contrainte initiale égale à -7.5 MPa. La corrélation avec les résultats précédents est très bonne si bien que la méthodologie est valide et peut être utilisée afin d'étudier les propriétés mécaniques des films minces. Le tableau VI-2 résume les résultats de caractérisation de la membrane de silicium avec trois méthodes différentes comparées au résultat théorique.

La méthode I consiste à écrire l'équation $P/w = f(w^2)$ qui est une droite dont la pente est fonction du module d'Young et l'ordonnée à l'origine est fonction de la contrainte initiale. Nous pouvons constater que les résultats de cette méthode sont quasiment similaires avec les résultats obtenus par interpolation. En revanche, en utilisant la procédure de recalage nous obtenons un résultat inférieur. Toutefois les trois méthodes donnent des résultats cohérents et proches de nos attentes. On peut tout de même souligner l'avantage d'utiliser la procédure de recalage qui réside non seulement dans le fait de n'utiliser aucun calcul théorique pour trouver les paramètres mécaniques recherchés, mais encore qu'il est même possible de calculer les coefficients C1 et C2 par identification avec l'équation de gonflement. La Figure 6.1-10 montre une comparaison entre les coefficients C1 et C2 utilisés dans la littérature et ceux calculés dans cette étude.

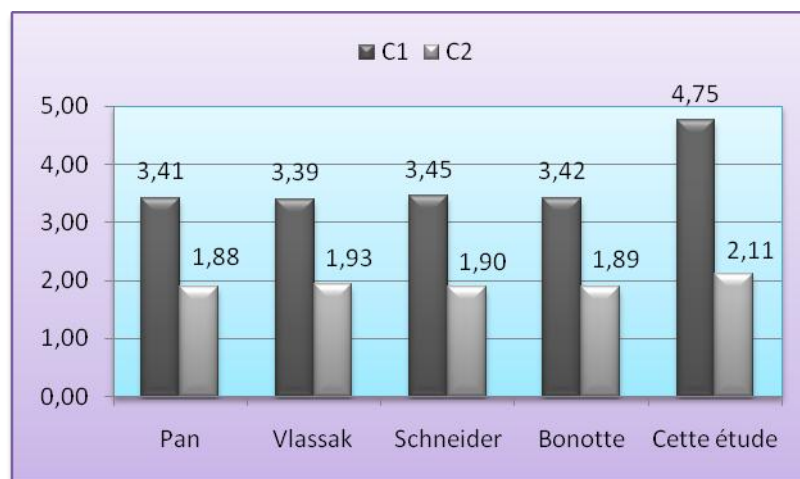


Figure 6.1-10. Comparaison entre coefficients C1 et C2 issus de la littérature et calculés numériquement

Comme nous pouvons le constater, les coefficients C1 et C2 jouent un rôle primordial lors de la détermination des propriétés mécaniques de film minces en utilisant la technique de

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

gonflement de membrane. En effet, nous avons vu, dans le chapitre II, qu'une petite erreur commise sur ces coefficients peut avoir un impact important sur la détermination des paramètres mécaniques recherchés. D'autre part, quelques mesures géométrique de membranes carrées ont révélé qu'il existe toujours une différence entre les deux côtés de membrane, cette différence est plus ou moins importante selon la position de la membrane sur la plaque (wafer) ; à partir de laquelle les échantillons sont fabriqués. Le fait d'utiliser les coefficients C_1 et C_2 de géométrie carrée pour une membrane, dont le rapport géométrique entre la longueur et la largeur est légèrement différent de 1, pourrait être une erreur commise spontanément par tous les utilisateurs du test de gonflement car il n'existe pas d'étude fiable donnant ces coefficients dans le cas de membranes dont le rapport géométrique est compris entre 1 et 2. De ce fait, nous proposons une technique qui permet de déterminer les coefficients C_1 et C_2 pour ce genre de géométrie.

6.2. Détermination de l'équation de gonflement pour des membranes dont le rapport géométrique est compris entre 1 et 2

Rappelons que pour une membrane de géométrie quelconque, l'équation de gonflement s'écrit sous la forme de l'équation VI-6 ci-dessous :

$$P = C_1 \cdot \frac{t \cdot \sigma_0}{a^2} \cdot w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right) \cdot \frac{t \cdot E}{a^4 \cdot (1 - \nu)} \cdot w_0^3 + \frac{t^3 \cdot E}{12 \alpha a^4 \cdot (1 - \nu^2)} \cdot w_0 \quad \text{VI-6}$$

Où t , a et b représentent respectivement l'épaisseur, la demi-largeur et la demi-longueur de la membrane. Nous avons déjà vu que dans cette équation, le premier terme caractérise l'effet linéaire des contraintes résiduelles σ_0 dans le film. Le deuxième terme est lié à l'étirement de la membrane sous l'effet de la pression et fait intervenir le module d'Young E du matériau. Enfin le dernier terme correspond à la flexion libre de la membrane. Dans le cas de petites flèches ($w/t \ll 1$) le coefficient α déterminé par Timoshenko [24] est uniquement fonction de la géométrie de la membrane (rectangulaire ou carrée) et ne dépend pas de ses propriétés physiques. Le coefficient α est donné en fonction du rapport géométrique de la membrane dans le tableau VI-3

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-3. Coefficient α	
α	$n = b/a$
$16*1.26 \times 10^{-3}$	1
$16*2.20 \times 10^{-3}$	1.5
$16*2.54 \times 10^{-3}$	2
$16*2.6 \times 10^{-3}$	∞

Le troisième terme de l'équation VI-6, qui correspond à la flexion libre de la membrane, est négligeable dans le cas de grandes flèches lorsque $(t/w)^2 \ll 1$. Dans ce cas là, l'équation du gonflement de membranes s'écrit sous la forme de l'équation VI-7 suivante :

$$P = C_1 \cdot \frac{t \cdot \sigma_0}{a^2} \cdot w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right) \cdot \frac{t \cdot E}{a^4 \cdot (1 - \nu)} \cdot w_0^3 \quad \text{VI-7}$$

Nous rappelons que les coefficients C_1 et C_2 ne sont connus que pour un certain type de géométrie de membrane (carrée, circulaire et rectangulaire dont le rapport géométrique est très grand ($b/a > 4$)). Pour des membranes rectangulaires avec un rapport géométrique quelconque il n'existe pas d'étude fiable donnant ces deux coefficients. De même pour le coefficient α , il n'est connu que pour les rapports présentés dans le tableau VI-3. De ce fait, pour améliorer la fiabilité de mesure des paramètres mécaniques, il est donc indispensable de connaître ces coefficients pour des membranes dont le rapport longueur sur largeur est quelconque. Dans la section précédente, nous avons vu qu'il est possible de déterminer les coefficients C_1 et C_2 à partir des résultats d'une simulation et en utilisant la méthodologie de recalage précédemment décrite. En effet, à partir d'un résultat de simulation numérique, les coefficients C_1 et C_2 peuvent être calculés en utilisant les propriétés du matériau utilisées dans la simulation et par identification avec l'équation VI-7. Mais avant de chercher ces coefficients pour des membranes de rapport géométrique quelconque, nous allons d'abord valider la méthode pour des membranes carrées, circulaires et infiniment longues.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

6.2.1. Validation de la méthode

Pour valider cette méthode, Nous allons la comparer à la littérature dans le cas de géométries circulaire rectangulaire infiniment longue et carrée, et ensuite nous allons étendre l'étude au cas de membranes rectangulaires de rapport géométrique compris entre 1 et 2.

Les simulations sont effectuées grâce à des éléments shell, le module d'Young est pris égal à 169GPa, la contrainte initiale égale à 50MPa. Pour obtenir les coefficients C2 en fonction du coefficient de Poisson, nous avons fait varier ce dernier entre 0.01 et 0.4. En ce qui concerne les paramètres géométriques, nous considérons des membranes de 5 μ m d'épaisseur et la dimension latérale caractéristique de 1000 μ m (diamètre, côté ou largeur). Ces données sont bien sûr arbitraires et sont utilisées seulement pour valider la méthodologie. Pour les membranes de rapport géométrique quelconque, nous ferons une étude plus rigoureuse basée sur la technique des plans d'expériences.

6.2.1.1. Membrane circulaire

Le tableau VI-4 ci-dessous montre les coefficients C1 et C2 trouvés dans la littérature et comparés à ceux calculés dans cette étude.

Tableau VI-4. Coefficients C1 et C2(v) pour une membrane circulaire de rayon a		
C1	C2(v)	Référence
4	$8/3(0,85-0,125\nu)$	LIN et al [36]
4	$8/3$	Beams. [23]
*	$8/3(1-0,241\nu)$	Small et al [36].
4	$8/3(0,974-0,233\nu)$	Pan et al [27]
4	$8/3(1,015-0,247\nu)$	Hohlfelder [35] [22]
4	$8/3(1-0,227\nu)$	Cette étude

La Figure 6.2-1 suivante montre un graphique du coefficient C2 calculé par l'ensemble des études résumées dans le tableau VI-4

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

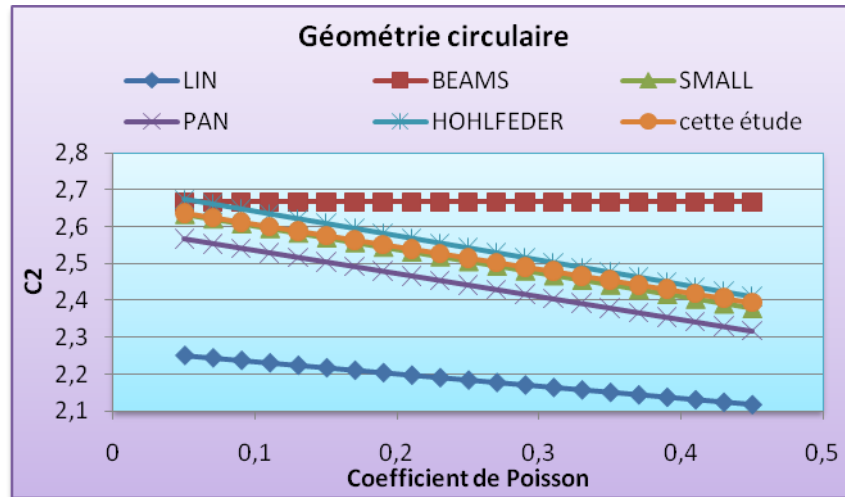


Figure 6.2-1. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes circulaires

Le résultat obtenu est cohérent avec ce que l'on peut trouver en littérature

6.2.1.2. Membrane carrée

Le tableau VI-5 ci-dessous résume quelques coefficients recueillis dans la littérature comparés à ceux calculés dans cette étude

Tableau VI-5. Coefficients C1 et C2(v) pour une membrane carrée de côté 2a		
C1	C2(v)	Référence
3,044	$\frac{\pi^6}{32(1+\nu)} \left[\frac{5}{64} + \frac{(5-3\nu)^2}{9\pi^2(\nu-9)-64(1+\nu)} \right]$	Tabata [16]
3,41	$1,981 - 0,585\nu$	Pan et al. [27]
3,393	$\frac{1}{(0,8 + 0,062\nu)^3}$	Vlassak et al. [7]
3,45	$1,994 - 0,54\nu$	Schneider et al. [28]
3,42	$1,91(1 - 0,207\nu)$	E. Benotte et al. [29]
3,56	$2,03 - 0,568\nu$	Cette étude

La Figure 6.2-2 suivante montre un graphique du coefficient C2 calculé par l'ensemble des études résumées dans le tableau VI-5

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

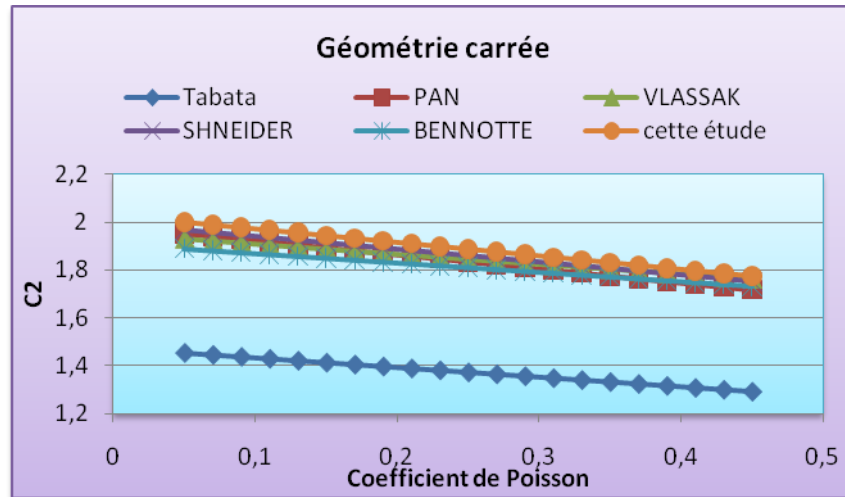


Figure 6.2-2. Coefficient C_2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes carrées

L'expression de C_2 en fonction de ν obtenue avec notre méthode est en bon accord avec les expressions trouvées dans la littérature.

6.2.1.3. Membranes infiniment longues

Les membranes infiniment longues sont caractérisées par le rapport b/a , avec a et b respectivement demi-largeur et demi-longueur de la membrane. Quand b/a est très grand (supérieur à 4) la membrane est considérée comme infiniment longue. Pour effectuer les simulations la longueur est prise égale à quatre fois la largeur. Le tableau VI-6 montre quelques coefficients de la littérature comparés à ceux calculés lors de cette étude.

