AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Nancy-Université
INPL

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
École doctorale Énergie Mécanique MAtériaux
Institut Jean Lamour

THÈSE

Présentée et soutenue publiquement le 05/11/2010
pour l'obtention du grade de Docteur de l'INPL
Discipline : Science et Ingénierie des Matériaux

par

Audrey HEMEL

Propriétés mécaniques de membranes d'épaisseurs nanométriques : construction et mise au point d'un essai de gonflement

Directeur de thèse : Alain Jacques — Directeur de Recherche, ENSMN, Institut Jean Lamour

Composition du jury :

Président du jury :	Olivier THOMAS	Professeur, IM2NP, Marseille
Rapporteurs :	Ludovic THILLY	Maître de conférences, PHYMAT, Université de Poitiers
	Patrick DELOBELLE	Ingénieur de recherche, Femto-St, Besançon
Examinateurs :	Anne PONCHET	Directeur de recherche, CEMES, Toulouse
	Marc LEGROS	Chargé de recherche, CEMES, Toulouse
Membre invité :	Thomas Schenk	Chargé de recherche, ENSMN, Institut Jean Lamour

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'école des mines de Nancy, au sein du département 3 de l'Institut Jean Lamour, dirigé par Sabine Denis.

En premier lieu, je tiens à remercier Mr Ludovic Thilly et Mr Patrick Delobelle de m'avoir fait l'honneur d'être les rapporteurs de cette thèse ainsi que les autres membres du jury qui ont accepté d'examiner ce travail. J'adresse également mes remerciements à Mr Olivier Thomas d'avoir accepté de présider le jury de thèse.

Je tiens à remercier, mon directeur de thèse Mr Alain Jacques, "chef", qui a dirigé cette thèse dans la continuité de mon stage de Master. Tout au long de ces trois années, il a su me laisser la liberté nécessaire à l'accomplissement de mes travaux, tout en y gardant un œil critique et avisé. Je tiens également à le remercier pour la confiance et la sympathie qu'il m'a témoignées au cours de ces quatre années de thèse. Merci également à Mr Thomas Schenk, ("co-chef"), pour son aide précieuse et indispensable d'un point de vue technique et scientifique et dont les remarques m'ont souvent ouvert l'esprit.

Ces remerciements seraient incomplets si je n'en adressais pas à:

- l'ensemble de l'atelier mécanique pour avoir mis à notre disposition leur savoir faire,
- Sylvie Migot et Christine Gendarme pour m'avoir formée en microscopie électronique,
- François Montaigne, Gwladys Lengaigne ainsi qu'à la plateforme Femto-st de Besançon pour m'avoir aidé dans la conception d'échantillons,
- Pascal Boulet pour les analyses de contrainte et de texture.
- Olivier Ferry pour son aide technique sur la conception de l'essai.
- Chritian Peigney pour le design de l'essai.

Un grand merci à "M'sieur Martin" pour m'avoir sponsorisé en café depuis mon DEA. Mais également pour son aide sur le plan technique qui m'a sauvée plus d'une fois.

Je tiens à remercier les amis thésards ou non, ainsi que toute l'équipe 304 du département SI2M : Nounou pour son rire très communicatif ; Olivier G. pour ses calembours ; Marco

pour nos contentieux répétitifs ; mes colocataires (passé et présent) de bureau qui ont dû supporter mes humeurs.

Salima, Maryline, Marie-Hélène, Céline et Delphine pour leur soutien dans les moments difficiles. Je ne peux m'arrêter sans citer Halima ("copine") qui a partagé mon bureau pendant 2 ans avant de m'abandonner pour devenir une femme bien, merci pour tes conseils et ton soutien pendant ces 4 années. Et enfin Cédrick pour ses encouragements, son soutien et sa compréhension.

Mes remerciements vont aussi à tous ceux qui, à un croisement de couloir, m'ont pausée cette question : "Alors quand est-ce que tu soutiens ta thèse ?". Ils m'ont permis de ne jamais oublier mon objectif (et sont responsables de quelques nuits blanches).

Je remercie également ceux dont le nom n'apparaît pas dans cette page mais qui ont à un moment donné participé à ce travail, ils se reconnaîtront.

Ces remerciements ne peuvent s'achever, sans une pensée pour mes correcteurs d'orthographe, André Mézin et Sylviane Tranchant.

Et finalement j’adresse un grand merci à toute la famille Chardin et Zani qui ont toujours été présents et qui ont assuré un soutien affectif.

Table des matières

Introduction générale **11**
Chapitre I. Films minces : de la croissance aux propriétés mécaniques **15**
I.1. Microstructure **15**
I.1.1. Croissance des films minces 15
I.1.2. Film monocristallin 16
I.1.3. Film polycristallin 17
I.1.3.1. Morphologie 17
I.1.3.2. Taille de grain 19
I.1.3.3. Texture 21
I.2. Contraintes résiduelles **21**
I.2.1. Contraintes thermiques 23
I.2.2. Contraintes d'épitaxie 23
I.2.3. Contrainte intrinsèque 24
I.3. Propriétés élastiques **25**
I.3.1. Tension de polarisation et stœchiométrie 26
I.3.2. Influence de la texture 27
I.4. Propriétés plastiques **27**
I.4.1. Les limites géométriques 28
I.4.1.1. Forces images 28
I.4.1.2. Sources de dislocations 28
I.4.1.3. Propagation et interaction entre dislocations 32
I.4.2. Les limites microstructurales 33
I.4.1.4. Glissement aux joints de grains et diffusion 35
I.5. Caractérisation mécanique **36**
I.5.1. Essais sur des films déposés sur un substrat 36
I.5.1.1. Nanoindentation 36
I.5.1.2. La courbure du substrat 38
I.5.1.3. Microscopie in situ 39
I.5.1.4. Test d'adhérence 41
I.5.2. Essais sur des films minces autosupportés 42
I.5.2.1. Micro-essai de traction 42
I.5.2.2. Microflexion 44
I.5.2.3. Bulge test 45