Tableau VI-6. Coefficients C_1 et $C_2(\nu)$ pour une membrane rectangulaire infiniment longue		
C_1	$C_2(\nu)$	Référence
1,61	$0,75-0,442\nu$	Tabata [16]
2	$\frac{4}{3(1+\nu)}$	Vlassak et al. [7]
2,1	$1,994 - 0,54\nu$	Cette étude

La Figure 6.2-3 suivante montre un graphique du coefficient C_2 calculé par l'ensemble des études résumées dans le tableau VI-6

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

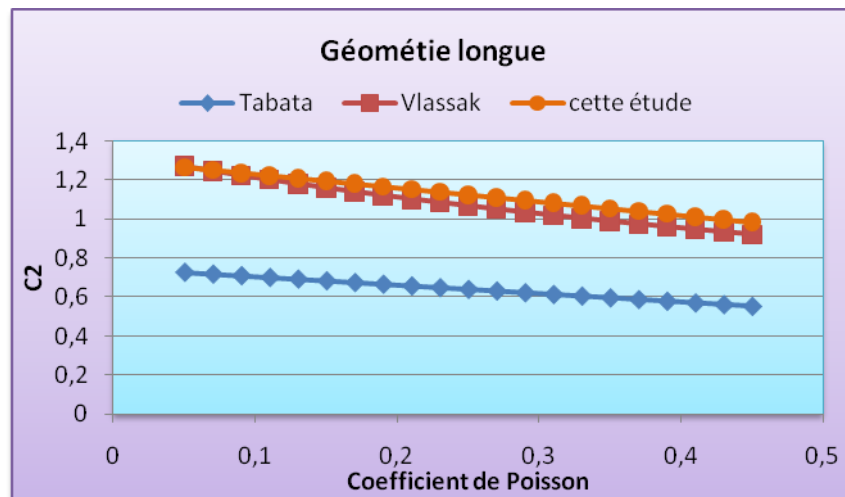


Figure 6.2-3. Coefficient C2 en fonction du coefficient de Poisson pour les membranes infiniment longues

Pour l'ensemble des cas étudiés, nous trouvons des résultats cohérents, bien que l'étude soit effectuée avec des paramètres géométriques et matériaux que nous avons fixés nous-mêmes. Néanmoins nous rappelons que cette démarche est effectuée seulement dans un but de valider la méthodologie proposée. Pour avoir des résultats plus pertinents, il faudrait généraliser la démarche en prenant en compte l'effet de l'ensemble des paramètres.

6.2.2. Membrane rectangulaire de rapport géométrique " $n=b/a$ " compris entre 1 et 2

L'ensemble des chercheurs qui ont étudié la théorie du test de gonflement de membrane sont d'accord sur le fait que le coefficient C1 dépend seulement du rapport géométrique " n ", longueur sur largeur, et le coefficient C2 dépend à la fois du rapport n et du coefficient de Poisson du matériau. Dans cette étude, nous avons considéré que cette hypothèse était valable, et par conséquent, nous avons admis que les trois facteurs " a , b et v " sont suffisants pour étudier les variations des coefficients C1 et C2. Lorsque que nous aurons trouvé une loi, nous la vérifierons pour d'autres paramètres comme le module d'Young, la contrainte initiale et l'épaisseur de la membrane. La méthode des plans d'expériences est utilisée pour réaliser cette étude.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

6.2.2.1. Préambule sur les plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences est un outil performant basé sur les lois de la statistique, elle permet d'obtenir des renseignements sur les relations de cause à effet qui existent entre une grandeur d'intérêt (réponse) et des variables qui peuvent modifier sa valeur (facteurs). En choisissant au mieux les expériences à réaliser, ces relations se traduisent le plus souvent par une formule mathématique ou par des consignes d'utilisation. Dans la littérature, il existe une grande variété d'études traitant des plans d'expériences, on peut citer à titre d'exemple [57] [58] [59]. Par ailleurs, pour réussir un plan d'expérience, il faut prendre le temps de bien déterminer les objectifs de l'étude, la réponse à mesurer au terme de chaque expérience, les facteurs dont la variation est susceptible de modifier la réponse et enfin un type de plan d'expérience adéquat.

Les facteurs sont des variables de prédiction que l'on fait varier en vue d'évaluer leurs effets sur la réponse. Ils peuvent être soit quantitatifs, sous forme de paramètres continus s'exprimant par un nombre, soit qualitatifs caractérisés par un ensemble discontinu d'états.

On distingue deux catégories de facteurs

- Les facteurs qui sont effectivement étudiés au cours d'un plan d'expérience sont également appelés facteurs contrôlés ou maîtrisés.
- Les facteurs bruits non contrôlés, ce sont des variables perturbatrices difficilement maîtrisables et qui sont la source de variations résiduelles. Généralement ces facteurs sont méconnus par l'expérimentateur. Pour être rigoureux, il est préférable d'effectuer les expérimentations dans les mêmes conditions de manière à limiter leur nombre ainsi que les sources de variations résiduelles. Les plans d'expériences permettent généralement de s'en affranchir en diminuant ou en supprimant leurs effets.

Les états ou valeurs donnés à un facteur contrôlé au cours des différents essais sont appelés, soit modalités si les facteurs sont qualitatifs, ou niveaux si les facteurs sont quantitatifs.

D'une façon générale, les plans d'expériences ont pour but de trouver les effets des facteurs influençant la réponse d'un processus dans le but de l'optimiser. Il s'agit donc de trouver les valeurs à donner aux facteurs pour que la réponse satisfasse à des conditions prédéfinies. Dans certains cas, l'expérimentateur a besoin d'établir un modèle mathématique

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

liant la réponse aux facteurs étudiés. Dans ce cas là, on utilise la méthodologie des surfaces de réponse, celle-ci permet d'atteindre les objectifs suivant :

- Prévoir les réponses de manière satisfaisante sur l'ensemble du domaine expérimental, ce dernier est produit des domaines de variation des facteurs.
- Obtenir la même information que si l'on faisait l'ensemble des expériences possibles sur le domaine expérimental.
- Pouvoir comparer les prévisions de manière équitable.

6.2.2.2. Description de la méthode

Dans le cas de notre étude, nous effectuerons des simulations numériques et calculerons une réponse issue de cette simulation. Nous continuerons à utiliser l'appellation plan d'expériences tout au long de ce chapitre même si l'appellation la plus convenable dans notre cas est "plan de simulations". La méthode consiste donc à organiser plusieurs simulations dont chacune est une combinaison de facteurs étudiés. À la fin de chaque simulation, une réponse sera identifiée, cette dernière servira comme critère de comparaison.

Une fois que les plans d'expérimentations sont définis, les fichiers de simulation « input files » sont préparés et ensuite lancés dans le processeur de calculs d'Abaqus®. Une procédure Matlab est nécessaire pour changer les facteurs et lancer les simulations automatiquement. Les paramètres considérés fixes pour toutes les simulations sont : $E=169\text{GPa}$, $\sigma_0=50\text{MPa}$, $t=5\mu\text{m}$. Ces paramètres sont choisis arbitrairement, ils sont fixes car à priori les coefficients $C1$ et $C2$ n'en dépendent pas, leur influence sera étudiée séparément.

6.2.2.2.1. Définition des objectifs

Nous souhaitons déterminer une loi capable de donner avec une bonne précision les coefficients $C1$ et $C2$ de l'équation de gonflement. Ces coefficients jouent un rôle important lors de la détermination des paramètres mécaniques d'un matériau en utilisant le test de gonflement. Comme nous l'avons déjà vu, plusieurs études ont montré que $C1$ dépend seulement de la géométrie de la membrane et $C2$ dépend de la géométrie de la membrane ainsi que le coefficient de Poisson du matériau. Nous souhaitons donc utiliser une stratégie organisée afin de déterminer une relation liant chacun de ces coefficients aux paramètres auxquels ils sont dépendants.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

6.2.2.2. Définition de la réponse

Connaissant les paramètres matériau qui ont servi pour faire une simulation numérique, il est possible de déterminer les coefficients $C1$ et $C2$ en utilisant le résultat de simulation combiné à l'équation de gonflement. La réponse qui sera comparée au terme de chaque simulation et pour chaque combinaison des facteurs étudiés est constituée des coefficients $C1$ et $C2$.

6.2.2.3. Définition des facteurs et de leurs niveaux

Nous admettons que le coefficient $C1$ change seulement en fonction de la largeur et de la longueur de la membrane. Le coefficient $C2$, quant à lui, change en fonction de la largeur, de la longueur et du coefficient de Poisson. Les effets des autres facteurs non contrôlés sont considérés négligeables et constants. Les simulations sont effectuées avec le même modèle éléments finis, même densité de maillage, même module d'Young, même contrainte initiale et même épaisseur.... Nous considérons que la plus grande dimension ne dépasse pas $4000\mu\text{m}$ et la plus petite est supérieure à $500\mu\text{m}$.

6.2.2.3. Plan factoriel

Les plans factoriels sont les plans d'expériences les plus simples à construire et à interpréter, ils sont utilisés lorsqu'on est sûr de connaître préalablement les facteurs influents sur le phénomène étudié ainsi que leurs limites de variation. Ces limites constituent respectivement le niveau bas et le niveau haut des facteurs. Nous affectons la notation «-1» au niveau bas et «+1» au niveau haut de chaque facteur, ces notations sont également appelées variables réduites ou codées, elles permettent de travailler avec des variables sans dimensions. Les conditions opératoires de chaque essai sont décrites dans un tableau appelé plan d'expérimentations. Le nombre d'essais est déterminé par le nombre de paires formées à partir des niveaux des facteurs. D'ailleurs, dans la littérature, on note le plan factoriel de k facteurs à deux niveaux par 2^k en référence au nombre d'essais réalisés dans ce plan. Dans le cas d'un plan à deux facteurs, les expérimentations correspondantes sont présentées au tableau VI-7.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-7 - Plan d'expérimentations (2 ²)			
N° essai	Facteur F1	Facteur F2	Réponse
1	-1	-1	R1
2	+1	-1	R2
3	-1	+1	R3
4	+1	+1	R4

6.2.2.3.1. Effets des facteurs et des interactions

Après avoir réalisé les essais et mesuré les réponses, les effets moyens des facteurs peuvent être calculés. L'effet moyen du facteur F_i noté E_i est obtenu en multipliant, terme à terme, les valeurs de la colonne du facteur F_i et les valeurs de réponse puis en faisant la moyenne de ces produits. Dans le cas d'un plan 2², on obtient les effets de facteurs suivants :

- L'effet du facteur F1 (noté E1): $E1 = \frac{1}{4}(-R1 + R2 - R3 + R4)$
- L'effet du facteur F2 (noté E2): $E2 = \frac{1}{4}(-R1 - R2 + R3 + R4)$
- La moyenne de toutes les réponses est donnée par $R_m = \frac{1}{4}(R1 + R2 + R3 + R4)$

Si l'effet du facteur est inférieur à zéro, la réponse baisse lorsque le facteur passe du niveau bas au niveau haut. Et augmente lorsque l'effet du facteur est supérieur à zéro.

S'il y a interaction entre les facteurs F1 et F2, on rajoute une troisième colonne "F1F2" formée de la multiplication terme à terme des colonnes F1 et F2. Le calcul de l'effet de cette interaction est semblable au calcul des effets des facteurs. Si les facteurs ne s'influencent pas entre eux, l'effet de l'interaction est faible.

- L'effet de l'interaction F1F2 (noté E12): $E12 = \frac{1}{4}(R1 - R2 - R3 + R4)$

Il n'y a pas interaction entre F1 et F2 lorsque l'effet moyen de F1 quand F2 est au niveau bas n'est pas très différent de l'effet moyen de F1 quand F2 est au niveau haut (ceci est aussi vrai pour F2). Soient :

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

$$\frac{1}{2}(-R1 + R2) \approx \frac{1}{2}(-R3 + R4)$$
$$\frac{1}{2}(-R1 + 32) \approx \frac{1}{2}(-R2 + R4)$$

6.2.2.3.2. Codage du plan d'expérimentations

L'attribution de la valeur "-1" au niveau bas et "+1" au niveau haut revient à faire un changement d'unité et d'origine. Si un facteur F varie entre les valeurs V1 et V2, l'origine est égal à $V0 = \frac{1}{2}(V1 + V2)$.

La variable réduite "X" varie de -1 à +1 et est obtenue par la formule de l'équation VI-8

$$X = \frac{(V - V0)}{P} \quad \text{VI-8}$$

Où P est le pas $P = V2 - V0$.

6.2.2.3.3. Modélisation

La modélisation consiste à chercher une représentation mathématique du phénomène étudié, concrètement, on cherche une équation mathématique donnant la réponse en fonction des quantités "X" des variables centrées réduites des facteurs étudiés. Les modèles polynomiaux ont une place privilégiée car ils peuvent être considérés comme des approximations, par développement limités de Taylor. Le choix de la forme et du degré du polynôme nécessite une bonne connaissance du phénomène étudié. Prenons l'exemple du plan 2². Le domaine d'étude est un carré, voir la Figure 6.2-4. Le modèle mathématique postulé est un modèle du premier degré, chaque facteur agit linéairement sur la réponse et il existe une interaction entre les deux facteurs. Le modèle mathématique dans ce cas est :

$$R = \alpha_0 + \alpha_1 X_1 + \alpha_2 X_2 + \alpha_{12} X_1 X_2, \quad \text{VI-9}$$

Qui devient en utilisant la notation matricielle : $R = XA$ VI-9bis

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Avec:

- R : vecteurs des réponses
- X : matrice d'expérience qui décrit la succession des expériences réalisées
- A : vecteur des coefficients du modèle
- α_0 : valeur de la réponse au centre du domaine d'étude
- α_1 : effet principal du facteur 1
- α_2 : effet principal du facteur 2
- α_{12} : interaction entre les facteurs 1 et 2

Dans cette représentation, R et X sont connus et nous cherchons à identifier les coefficients de la matrice A . Et pour les obtenir, il suffit d'appliquer la relation inverse, soit :

$$A = X^{-1}R \quad \text{VI-10}$$

Dans cette représentation nous avons considéré une relation parfaite entre les facteurs et la réponse. Mais en réalité nous sommes confrontés à deux types d'erreurs :

- Erreur expérimentale liée à la répétabilité de la réponse et à l'incertitude de positionnement des niveaux des facteurs
- Erreur d'ajustement liée à la qualité d'approximation de la réalité

La différence entre la réponse réelle et la réponse calculée par le modèle est appelée résidu. Pour prendre en compte ces sources de variabilité, on ajoute au modèle un terme qui représente les résidus. Le modèle présenté en équation VI-9bis devient sous la forme de l'équation VI-11 ci-dessous :

$$R = XA + e \quad \text{VI-11}$$

La résolution de ce système est basée sur la technique d'optimisation des moindres carrés. Cette dernière permet de chercher une solution qui minimise la somme des carrés des écarts entre le modèle et les résultats réels. On obtient ainsi les estimations les plus probables des coefficients. Soit l'équation VI-12 suivante :

$$A = ({}^tXX)^{-1}{}^tXR \quad \text{VI-12}$$

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

- tX est la matrice transposée de la matrice d'expérience
- tXX est appelée la matrice d'information
- $({}^tXX)^{-1}$ est appelée la matrice de dispersion

6.2.2.4. Modèle mathématique du coefficient C1

Nous supposons que le coefficient C1 est linéairement dépendant de la largeur et de la longueur de la membrane, et qu'il existe une interaction entre ces deux facteurs. Le modèle mathématique recherché a la forme de l'équation VI-9. Nous étudierons des membranes dont les dimensions varieront entre 500 μm et 4000 μm , ces limites constituent respectivement le niveau bas et niveau haut des deux facteurs étudiés. La Figure 6.2-4 représente le domaine d'étude de ce plan d'expérience

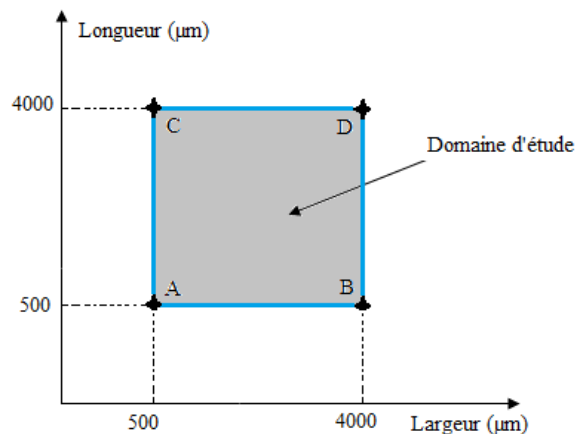


Figure 6.2-4. Représentation graphique du domaine d'étude

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. L'ensemble des réponses se localise sur une surface appelée surface de réponse. Le tableau VI-8 représente le plan des expérimentations effectuées ainsi que les réponses correspondantes.

Tableau VI-8. Plan d'expérimentation			
N° essai	Largeur (μm)	Longueur (μm)	Réponse (C1)
1 (A)	500	500	3,82
2 (B)	4000	500	2,39
3 (C)	500	4000	2,39
4 (D)	4000	4000	3,64

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

A partir du plan d'expérimentation, nous déterminons le système d'équations suivant, la résolution de ce système permet de déterminer les coefficients du modèle mathématique :

$$\begin{cases} 3.82 = \alpha_0 - \alpha_1 - \alpha_2 + \alpha_{12} \\ 2.39 = \alpha_0 + \alpha_1 - \alpha_2 - \alpha_{12} \\ 2.39 = \alpha_0 - \alpha_1 + \alpha_2 - \alpha_{12} \\ 3.64 = \alpha_0 + \alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_{12} \end{cases} \quad d'où \quad X = \begin{pmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \quad et \quad \begin{cases} \alpha_0 = 3.06 \\ \alpha_1 = -0.04 \\ \alpha_2 = -0.04 \\ \alpha_{12} = 0.67 \end{cases}$$

Pour vérifier la validité du modèle mathématique, nous avons effectué des simulations supplémentaires en certains points choisis arbitrairement à l'intérieur du domaine d'étude. Les valeurs des réponses ainsi obtenues sont comparées aux valeurs prédites par le modèle mathématique. Et pour faire cette comparaison, nous avons représenté sur un graphique la réponse simulée en fonction de la prédiction du modèle. Si l'approximation des réponses donnée par le modèle est bonne, il devrait y avoir une correspondance totale entre la simulation et la prédiction. Le graphique de la Figure 6.2-5 montre cette comparaison.

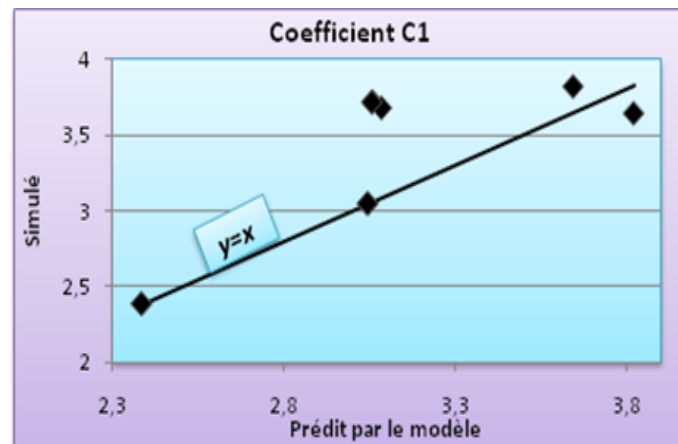


Figure 6.2-5. Comparaison graphique entre les coefficients C1 obtenus par simulation et par le modèle mathématique

Pour effectuer ce graphique, nous avons choisi le point central du domaine expérimental, et quatre autres points relevés arbitrairement à l'intérieur du domaine expérimental. Pour que le modèle reflète le mieux la simulation, il faut que la droite de régression soit très proche de la droite $y=x$. Pour mieux visualiser la différence entre les résultats obtenus par simulation et ceux calculés par le modèle mathématique, nous les avons présentés sous forme de surface de réponse. Voir la Figure 6.2-6.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

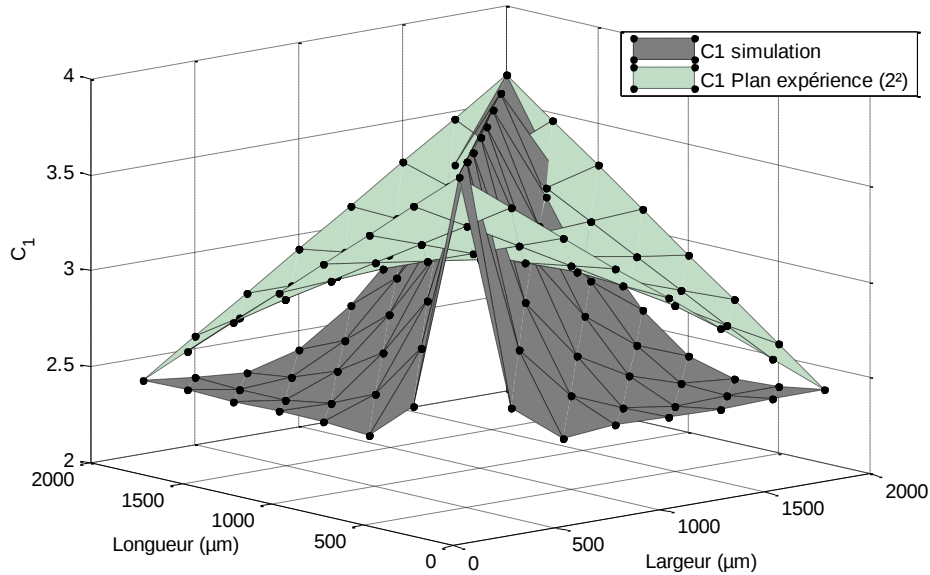


Figure 6.2-6. Comparaison entre les résultats obtenus par simulation et par le modèle mathématique du plan 2².

Comme nous pouvons le constater, il y a une différence significative entre les deux surfaces de réponses, cela signifie que le modèle choisi n'est pas adapté. Il faut donc chercher un autre modèle de degré plus élevé. Mais en augmentant le degré du modèle, nous augmentons automatiquement le nombre des coefficients du modèle, il faut donc augmenter le nombre des niveaux des facteurs et ainsi que le nombre des simulations. Le choix du nombre et de l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche le minimum d'expériences tout en conservant la meilleure précision possible sur la surface de réponse [58]. La disposition optimale des points expérimentaux dans le domaine d'étude dépend de plusieurs paramètres, ces paramètres sont principalement liés aux objectifs à atteindre et au modèle mathématique retenu. Le choix de la matrice d'expérience détermine en partie la précision des prédictions réalisées par le modèle. En effet, les variances des coefficients du modèle sont exprimées en fonction de la matrice d'information et de la variance des résidus. Ces variances sont données par la formule de l'équation VI-13 suivante :

$$Diag(V(A)) = \sigma_r^2 Diag({}^tXX)^{-1} \quad \text{VI-13}$$

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Dans cette formule, σ^2_r représente la variance des résidus. La matrice d'information est directement liée à la précision du modèle dans le domaine d'expérimentation. Il existe des critères d'optimalité dont le but est de minimiser l'erreur sur les coefficients du modèle. Si l'on veut la plus petite variance possible sur l'ensemble des coefficients, on cherche à maximiser le déterminant de la matrice tXX , le critère correspondant s'appelle le critère de D-optimalité. Concrètement, il faut chercher dans le domaine d'étude, et en prenant en compte tous les niveaux possibles des facteurs étudiés, une matrice d'expérience X qui permet de donner un déterminant maximal de la matrice tXX . Ce travail n'est pas facile à faire sans avoir recours à un logiciel dédié aux calculs statistiques. Nous avons donc utilisé le logiciel Design-Expert® [60] pour effectuer ce travail. Ce logiciel d'étudier directement les facteurs avec leurs unités respectives, il se charge de faire leur codage. Le modèle postulé est de troisième degré et a la forme de l'équation VI-14 ci-dessous.

$$C_1 = \alpha_0 + \alpha_1 a + \alpha_2 b + \alpha_3 ab + \alpha_4 a^2 + \alpha_5 b^2 + \alpha_6 a^2 b + \alpha_7 ab^2 + \alpha_8 a^3 + \alpha_9 b^3 \quad \text{VI-14.}$$

Avec a et b respectivement demi-largeur et demi-longueur de la membrane en μm . Nous avons ajouté une contrainte au modèle schématisé par l'inéquation suivante : $1 \leq b/a \leq 2$. Le modèle obtenu ne sera donc valable que lorsque le rapport b/a est compris entre 1 et 2. La matrice d'expérimentations effectuée est donnée avec les réponses en tableau VI-9

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-9. Matrice d'expérimentations			
a (µm)	b (µm)	n=b/a	C1
1250	2000	1,6	2,58
1000	2000	2	2,40
1000	1250	1,25	3,05
750	750	1	3,75
1000	1500	1,5	2,70
1750	2000	1,14	3,22
500	750	1,5	2,78
1250	1250	1	3,68
2000	2000	1	3,64
1500	1500	1	3,66
1000	1000	1	3,72
1750	1750	1	3,65
500	1000	2	2,49
750	1500	2	2,44
750	1000	1,33	2,92
500	500	1	3,80
1250	2000	1,6	2,58
1500	1750	1,17	3,17
1025	1025	1	3,72
1750	2000	1,14	3,22

Les coefficients du modèle calculés par le logiciel sont résumés dans le tableau VI-10 suivant :

Tableau VI-10. Coefficients du modèle									
α_0	α_1	α_2	α_3	α_4	α_5	α_6	α_7	α_8	α_9
3,82	6,53E-3	-6,59E-3	-1,14E-5	4,07E-6	7,24E-6	-1,37E-9	3,66E-9	-1,66E-10	-2,10E-9

Pour vérifier la validité du modèle, nous avons représenté sur le graphique de la Figure 6.2-7 la réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle. Et comme nous pouvons le constater il y a une bonne correspondance entre la simulation et la prédiction.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

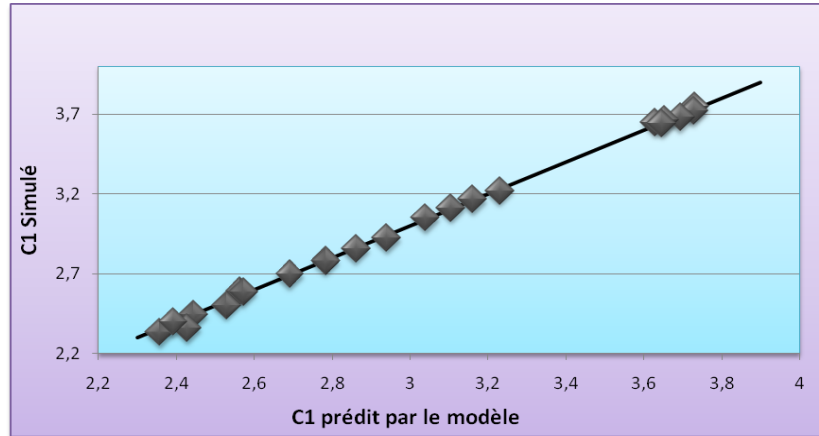


Figure 6.2-7. Réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle

Les points sont bien positionnés sur la droite $y=x$, l'erreur est minimale entre les réponses obtenues par simulation et celles calculées par le modèle. Pour mieux voir cette correspondance, nous allons tracer une surface de réponses dans tout le domaine d'étude. Figure 6.2-8.

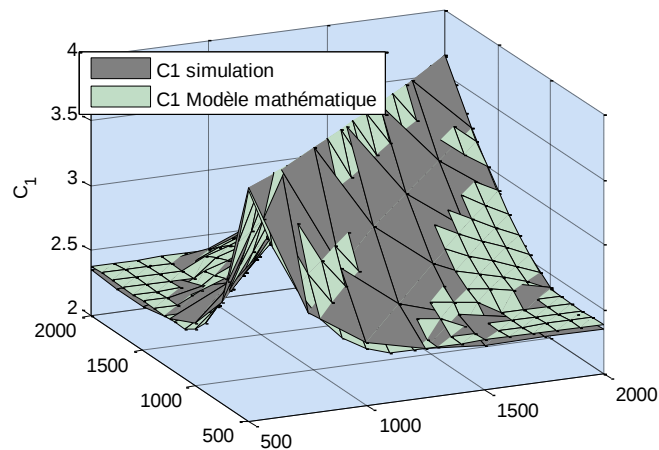


Figure 6.2-8. Comparaison entre les surfaces des réponses prédites et simulées

La Figure 6.2-8 est un graphique tridimensionnel représentant l'ensemble des résultats dans le domaine d'étude, les largeurs sont présentées sur l'axe des abscisses, les longueurs sur l'axe des ordonnées et les coefficients $C1$ sur l'axe vertical. On peut remarquer qu'il y a une bonne correspondance entre les deux surfaces de réponses. Le modèle mathématique obtenu est bien adapté pour donner le coefficient $C1$ en fonction des dimensions latérales de la

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

membrane. Pour que le modèle soit fiable, il faut qu'il donne un résultat constant pour un rapport « $n=b/a$ » donné. En effet, dans le cas de membranes carrées où $n=1$ par exemple, $C1$ doit être unique pour toutes les membranes dont le côté appartient au domaine d'étude. Ceci est aussi valable pour n'importe quel rapport n compris entre 1 et 2. L'équation VI-14 est utilisé pour calculer la réponse $C1$ pour $n=1$; $n=2$ et $n=1.5$. Cette réponse est ensuite tracée à l'intérieur du domaine d'étude. Voir la Figure 6.2-9.

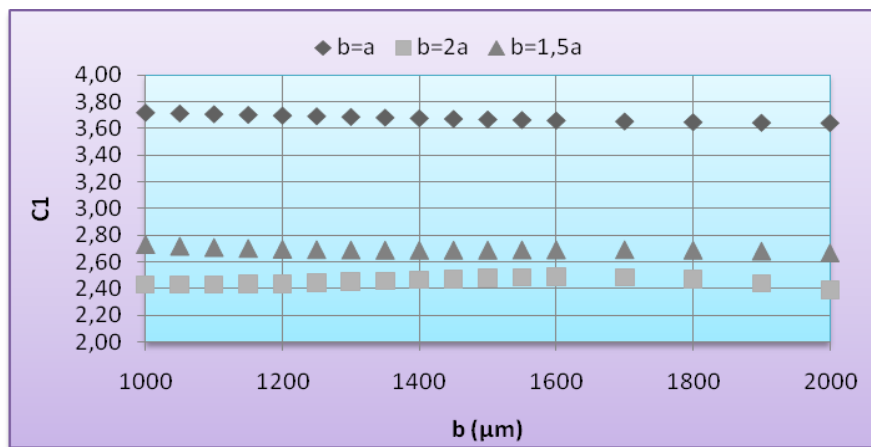


Figure 6.2-9. Calcul du coefficient $C1$ pour trois rapports de n

Pour un rapport n donné, le coefficient $C1$ reste généralement constant pour toutes les longueurs appartenant au domaine d'étude. Il est donc possible de déterminer une relation liant le coefficient $C1$ au rapport n . En effet, on prend des valeurs aléatoires de a et de b , puis on les injecte dans le modèle mathématique pour calculer le coefficient $C1$, enfin la courbe de $C1$ en fonction du rapport n est interpolée pour déterminer une relation entre le coefficient $C1$ et le rapport n . La courbe de la Figure 6.2-10 montre le coefficient $C1$ en fonction du rapport n .

Comme nous pouvons le constater, le coefficient $C1$ devient constant dès que le rapport n est grand. Cette courbe est approximée par la méthode des moindres carrés sous la forme d'un polynôme de degré 3. Équation VI-15.

$$C1 = -0.115n^3 + 2.116n^2 - 6.835n + 8.6251 \quad \text{VI-15}$$

Ce résultat sera vérifié dans le cadre d'une campagne de tests expérimentaux.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

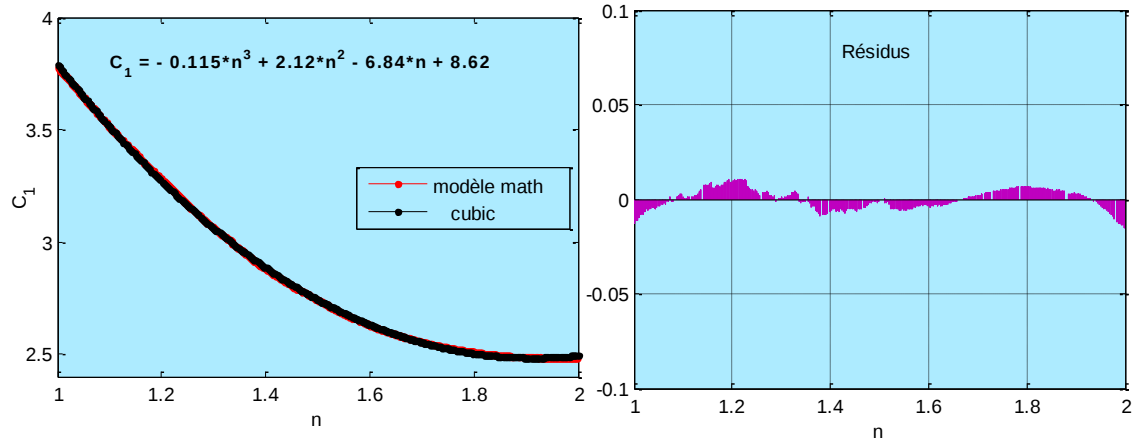


Figure 6.2-10. Courbe représentant le coefficient C1 en fonction du rapport n

6.2.2.5. Modèle mathématique du coefficient C2

Le logiciel Design-Expert® a été utilisé pour trouver une loi qui lie le coefficient C2 à la longueur de la membrane, sa largeur et le coefficient de Poisson du matériau. Le domaine d'étude considéré est le suivant : $500\mu m \leq a \leq 2000\mu m$; $500\mu m \leq b \leq 2000\mu m$; $0.01 \leq \nu \leq 0.4$. Avec a demi largeur, b demi longueur et ν coefficient de Poisson du matériau. Le type de plan d'expérience réalisé est un plan à D-optimalité, le modèle mathématique postulé est de 4^{ème} degré sous la forme de l'équation VI-16 ci-dessous.

$$\begin{aligned}
 C_2 = & \alpha_0 + \alpha_1 a + \alpha_2 b + \alpha_3 \nu + \alpha_4 ab + \alpha_5 a \nu + \alpha_6 b \nu + \alpha_7 a^2 + \alpha_8 b^2 + \\
 & \alpha_9 \nu^2 + \alpha_{10} ab \nu + \alpha_{11} a^2 b + \alpha_{12} a^2 \nu + \alpha_{13} ab^2 + \alpha_{14} a \nu^2 + \alpha_{15} b^2 \nu + \\
 & \alpha_{16} b \nu^2 + \alpha_{17} a^3 + \alpha_{18} b^3 + \alpha_{19} \nu^3 + \alpha_{20} a^2 b^2 + \alpha_{21} a^2 b \nu + \alpha_{22} a^2 \nu^2 + \\
 & \alpha_{23} ab^2 \nu + \alpha_{24} ab \nu^2 + \alpha_{25} b^2 \nu^2 + \alpha_{26} a^3 b + \alpha_{27} a^3 \nu + \alpha_{28} ab^3 + \\
 & \alpha_{29} a \nu^3 + \alpha_{30} b^3 \nu + \alpha_{31} b \nu^3 + \alpha_{32} a^4 + \alpha_{33} b^4 + \alpha_{34} \nu^4
 \end{aligned}
 \tag{VI-16}$$

Le modèle a été choisi sous cette forme car les modèles de degré inférieurs n'ont pas donné des résultats concluants. La matrice d'expérimentations effectuée est donnée avec les réponses dans le tableau VI-11

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-11. Matrice d'expérimentation

a (µm)	b (µm)	nu	C2	a (µm)	b (µm)	nu	C2
750	1250	0,3	1,12	1750	2000	0,4	1,43
1500	1500	0,01	2,04	1000	1000	0,01	2,06
1250	2000	0,4	1,07	500	500	0,25	1,89
1000	2000	0,15	1,18	1000	1000	0,15	1,97
1250	1750	0,01	1,37	750	1250	0,01	1,31
1750	2000	0,01	1,63	1250	1250	0,2	1,93
1000	1750	0,15	1,19	1500	1750	0,3	1,44
1000	1750	0,2	1,16	1500	2000	0,2	1,30
1000	1250	0,1	1,44	2000	2000	0,4	1,80
1250	2000	0,01	1,31	1000	1250	0,01	1,49
1000	1000	0,4	1,81	500	750	0,4	1,11
1500	1500	0,4	1,80	1250	1500	0,4	1,34
2000	2000	0,15	1,94	1000	1250	0,3	1,34
750	1250	0,15	1,21	1500	1500	0,15	1,95
1000	2000	0,4	1,01	1000	2000	0,25	1,11
1000	2000	0,01	1,30	750	1000	0,2	1,31
2000	2000	0,25	1,89	500	1000	0,2	1,16
500	500	0,4	1,79	750	1500	0,4	1,02
500	500	0,15	1,97	500	750	0,01	1,35
2000	2000	0,01	2,03	500	500	0,01	2,07

Les coefficients du modèle calculés par le logiciel sont résumés dans le tableau VI-12 suivant :

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-12. Coefficients du modèle						
α_0	α_1	α_2	α_3	α_4	α_5	α_6
2,17	6,21E-03	-6,62E-03	-5,05E-01	-2,59E-05	-9,00E-04	1,16E-03
α_7	α_8	α_9	α_{10}	α_{11}	α_{12}	α_{13}
1,18E-05	1,47E-05	-3,29	8,09E-06	-1,10E-08	-4,14E-06	1,97E-08
α_{14}	α_{15}	α_{16}	α_{17}	α_{18}	α_{19}	α_{20}
-4,06E-04	-4,18E-06	1,41E-03	5,43E-10	-9,68E-09	9,34	3,40E-12
α_{21}	α_{22}	α_{23}	α_{24}	α_{25}	α_{26}	α_{27}
2,48E-09	9,36E-08	-3,75E-09	-7,38E-07	5,44E-07	-1,06E-12	-3,17E-10
α_{28}	α_{29}	α_{30}	α_{31}	α_{32}	α_{33}	α_{34}
-4,63E-12	1,97E-03	1,65E-09	-3,15E-03	3,39E-13	2,03E-12	-8,75

Pour vérifier la validité du modèle, nous avons représenté sur le graphique de la Figure 6.2-11 la réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle. Et comme nous pouvons le constater il y a une bonne correspondance entre la simulation et la prédiction.

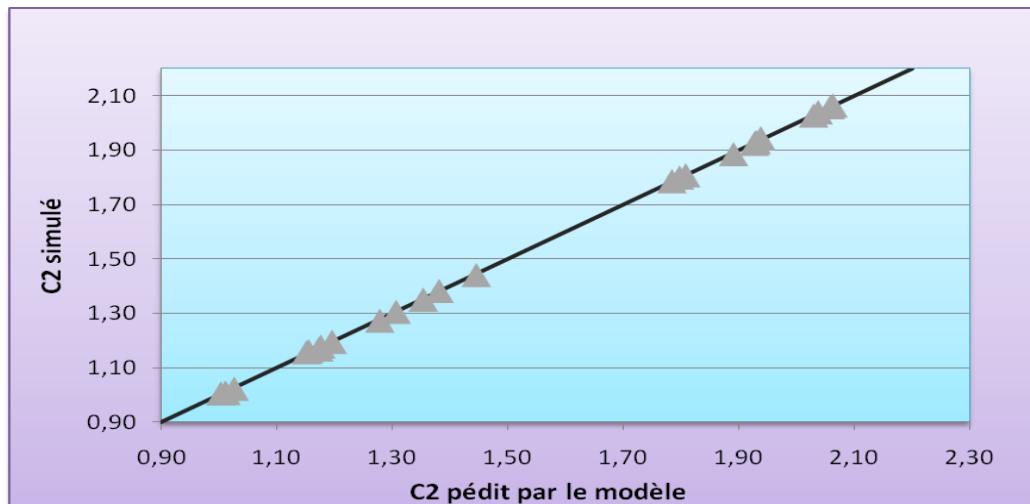


Figure 6.2-11. Réponse simulée en fonction de la réponse prédite par le modèle

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

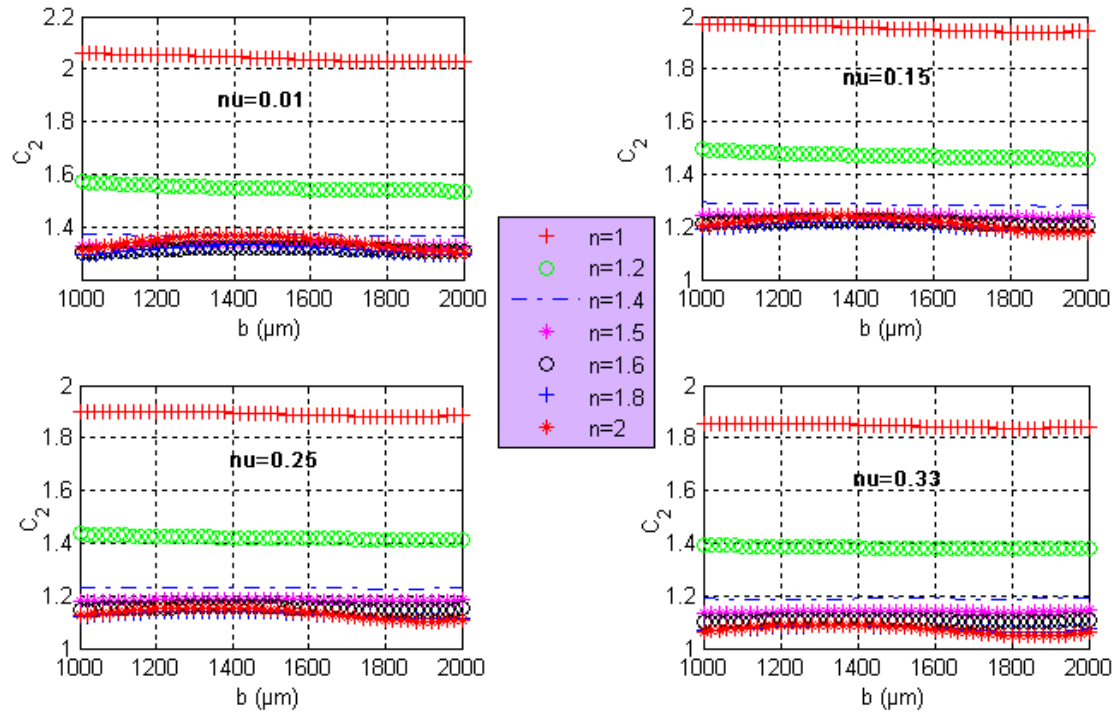


Figure 6.2-12. Coefficient C2 en fonction de la longueur de la membrane pour différents rapport n

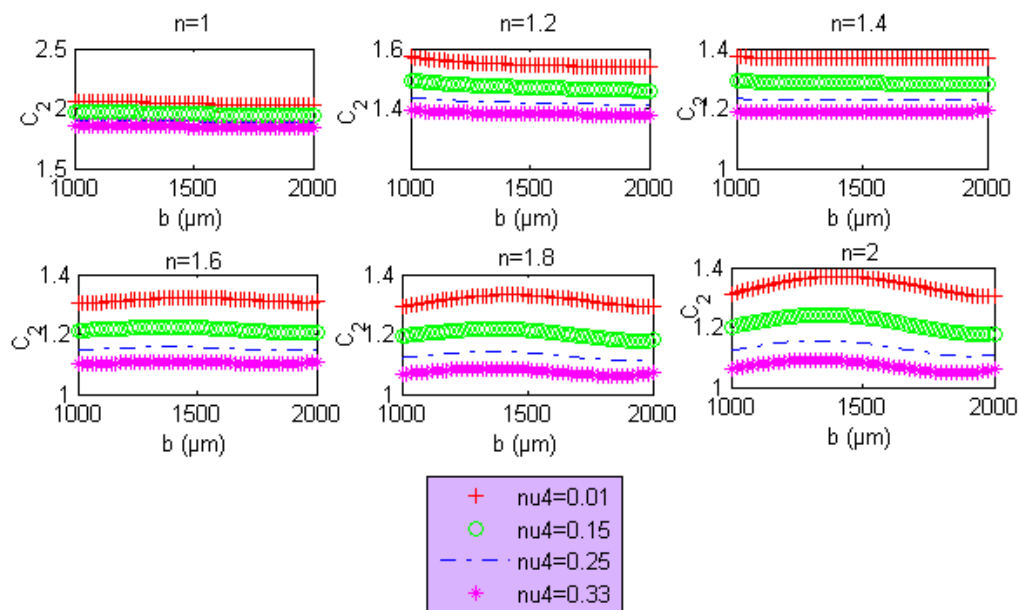


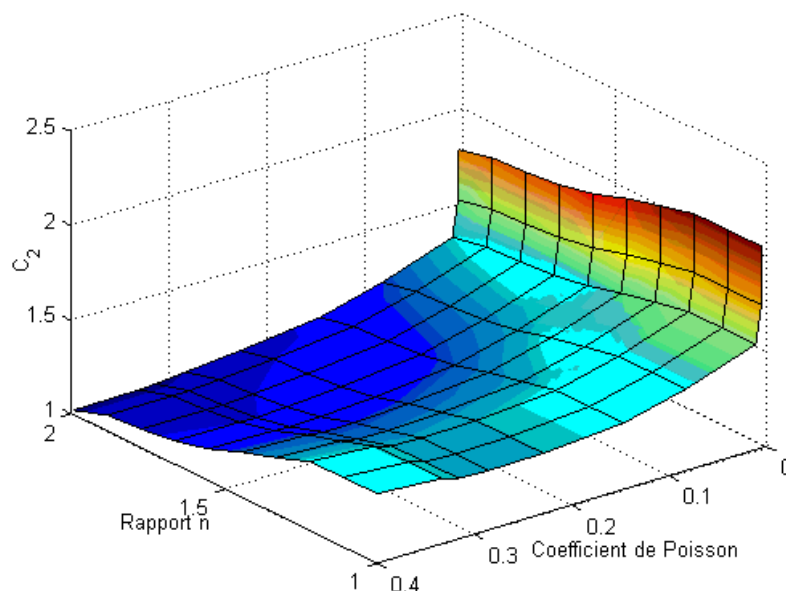
Figure 6.2-13. Coefficient C2 en fonction de la longueur de la membrane pour différents coefficients de Poisson

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Le modèle mathématique obtenu, semble être bien adapté pour donner le coefficient C_2 en fonction de a , b et ν . Pour que le modèle soit fiable, C_2 doit être unique pour un rapport « $n=b/a$ » et un coefficient de Poisson donnés. L'équation VI-16 est utilisée pour calculer les réponses C_2 pour quelques rapports de n et quelques coefficients de Poisson choisis aléatoirement. Ces réponses sont ensuite tracées à l'intérieur du domaine d'étude. Voir Figure 6.2-12 et Figure 6.2-13.

Comme nous pouvons le constater, le coefficient C_2 reste généralement constant pour un rapport n donné. Cependant, à la limite du domaine d'étude et plus précisément quand n tend vers 2, nous remarquons une légère déviation, il est probable qu'un modèle mathématique de degré supérieur pourrait éliminer ces déviations mais cela coûtera plus cher. Dans ce travail nous avons considéré que le modèle développé permet d'obtenir un bon rapport qualité-prix. Ce modèle sera donc utilisé pour déterminer une loi reliant le coefficient C_2 au rapport n et éventuellement au coefficient de Poisson. Sur la

Figure 6.2-14, nous avons tracé une courbe tridimensionnelle donnant le coefficient C_2 en fonction du rapport n et du coefficient de Poisson.



Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Figure 6.2-14. Courbe 3D donnant le coefficient C_2 en fonction du rapport n et du coefficient de Poisson

La loi recherchée est donc une fonction à deux variables, $C_2 = f(n, \nu)$, pour déterminer cette loi il faudra utiliser un algorithme robuste ou un logiciel dédié à cet effet. On peut utiliser par exemple le logiciel DataFit® [61]. Ici, nous avons fixé quelques valeurs du rapport n et ensuite fait une interpolation linéaire en faisant varier le coefficient de Poisson.

La Figure 6.2-15 montre certaines courbes du coefficient C_2 en fonction du coefficient de Poisson pour certains rapports n .

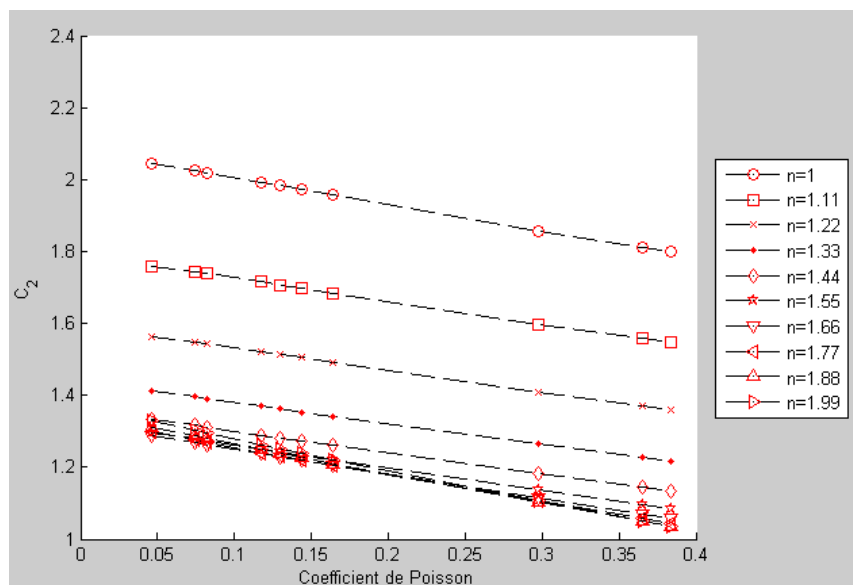


Figure 6.2-15. Coefficient C_2 en fonction du coefficient de Poisson pour certains rapports n

Chaque courbe de la Figure 6.2-15 est interpolée linéairement pour obtenir une équation du coefficient C_2 en fonction du coefficient de Poisson. Les résultats de ces interpolations sont regroupés dans le tableau VI-13 ci-dessous.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Tableau VI-13. Coefficient C2 pour quelques rapports de n	
C2	n
-0,568v+2,03	1
-0,6676v+1,814	1.11
-0,6189v+1,604	1.22
-0,5994v+1,4591	1.33
-0,599v+1,3635	1.44
-0,6277v+1,3214	1.55
-0,6757v+1,3136	1.66
-0,7362v+1,3261	1.77
-0,8002v+1,347	1.88
-0,8691v+1,369	1.99

6.3. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons mis en place une méthode numérique pour déterminer le module d'Young et la contrainte initiale de films minces déposés sur un substrat rigide. Cette méthode consiste à utiliser un modèle de calcul par éléments finis que l'on essaie de faire correspondre aux résultats d'un test expérimental. En effet les simulations sont lancées d'une manière itérative en corrigeant à chaque itération les propriétés mécaniques du matériau. A la dernière itération la courbe traçant le résultat de la simulation coïncide avec celle qui représente les données des mesures expérimentales. La procédure itérative mise en place pour effectuer ce recalage converge après seulement quelques itérations et les résultats obtenus correspondent aux attentes. Le principal avantage de cette méthode est le fait de n'utiliser aucun calcul théorique mais seulement la simulation numérique.

Ensuite nous avons déterminé les coefficients C1 et C2 de l'équation de gonflement. Ceci nous a permis de proposer des valeurs de C1 et C2 pour des membranes dont le rapport géométrique est compris entre 1 et 2. Rappelons que jusqu'ici ceci n'avait pas été fait et que l'on ne pouvait pas appliquer le modèle analytique à cette forme de membrane.

La technique des plans d'expériences a été utilisée pour trouver des modèles mathématiques à ces coefficients, ce qui permet désormais de traiter ces membranes à l'aide d'un modèle analytique.

Détermination des propriétés mécaniques de films par un modèle éléments finis recalé sur un test de gonflement

Un des gros intérêts de cette méthode est de pouvoir être appliquée pour la recherche des paramètres élastoplastique.

Conclusion générale

La miniaturisation des MEMS qui tend aujourd'hui vers les NEMS (Nano Electro Mechanical System) s'est accompagnée de l'apparition de nouvelles structures de matériaux. La conception optimale des MEMS est directement liée à la bonne connaissance de ces nouveaux matériaux qui les composent.

Le test de gonflement de membrane est un essai mécanique non destructif utilisé pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux, en particulier le module d'Young, le coefficient de Poisson et la contrainte résiduelle. Ce test peut être appliqué à des membranes de géométrie carrée, rectangulaire ou circulaire. Il consiste à appliquer une pression hydrostatique sur une face de la membrane dans le but de la faire fléchir. Les relevés de mesure de la pression en fonction de la déflexion sont utilisés pour extraire les propriétés mécaniques du matériau moyennant un modèle mathématique approprié qui lie la pression à la déflexion.

Les principaux facteurs qui peuvent affecter les résultats de caractérisation par cette technique sont la qualité du maintien de l'échantillon dans son support, les erreurs sur les mesures géométriques notamment l'épaisseur et les dimensions latérales.

Dans ce travail de thèse, nous avons développé un banc destiné à être transféré à une entreprise, pour cela :

- ✓ Nous avons évalué les performances de chacun des composants constituant le banc, ainsi que les performances des modèles de comportement qui traduisent le phénomène physique.
- ✓ Nous avons notablement amélioré le porte-échantillon qui permet de maintenir la membrane éprouvette sans trop faire fléchir son support.
- ✓ Nous avons quantifié les incertitudes provenant des mesures dimensionnelles et avons proposé une méthode de mesure des dimensions applicable directement sur le banc sans autre manipulation et qui peut également être automatisé.
- ✓ Nous avons évalué les performances de tous les modèles de comportement et les avons comparés entre eux.

Conclusion générale

- ✓ Nous avons montré comment nous pouvions utiliser notre banc pour la caractérisation de membranes bicouche.

Ensuite, nous avons proposé une méthode de recalage par simulation numérique qui permet de prendre en compte si on le souhaite le comportement du substrat par exemple ou bien le comportement en plasticité.

Nous avons utilisé cette méthode de recalage combinée avec la technique des plans d'expériences pour compléter le modèle de comportement analytique à des formes géométriques de membranes qui n'avaient pas été traitées dans la littérature. C'est-à-dire les membranes rectangulaires dont le rapport longueur/largeur est compris entre 1 et 2.

Lors de nos essais, nous avons constaté que malgré toutes les précautions prises, les résultats variaient de manière notable pour des membranes issues d'un même wafer. La littérature manque de résultats d'essais statistiques et nous n'avons pas pu conclure quant à ces dispersions.

Dans l'avenir, il sera essentiel de multiplier ces essais et d'améliorer encore ce banc. Il est désormais possible de l'appliquer à des matériaux plastiques et de développer un protocole pour ce type de comportement.

LISTE DES PUBLICATIONS

Revue internationale avec acte et comité de lecture

- Methods to improve reliability of bulge test technique to extract mechanical properties of thin films. Microelectronics Reliability. 2010

Conférences internationales avec acte et comité de lecture

- Methods to improve reliability of bulge test technique to extract mechanical properties of thin films. (ESREF 2010), Gaeta (Italie), 11-15 Octobre 2010, 6p.
- “Loi de comportement de matériau composite déposé en couche mince”. (ACMA 2010), Marrakech (Maroc), 12-14 Mai 2010, 7p.
- « A new iterative algorithm for the solution for the load deflection square membranes ». (EuroSimE 2010), Bordeaux (France), 26-28 Avril 2010, pp.82-82
- “Iterative algorithm with finite element method for bulge test characterization”. (MME 2009), Toulouse (France), 20-22 Septembre 2009, 4p.

Conférences nationales avec acte et comité de lecture

- “Extraction des propriétés mécaniques des matériaux par la technique de gonflement des membranes. Etude de répétabilité”. Journée de l'Ecole Doctorale GEET, Toulouse (France), 11 Mars 2010, 3p
- “Caractérisation mécanique de films minces par une méthode éléments finis recalée sur un test de gonflement”. (CFM'09), Marseille (France), 24-28 Août 2009, 7p
- Caractérisation mécanique du SiOxNy par la technique de gonflement de membrane comparée à un modèle éléments finis. (JNRDM 2009), Lyon (France), 18-20 Mai 2009, 4p.
- « Caractérisation mécanique par gonflement de membranes ». GDR MECANO Paris Avril 2009
- « caractérisation mécanique de films minces- Comparaison entre le test de gonflement de membrane et vibrométrie de membrane ». 2nd workshop Nanomaterials : Microstructural and Mechanical characterizations, Simulations. Rouen 2008

Références

- [1] S.G. Croll, "The origin of residual internal stress in solvent-cast thermoplastic coatings," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 23, Feb. 1979, pp. 847-858.
- [2] S.G. Croll, "Adhesion loss due to internal strain," *J. Coatings Tech.*, vol. 52, 1980, p. 35.
- [3] V. Hauk, *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, ELSEVIER, 1997.
- [4] R. Hoffman, "Stresses in thin films: The relevance of grain boundaries and impurities☆," *Thin Solid Films*, vol. 34, May. 1976, pp. 185-190.
- [5] G.G. Stoney, "The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis The Tension of Metallic Films deposited by Electrolysis .," *Royal Society*, vol. 82, 1909, pp. 172-175.
- [6] C.L. BAUER and R.J. FARRIS, "Determination of Poisson's Ratio for Polyimide Films," *POLYMER ENGINEERING AND SCIENCE*, vol. 29, 1989, pp. 1107-1110.
- [7] J.J. Vlassak and W.D. Nix, "A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films," *Journal of Materials Research*, vol. 7, Jan. 1992, pp. 3242-3249.
- [8] K. Sato, M. Shikida, M. Yamasaki, and T. Yoshioka, "Micro tensile-test system fabricated on a single crystal silicon chip," *Proceedings of Ninth International Workshop on Micro Electromechanical Systems*, 1996, pp. 360-364.
- [9] C. Malhaire, M. Ignat, K. Dogheche, S. Brida, C. Josserond, and L. Debove, "Realization of Thin Film Specimens for Micro Tensile Tests," *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007. International*, IEEE, 2007, p. 623-626.
- [10] C. Séguineau, "Caractérisation mécanique de matériaux mince destinés aux micro et nano technologie," 2009.
- [11] J. Koskinen, J. Steinwall, R. Soave, and H. Johnson, "Microtensile testing of free-standing polysilicon fibers of various grain sizes," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 3, 1993, p. 13.

Références

- [12] G.M.P. Warren C. Oliver, “An Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res Vol. 7, No. 6*, 1992.
- [13] H. Hertz, “Über die Berührung fester elastischer Körper,” *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, vol. 171, 1881, pp. 156-171.
- [14] F. Lockett, “Indentation of a rigid/plastic material by a conical indenter,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 1, 1963.
- [15] D. TABOR, “A simple theory of static and dynamic hardness,” *Society*, vol. 192, 1947, pp. 247-274.
- [16] M. Sakai and O. Tabata, “Reliability of MEMS Testing of Materials and Devices,” *Wiley Online Library*, 2007, p. 324.
- [17] D. READ and J. DALLY, “A new method for measuring the strength and ductility of thin films,” *Journal of materials research*, vol. 8, 1993, p. 1542–1549.
- [18] J. Florando and W. Nix, “A microbeam bending method for studying stress-strain relations for metal thin films on silicon substrates,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 53, Mar. 2005, pp. 619-638.
- [19] K.E. Petersen, “Dynamic micromechanics on silicon: Techniques and devices,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 25, Oct. 1978, pp. 1241-1250.
- [20] J.B. Sauveplane, “Caractérisation thermomécanique de films métalliques déposés en couche mince pour la simulation de la fiabilité de composants microélectroniques de puissance,” 2007.
- [21] W. Sauter, “Thin Film Mechanics Bulging and Stretching,” University of Vermont, 1999.
- [22] H. Henky, “Über den Spannungszustand in kreisrunden platten mit verschwindender Biegesteifigkeit,” *Zeitschrift für Mathematik und Physik*, vol. 63, 1915, p. 311–317.
- [23] J. Beams, “Mechanical properties of thin films of gold and silver,” *Structure and properties of thin films: proceedings*, Wiley, 1959, p. 183.
- [24] S. Timoshenko, S. Woinowsky-Krieger, and S. Woinowsky, *Theory of plates and shells*, McGraw-Hill New York, 1959.
- [25] “<http://www.isiknowledge.com/>.”
- [26] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, and I. Igarashi, “Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes,” *Sensors and Actuators*, vol. 20, 1989, p. 135–141.

Références

- [27] J.Y. Pan, P. Lin, F. Maseeh, and S.D. Senturia, "Verification of FEM analysis of load-deflection methods for measuring mechanical properties of thin films," *Solid-State Sensor and Actuator Workshop, 1990. 4th Technical Digest., IEEE*, IEEE, 1990, p. 70–73.
- [28] D. Maier-Schneider, J. Maibach, and E. Obermeier, "A new analytical solution for the load-deflection of square membranes," *Microelectromechanical Systems, Journal of*, vol. 4, 1995, p. 238–241.
- [29] E. Bonnotte, P. Delobelle, L. Bornier, B. Trolard, and G. Tribillon, "Two interferometric methods for the mechanical characterization of thin films by bulging tests. Application to single crystal of silicon," *Journal of Materials Research*, vol. 12, 1997, p. 2234–2248.
- [30] R. Divan, H. Camon, N. Moldovan, and M. Dilhan, "Limiting roughness in anisotropic etching," *1997 International Semiconductor Conference 20th Edition. CAS '97 Proceedings*, vol. 4, 1997, pp. 553–556.
- [31] M. Saadaoui, "Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique," 2005.
- [32] J.S. Mitchell, C. a Zorman, T. Kicher, S. Roy, and M. Mehregany, "Examination of Bulge Test for Determining Residual Stress, Young's Modulus, and Poisson's Ratio of 3C-SiC Thin Films," *Journal of Aerospace Engineering*, vol. 16, 2003, p. 46.
- [33] S. JAYARAMAN, R.L. EDWARDS, and K.J. HEMKER, "RELATING MECHANICAL TESTING AND MICROSTRUCTURAL FEATURES OF POLYSILICON THIN FILMS," *Journal of materials research*, vol. 14, 1999, pp. 688–697.
- [34] R. Zhang, "Pressure Bulge Test for Thin Film Characterization," 2006.
- [35] R.J. Hohlfelder, "Bulge and Blister testing of thin films and their interfaces," 1999.
- [36] S.D. Senturia and P. Lin, "The in-situ measurement of mechanical properties of multi-layer coatings," *Massachusetts Institute of Technology*, 1990.
- [37] M.K. Small and W.D. Nix, "Analysis of the accuracy of the bulge test in determining the mechanical properties of thin films," *Journal of Materials Research(USA)*, vol. 7, 1992, p. 1553–1563.
- [38] P. Martins, "Caractérisation mécanique des matériaux pour les micro / nanosystèmes Procédés applicables aux épaisseurs submicroniques," *National, L Institut Sciences, D E S Lyon, Appliquees D E*, 2009.

Références

- [39] R. Yahiaoui, “Automated interferometric system for bulge and blister test measurements of micromachined membranes,” *Proceedings of SPIE*, vol. 4400, 2001, pp. 160-169.
- [40] S. Petitgrand, R. Yahiaoui, K. Danaie, A. Bosseboeuf, and J. Gilles, “3D measurement of micromechanical devices vibration mode shapes by stroboscopic microscopic interferometry,” *Opt. Lasers Eng*, vol. 36, 2001, p. 77–101.
- [41] X. Chauffleur, G. Blasquez, and P. Pons, “Influence of the bonding conditions on the response of capacitive pressure sensors,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 46, Jan. 1995, pp. 121-124.
- [42] C. Malhaire, “Effect of clamping conditions and built-in stresses on the thermopneumatic deflection of SiO₂/Si membranes with various geometries,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 74, Apr. 1999, pp. 174-177.
- [43] a Chouaf, “Stress analysis at singular points of micromachined silicon membranes,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 84, Aug. 2000, pp. 109-115.
- [44] Y. Xiang, X. Chen, and J. Vlassak, “Plane-strain bulge test for thin films,” *Journal of materials research*, vol. 20, 2005, p. 2360–2370.
- [45] J.R. Taylor, L. Reynaud, and P. Reynaud, *Incertitudes et analyse des erreurs dans les mesures physiques: avec exercices corrigés*, Dunod, 1999.
- [46] X.B. et J.M.B. F, “Incertitude expérimentale,” *Note de cours*, 2008.
- [47] W. Brantley, “Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices,” *Journal of Applied Physics*, 1973.
- [48] D. Gay, “Matériaux composites (5 Éd.),” 2005.
- [49] R. Cauchois, M. Saadaoui, J. Legeleux, T. Malia, B. Dubois-Bonvalot, K. Inal, and J.C. Fidalgo, “Wire-bonding on inkjet-printed silver pads reinforced by electroless plating for chip on flexible board packages,” *Electronic System-Integration Technology Conference (ESTC), 2010 3rd*, IEEE, 2010, p. 1–6.
- [50] “<http://www.matweb.com>.”
- [51] H. Youssef, A. Ferrand, P. Pons, and R. Plana, “ITERATIVE ALGORITHM WITH FINITE ELEMENT METHOD FOR BULGE TEST CHARACTERIZATION,” *MME*, Toulouse: 2009, pp. 1-4.
- [52] H. Youssef, a Ferrand, P. Pons, and R. Plana, “A new iterative algorithm for the solution for the load deflection square membranes,” *2010 11th International Thermal, Mechanical & Multi-Physics Simulation, and Experiments in Microelectronics and Microsystems (EuroSimE)*, Ieee, 2010, pp. 1-5.

Références

- [53] “<http://www.Simulia.com/>.”
- [54] “<http://www.mathworks.fr/>.”
- [55] H. Youssef, a Ferrand, P. Calmon, P. Pons, and R. Plana, “Methods to improve reliability of bulge test technique to extract mechanical properties of thin films,” *Microelectronics Reliability*, vol. 50, Sep. 2010, pp. 1888-1893.
- [56] J.D.F. Richard L. Burden, *Numerical analysis*, 2000.
- [57] AFNOR, “plan d□ expériences. Guide pour le choix d'un plan d'expérience,” *AFNOR*, 2003.
- [58] J. Goupy, “modélisation par les plans d□ expériences,” *Techniques de l'ingénieur*.
- [59] J. Goupy, “Plans d□ Expériences pour Surfaces de Réponse,” *Génie Industriel, Dunod, Paris*, 1999.
- [60] www.statease.com, “Design experiment.”
- [61] Www.oakdaleengr.com, “DataFit.”
- [62] S. Wolf, *Silicon Processing for the VLSI Era: Process Technology. Process Integration*, Lattice Press, 1990.
- [63] B. Rousset, *Les dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)*, 2007.
- [64] V. Conédéra, *Photolithographie. Principes généraux*, 2007.
- [65] Univ-rennes1, “<http://www.microelectronique.univ-rennes1.fr/fr/chap9c.htm>.”
- [66] H. Seidel, “Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 137, 1990, p. 3612.
- [67] H. Seidel, “THE MECHANISM OP ANISOTROPIC SILICON ETCHING AND ITS RELEVANCE FOR MICROMACHINING,” *ece.umd.edu*, 1987.
- [68] K. Bean, “Anisotropic etching of silicon,” *Electron Devices, IEEE Transactions on*, 1978, pp. 1185-1193.

Références

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

1. Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter les techniques mises en œuvre pour fabriquer les échantillons de test. Des plaques de types SOI (Silicon On Insulator) en silicium monocristallin sont utilisées comme support de départ. Ces plaques sont particulièrement caractérisées par une couche d'oxyde de silicium (SiO_2) prise en sandwich entre deux couches de silicium (Si). La figure 1 montre les données géométriques de ces plaques.

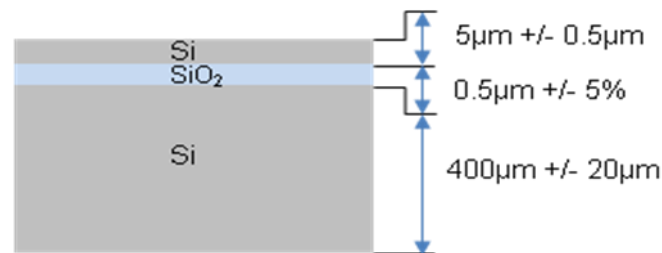


Figure 1. Données géométriques des plaques utilisées pour la fabrication des structures de test

La couche du silicium supérieure a une épaisseur de $5\mu\text{m}$, la couche d'oxyde de silicium a une épaisseur de $0.5\mu\text{m}$ et la couche du silicium inférieure a une épaisseur de $400\mu\text{m}$. Le silicium de la couche supérieure constitue la partie active de la membrane ainsi que le matériau étudié. Pour libérer cette partie il faut procéder à une gravure du silicium inférieur et de l'oxyde de silicium pris en sandwich. Ces gravures sont effectuées suivant des ouvertures dont les tailles sont préalablement définies. Les structures de test finales sont obtenues par des techniques de fabrication en salle blanche telle que la photolithographie, les dépôts « CVD » et les gravures humides et sèches. Un aperçu de ces méthodes est présenté dans ce chapitre.

2. Étapes technologiques pour la fabrication des structures de test

i. Nettoyage des plaques

Avant de commencer les étapes technologiques de fabrication, il faut procéder à un nettoyage des plaques pour les débarrasser de toutes pollutions et contaminations extérieures. Le nettoyage utilisé est de type « piranha », il consiste à former un oxyde de silicium sur les surfaces des plaques en les plongeant dans un bain d'acide sulfurique et d'eau oxygénée

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

(H₂SO₄+H₂O₂). L'oxyde de silicium constitué servira à emprisonner les résidus organiques. Cette oxyde est ensuite éliminé avec de l'acide fluorhydrique à 5% (HF). Enfin les plaques sont rincées à l'eau et séchées par une centrifugeuse.

ii. Masquage des plaques

Pour créer les ouvertures suivant lesquelles les plaques seront gravées pour libérer les membranes, il est nécessaire de déposer un matériau insensible à la gravure profonde des plaques. Le nitrure de silicium (Si₃N₄) a été choisi pour cet effet.

a. Dépôt du nitrure de silicium (Si₃N₄)

Ce dépôt est effectué par la technique de dépôt chimique en phase vapeur, connue sous l'acronyme « CVD », de l'anglais « Chemical Vapor Deposition ». Cette technique permet de déposer des films de quelques nanomètres à quelques micromètres. Elle consiste à former une couche solide sur une surface à partir d'une réaction chimique en phase vapeur. Plus concrètement, on introduit dans une chambre de réaction des éléments chimiques sous forme de molécules gazeuses possédant les éléments constitutifs du film à déposer, ensuite, une réaction chimique se crée entre les particules de gaz et la surface du substrat permettant l'adsorption des réactifs gazeux. Les particules de gaz sont ensuite dissociées provoquant une migration d'atomes et formant une croissance du film, et enfin, les produits résidus de la réaction sont évacués de la chambre de réaction [62]. L'énergie d'activation nécessaire pour déclencher la réaction chimique peut être apportée de diverses manières : énergie thermique, énergie électrique ou énergie photonique [63]. Il existe plusieurs catégories de dépôts chimiques en phase vapeur, elles sont fonction de différents paramètres (pression, système de chauffage et type d'énergie). PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) et LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) sont les deux catégories couramment utilisées dans la plateforme technologique du LAAS. Une comparaison technique entre ces deux catégories est donnée par la référence [62]. Lors de notre procédé technologique, une épaisseur de 0.1 µm de nitrure de silicium a été déposé par LPCVD à 700°C, cette technique permet d'obtenir un dépôt très uniforme et sur plusieurs plaques à la fois.

Une fois que le masque de nitrure de silicium est déposé, il faudra procéder à la fabrication des ouvertures qui permettent de graver en profondeur le substrat en silicium, ce qui est obtenu par photolithographie. Pour effectuer une photolithographie, il est nécessaire de fabriquer préalablement un masque qui protégera les zones de la plaque que l'on ne souhaite pas graver. Le masque est une plaque de verre ou de quartz sur laquelle une métallisation au chrome est réalisée en respectant des formes géométriques, ces formes géométriques en chrome définissent les dimensions des dispositifs à réaliser. La figure 2 montre le dessin du

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

masque utilisé pour faire les ouvertures de la face arrière des structures de test étudiées dans ce travail.

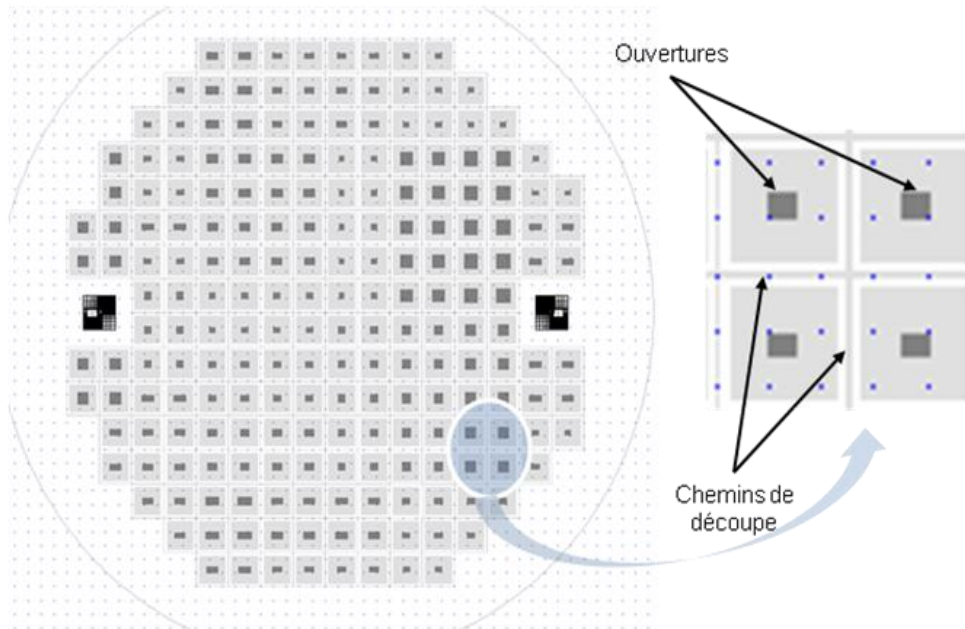


Figure 2. Masque fabriqué pour graver les ouvertures face arrière

Comme nous pouvons le constater, nous avons prévu de réaliser une centaine de structures de test par plaque. Ces structures ont des formes et des dimensions variées. Des chemins de découpe ont été prévus lors du dessin des masques afin de faciliter la découpe des plaques une fois la dernière étape du procédé technologique est terminée.

b. Photolithographie

La photolithographie est une technique de fabrication qui permet de reproduire une image sur un substrat recouvert d'une couche de matériau photosensible (résine). Il existe deux types de résines : résine positive ou négative. Les résines positives sont des substances photosensibles dont la partie exposée à la lumière devient soluble à un révélateur. A l'inverse, les résines négatives sont des substances photosensibles dont la partie exposée à la lumière devient insoluble au révélateur. Les rayonnements utilisés en photolithographie sont de type ultra violet, rayon X ou faisceau d'ions ou d'électrons. En effet, l'application d'un rayonnement provoque une transformation de la solubilité de la résine. Dans le cas de notre procédé de fabrication, nous utilisons une résine positive, la partie insolée correspond à la partie où l'on souhaite effectuer l'ouverture [64]. La figure 3 schématise les principales étapes de la photolithographie réalisée pour obtenir les ouvertures en face arrière des plaques.

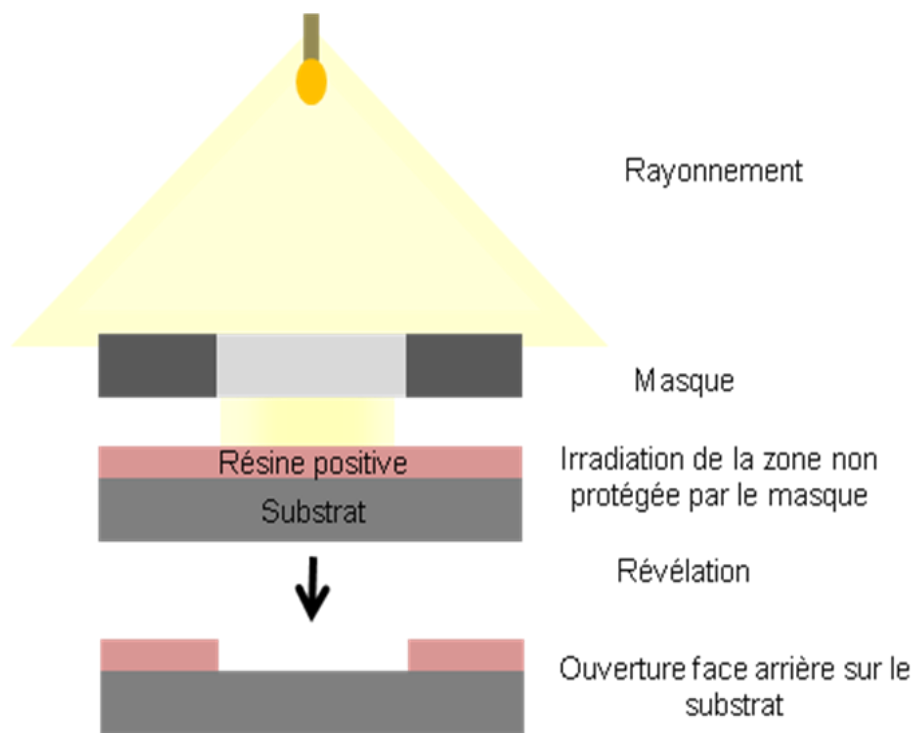


Figure 3. Principe de la photolithographie pour faire les ouvertures faces arrière du substrat

La partie de la plaque mise à nu pourra subir des traitements divers. Dans le cas de notre procédé technologique, nous souhaitons graver le nitrure de silicium, précédemment déposé.

c. Gravure du nitrure de silicium

La gravure ionique réactive connue sous l'acronyme « RIE » de l'anglais « Reactive Ion Etching » est une technique de gravure sèche par plasma dans laquelle interviennent à la fois les effets de bombardement par des ions et la réaction chimique. Le principe du procédé peut être résumé par la succession des étapes suivantes [65] :

- génération dans le plasma des espèces pouvant attaquer chimiquement la couche,
- transfert des espèces réactives depuis le plasma vers la surface de la couche à graver,
- adsorption de l'espèce attaquante à la surface,
- réaction avec le matériau de surface. Le matériau produit par la réaction doit être volatil pour pouvoir quitter la surface
- désorption du produit de réaction,
- diffusion dans l'environnement gazeux.

La gravure ionique réactive « RIE » a été utilisée deux fois lors de ce procédé technologique : la première fois pour graver le nitrure de silicium en face arrière et la seconde

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

fois pour graver la couche de silicium supérieur suivant des ouvertures créées de telle sorte à obtenir des marches dans le pourtour des structures de test, ces marches vont nous servir pour mesurer les épaisseurs des membranes. Mais avant de faire cette seconde gravure il faut préalablement effectuer une photolithographie de la face avant des plaques en utilisant un masque conçu pour cet effet.

Maintenant que les gravures sont effectuées en face avant et arrière, l'étape qui suit est la gravure en profondeur du substrat en silicium. Nous avons utilisé deux méthodes pour effectuer cette gravure, la première est une gravure humide effectuée simultanément suivant les directions perpendiculaire et parallèle à la surface à graver. La seconde est une gravure sèche effectuée uniquement suivant la direction perpendiculaire à la surface à graver.

d. Gravure chimique du substrat

La gravure chimique anisotrope consiste à graver le silicium par voie chimique sur des profondeurs allant de quelques microns à plusieurs centaines de microns. Les solutions d'attaque sont le KOH (hydroxyde de potassium) et le TMAH (Tétra-Méthyl Ammonium Hydroxyde). La vitesse de gravure de la solution KOH est beaucoup plus grande que celle du TMAH, pour mieux contrôler la gravure dans le cas de notre procédé technologique, nous avons commencé par graver 90% de l'épaisseur par la solution KOH et les 10 % qui restent par la solution TMAH. La couche d'arrêt de la gravure est l'oxyde de silicium. Cette gravure chimique attaque le silicium suivant un plan préférentiel comme illustré par la figure 4.

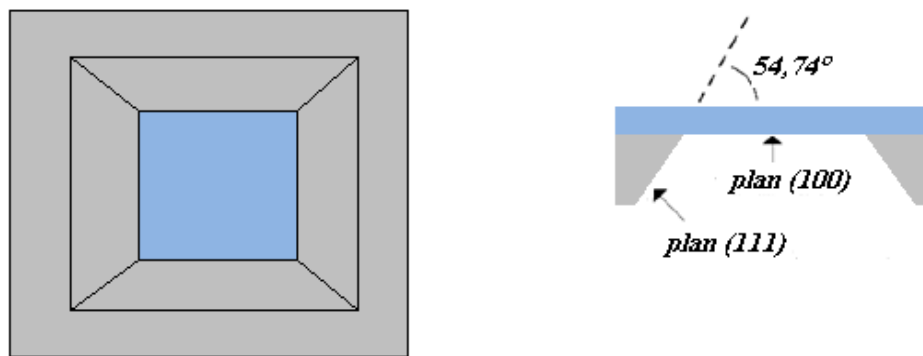


Figure 4. Vue de dessus et coupe droite d'une membrane obtenue par gravure KOH

La réaction d'oxydo-réduction qui se produit entre le silicium et la solution va entraîner la dissolution de celui-ci suivant des directions préférentielles. Le masque réalisé préalablement en nitrure de silicium permet de localiser cette gravure et de réaliser les motifs (membranes). Les réactions chimiques et les vitesses de gravure du silicium sont données par H. seidel [66] [67] en fonction de différents facteurs, comme les directions cristallographiques, les concentrations en KOH, la température, etc....

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

La vitesse d'attaque du plan (111) est 100 fois inférieure à celle des plans (100). Cette anisotropie est due au fait que la vitesse de gravure pour un plan donné est déterminée par la densité d'atomes dans ce plan et par le nombre de liaison Si-Si exposées à la solution [67] [68]. Pour obtenir des membranes en utilisant la gravure KOH, il faudra que les ouvertures du masque de la photolithographie de la face arrière soient plus larges que la taille réelle de la membrane. La figure 5 schématise les relations géométriques permettant de calculer les dimensions des ouvertures dans le cas d'une gravure chimique effectuée avec la solution KOH

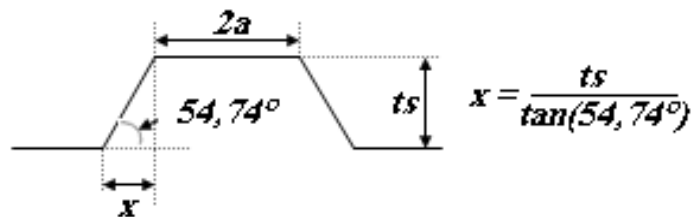


Figure 5. Schéma explicatif du calcul des dimensions des ouvertures de la face arrière

Pour une épaisseur du substrat égale à $400\mu\text{m}$, x vaut $283\mu\text{m}$. Et donc pour obtenir une membrane de largeur $2a$, il faut prévoir une ouverture de $2a+2x$, soit dans le cas de notre procédé $2a+586\mu\text{m}$.

e. Gravure par voie sèche (DRIE)

Le principe de la gravure DRIE (Deep Reactive Ions Etching) consiste à créer un plasma à haute densité dans un milieu à basse pression, et à diriger ensuite les ions et radicaux issus de ce plasma vers la surface à usiner. Les espèces volatilisées sont ensuite évacuées du système par pompage. Le bombardement ionique conduit à une gravure anisotrope suivant la direction perpendiculaire de la surface à graver, cette gravure ne dépend pas des plans cristallographiques. Les ouvertures du masque de photolithographie correspondent directement à la forme et aux dimensions des membranes que l'on souhaite réaliser. Cette technique de gravure est rapide et uniforme, néanmoins elle présente un certain nombre d'inconvénients parmi lesquels nous pouvons citer le profil rugueux des murs de silicium obtenu après gravure. Le deuxième inconvénient est lié au fait que le profil des gravures obtenues par cette technique présentent une déviation par rapport à la direction verticale. Ce point spécifique a été étudié lors d'un travail au LAAS [31], la déviation du profil est plus importante quand l'épaisseur du mur de gravure est faible. Ceci est illustré par la figure 6

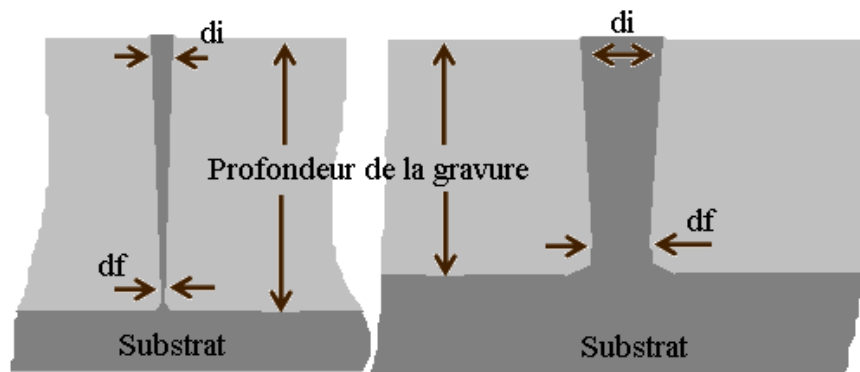


Figure 6. Schéma représentatif de la déviation du profil de la gravure DRIE

Sur la figure 6, d_i et d_f correspondent respectivement à la largeur du mur au début et à la fin de la gravure. Comme nous pouvons le constater, la déviation de la gravure par rapport à la verticale est assez significative pour les faibles largeurs de mur et pour les gravures profondes. Lorsqu'il s'agit de gravure profonde (supérieure à $100\mu\text{m}$), les ions au fond des cavités sont moins denses que ceux formés en surface. Le transport de particules se trouve appauvri et la vitesse de gravure chute, cette conséquence se manifeste lorsque les ouvertures gravées sont étroites. Le tassement de ces ions au fond des cavités cause leurs rebondissements sur les murs verticaux de gravure [31]. Dans notre procédé de fabrication, les largeurs des murs sont variables et assez grandes mais l'épaisseur du substrat à graver est grande et est égale à $400\mu\text{m}$. Ceci pourrait avoir un impact sur le résultat final de la gravure.

À cette étape de fabrication, il ne reste plus qu'à graver la couche d'oxyde de silicium pour libérer les membranes.

f. Gravure de l'oxyde de silicium

L'oxyde de silicium a une épaisseur de $0.5\mu\text{m}$, la technique utilisée pour le graver est le « buffer HF », c'est une solution liquide d'acide fluorhydrique généralement utilisée en technologie microélectronique pour éliminer l'oxyde natif qui se forme à la surface des plaques en silicium. Lors de cette étape les plaques sont plongées dans un bain d'acide fluorhydrique. L'oxyde va ainsi être éliminé dans les cavités et également en face avant.

Les échantillons obtenus sont de géométries carrées ou rectangulaires et de différentes tailles, ils sont gravés suivant la direction [110]. La figure 7 récapitule les différentes étapes technologiques effectuées pour la fabrication des membranes de test.

Annexe 1. Fabrication des échantillons de test

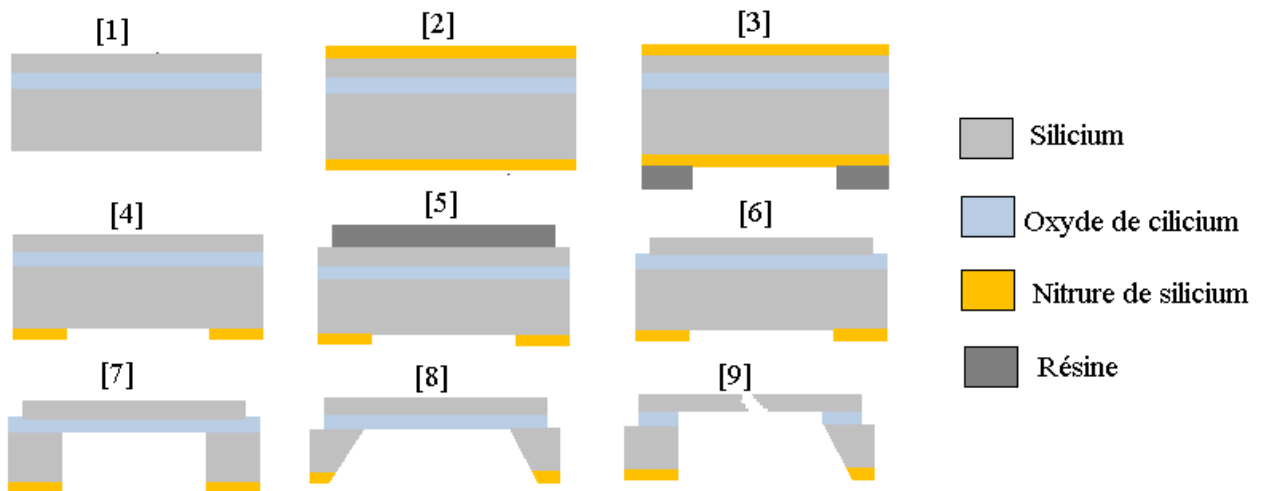


Figure 7. Procédés technologique de fabrication des membranes Si

- [1] plaque SOI
- [2] dépôt de nitrure de silicium par LPCVD 700°C
- [3] dépôt de résine face arrière + photolithographie masque 1
- [4] gravure RIE de SiNx faces avant et arrière
- [5] dépôt de résine face avant + photolithographie masque 2
- [6] gravure RIE silicium face avant
- [7] gravure DRIE silicium face arrière
- [8] gravure KOH silicium face arrière
- [9] buffer HF pour graver l'oxyde et libérer les membranes.

Dans ce procédé, nous avons utilisé deux niveaux de masques, le premier masque sert à structurer les ouvertures en face arrière de la plaque, ces ouvertures servent à faire une gravure profonde du substrat de silicium. Le deuxième masque sert à structurer des marches en face avant et suivant le pourtour des structures de test. Il est indispensable d'effectuer des nettoyages de plaques entre les étapes de façon à éliminer toutes les pollutions et contaminations. En effet, si une plaquette ou un substrat a attendu entre deux étapes majeures, il faut procéder à un dégraissage et un décapage de la surface en éliminant l'ensemble des impuretés ainsi que l'oxyde natif du silicium qui se forme automatiquement s'il n'est pas recouvert d'une couche protectrice.

Annexe 2. Propriétés mécaniques du silicium

Le silicium est un matériau orthotrope, ses propriétés mécaniques dépendent de la direction cristallographique. La relation générale entre les contraintes et les déformations peut être exprimée par la loi de Hooke :

$$\sigma_i = \sum_{j=1}^6 C_{ij} \varepsilon_j \quad \text{et} \quad \varepsilon_i = \sum_{j=1}^6 S_{ij} \sigma_j \quad \text{II-66}$$

C_{ij} sont les coefficients de la matrice de raideur et S_{ij} sont les coefficients de la matrice de compliance.

$$C = \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{vmatrix} \quad S = \begin{vmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{vmatrix}$$

Les coefficients de ces deux matrices sont bien connus dans la littérature et ils ont les valeurs suivantes [47] :

$$\begin{aligned} \text{➤} \quad C_{11} &= 165,64 \text{ GPa} & S_{11} &= 7,6909 \cdot 10^{-12} \text{ Pa}^{-1} \\ \text{➤} \quad C_{12} &= 63,94 \text{ GPa} & S_{12} &= -2,142 \cdot 10^{-12} \text{ Pa}^{-1} \\ \text{➤} \quad C_{44} &= 79,51 \text{ GPa} & S_{44} &= 12,577 \cdot 10^{-12} \text{ Pa}^{-1} \end{aligned}$$

Le Module d'Young et le coefficient de Poisson suivant la direction [100] s'écrivent de la façon suivante :

$$E_{100} = C_{11} - \frac{2C_{12}^2}{C_{11} + C_{12}} \approx 130 \text{ GPa} \quad \text{Eq. 67}$$

Annexe 2. Propriétés mécaniques du silicium

$$\nu_{100} = \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \approx 0.28$$

Eq. 68

Et suivant la direction [110] s'écrivent de la façon suivante :

$$E_{110} = \frac{4C_{44}(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}{2C_{11}C_{44} + (C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} \approx 168 \text{ GPa}$$

Eq. 69

$$\nu_{110} = \frac{2C_{11}C_{14}(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}{2C_{11}C_{14} + (C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} \approx 0.062$$

Eq. 70

Le module de Young et le coefficient de Poisson du silicium peuvent varier en fonction de la direction cristallographique dans un plan donné. Toutefois, $E/(1-\nu)$, communément appelé module bi-axial, reste constant dans le plan (100) [47] et est égal à 180,5 GPa

Annexe 3. Calcul automatique de déflexion de membrane

A partir d'une topographie

Dans le logiciel F3DPilot ou F3DViewer, ouvrir un fichier TPO correspondant à une déflexion de membrane. Sélectionner dans la visualisation une zone contenant la membrane et son pourtour. Cliquer sur le bouton « Mesures » puis sur « Déflexion de membrane » ou « Évolution de déflexion de membrane ».

Le bouton « Déflexion de membrane » permet de calculer la déflexion de la membrane du fichier ouvert par rapport au fichier de référence généralement contenu dans le même dossier.

Le bouton « Évolution de déflexion de membrane » permet de calculer les déflexions de la membrane pour tous les fichiers du dossier par rapport au fichier de référence. Le logiciel utilise le fichier de référence dont le nom se termine par « _Index000.tpo » et qui est placé dans le même dossier.

Procédure automatique

Dans la zone déterminée par l'utilisateur, le logiciel retranscrit la membrane de référence de la membrane défléchie. Il applique un filtre médian 3x3 au résultat. Il calcule ensuite la valeur de la référence de déflexion sur le pourtour de la membrane. Il fait passer par le centre de la membrane une parabole de révolution qui permet de déterminer le point le plus haut (ou le plus bas) de la membrane et de déduire la valeur de la déflexion.

Annexe 3. Calcul automatique de déflexion de membrane

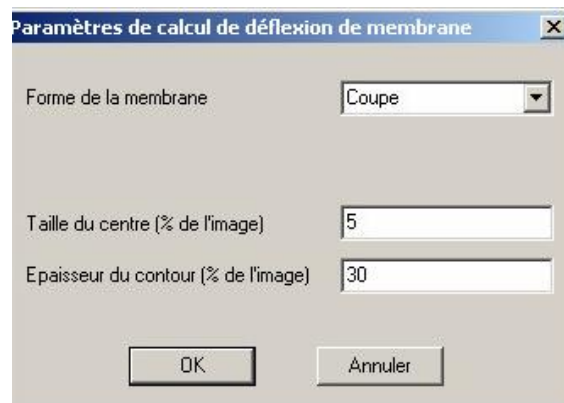


Figure 1. Paramètre de calcul de déflexion de membrane

La fenêtre (Figure 1) invite l'utilisateur à choisir la forme de la membrane : « Rectangle », « Ellipse » ou « Coupe ». Il faut choisir :

- « Rectangle » dans le cas d'une membrane rectangulaire ou carrée complètement contenue dans la visualisation.
- « Ellipse » dans le cas d'une membrane ellipsoïdale ou ronde complètement contenue dans la visualisation.
- « Coupe » dans le cas d'une membrane qui n'est pas complètement contenue dans la visualisation. Dans ce cas, la déflexion de la membrane est supposée avoir lieu selon la direction qui correspond à la plus grande dimension de la sélection.

L'utilisateur doit entrer la taille du centre et l'épaisseur du contour, en pourcentage de la taille de l'image.

Annexe 4. Mode opératoire pour effectuer un test de gonflement

- Monter la membrane à caractériser dans le porte échantillon et serrer
- Construire le circuit pneumatique
- Placer le montage dans le champ de vision du profilomètre.
- Mettre en route la centrale de pression
- Lancer le programme « Labwindows » qui commande le générateur de pression sur l'ordinateur distant (ordinateur lié au générateur de pression)
- Remplir les paramètres de mesure et de précision et initialiser
- Lancer le logiciel « F3D PILOT ». (Ce logiciel doit être obligatoirement lancé après le programme de commande sur l'ordinateur distant pour assurer la liaison série entre les deux machines !!!)
- Définir une zone de l'image qui contient la membrane à mesurer.
- Régler la plage de balayage Z de la mesure en lumière blanche. La plage doit être suffisamment large pour pouvoir mesurer la topographie de référence et la topographie correspondant à la première déflexion de membrane. La plage est ensuite ajustée automatiquement au fur et à mesure de la séquence de mesure.
- Envoyer une consigne de pression (1.1 bar par exemple) pour vérifier l'étanchéité du circuit. (Il faut que le générateur de pression se stabilise à la pression envoyée)
- Définir la gamme de pression souhaitée. Les valeurs doivent être régulièrement espacées, car l'interféromètre interpolera linéairement son déplacement vertical par rapport aux deux mesures précédentes. Et démarrer les mesures.
- A ce moment, l'ordinateur Fogale demande à l'utilisateur de paramétrer la mesure de déflexion de membrane pour l'estimation automatique des hauteurs. Et ensuite, il demande à l'utilisateur de configurer le calcul de déflexion de membrane.
- La mesure est réalisée pour la première topographie, qui est la topographie de référence à partir de laquelle sont calculées les déflexions de membrane.
- L'ordinateur distant envoie une consigne de pression au contrôleur de pression. Une fois la pression est stabilisée il envoie à l'ordinateur Fogale la valeur courante de celle-ci, et donne l'ordre de commencer la première mesure.
- A la fin de la mesure, si elle est correcte, l'ordinateur Fogale informe l'ordinateur distant que la mesure est terminée. L'ordinateur distant peut alors envoyer au contrôleur une nouvelle consigne de pression, et ainsi de suite jusqu'à la dernière valeur de la gamme de pression