I.5.2.4. Blister test 46
I.5.3. Comparaison des essais 46
I.6. Conclusion 47
Chapitre II . Techniques expérimentales 49
II.1. L'essai de gonflement : principe général 49
II.2. Fabrication des membranes 50
II.2.1. Description générale 50
II.2.2. Détails et contraintes du procédé d'élaboration des membranes 52
II.2.2.1. Le substrat 52
II.2.2.2. Clivage 52
II.2.2.3. Masquage 52
II.2.2.4. Lithographie UV 54
II.2.2.5. Dépôt Physique en phase Vapeur 56
II.2.2.6. Micro-usinage de la membrane 58
II.2.2.7. Défauts des films déposés après gravure 64
II.2.3. Caractérisation microstructurale 66
II.2.3.1. Microscope optique 66
II.2.3.2. Diffraction des rayons X 66
II.2.3.3. Microscopie électronique 69
II.3. Dispositif expérimental de l'essai de gonflement 73
II.3.1. Fixation de l'échantillon 76
II.3.3. Système de mise sous pression 77
II.3.4. Système de chauffage et refroidissement 78
II.3.5. Acquisition et commande 80
II.3.6. Interférométrie 81
II.3.6.1. Interférométrie de Milchelson 81
II.3.6.2. Interférométrie 1D 81
II.3.6.3. Interféromètre de *Twyman green* 83
II.3.7. Bâti 87
II.3.8. Vibrations 88
II.3.9. Choix des matériaux étudiés 88
II.3.10. Procédure expérimentale 89
II.3.11. Traitement des données 91
II.3.12. Incertitude de mesures 94

II.4. Conclusion **95**
Chapitre III. Caractérisation des films – Interféromètre 1D **97**
III.1. Test du montage **97**
III.1.1. Reproductibilité de l'expérience 98
III.1.2. Courbe charge-décharge 98
III.1.3. Fiabilité des mesures 99
III.2. Matériaux fragiles **100**
III.2.1. Nitrure de silicium 100
III.2.1.1. Géométrie et microstructure des échantillons 100
III.2.1.2. Courbe $p/h = f(h^2)$ 102
III.2.1.3. Influence et mesure des contraintes internes 103
III.2.1.4. Module d'Young 105
III.2.2. Silicium 106
III.2.3. Discussion 107
III.2.3.1. Analyse des résultats- Contrainte résiduelle 107
III.2.3.2. Analyse des résultats - Module d'Young 108
III.2.3.3. Limitations de l'essai de gonflement 109
III.3. Films minces d'or **110**
III.3.1. Déroulement des essais 110
III.3.2. Caractérisation mécanique 111
III.3.2.1. Courbe contrainte - déformation 111
III.3.2.2. Courbe contrainte-déformation plastique 113
III.3.3. Caractérisation microstructurale 115
III.3.3.1. Taille de grains 115
III.3.3.2 Texture 117
III.3.3.3. Contrainte interne 122
III.3.4. Discussion 123
III.3.4.1. Courbe contrainte - déformation. 123
III.3.4.2. Module d'Young 124
III.3.4.3. Limite d'élasticité. 125
III.3.4.4.Rupture 126
Chapitre IV : Interférométrie 3D **129**
IV.1. Description du dispositif **131**
IV.1.1. Formation de l'image 133
IV.1.1.1. Construction géométrique de l'image 133

IV.1.1.2. Grandissement 134
IV.1.2. Diaphragme 136
IV.1.3. Position de la caméra 138
IV.1.4. Image d'un miroir plan par le système optique 139
IV.2. Cas d'une membrane déformée 144
IV.2.1. Construction de l'image du foyer par une membrane déformée 144
IV.2.2. Construction de la surface orthotomique 147
IV.2.2.1. Forme de la surface 147
IV.2.2.2. Image sur la surface de droites de la membrane 149
IV.2.2.3. Bord de la surface orthotomique 151
IV.2.2.4. Aire dX*dY 153
IV.2.2.5. Comportement de Z au bord de la surface orthotomique 154
IV.2.2.6. Inversion (x, y, z) = f^{-1}(X, Y, Z) 156
IV.2.3. Visibilité de l'image 157
l'image seront tels que $\theta < \alpha$. 157
IV.3. Calcul de la phase 161
IV.3.1. Faisceau réfléchi par l'échantillon 162
IV.3.2. Faisceau de référence 164
IV.4. Effet de la taille finie de l'image et des pixels 166
IV.4.1. Ecart à la mise au point 167
IV.4.2. Taille finie des pixels 168
IV.4.3. Amplitude du faisceau de référence 170
IV.4.4. Amplitude du faisceau de mesure 172
IV.5- Intensité du signal et traitement des données 172
V.5.1. Intensité du signal 172
V.5.2. Traitement des données 173
IV.6. Conclusion 174
Annexe 1 : Aspect théorique de l'essai de gonflement. 181
Annexe 2 : Utilisation des séries de Fourier 192
Annexe 3 : Plan du banc d'essai de gonflement 197
Annexe 4 : Equation de la caustique 198
Annexe 5 : Calcul du chemin optique 199
Bibliographie 203

Introduction générale

Les films minces présentent actuellement un grand intérêt aussi bien d'un point de vue expérimental (développement de micro- et nano-technologie) que fondamental (propriétés mécaniques, mécanismes de déformation…)

Ces matériaux à deux dimensions, compte tenu de leur faible épaisseur, présentent des propriétés d'emploi intéressantes, qui diffèrent de celles de l'état massif. On citera à titre d'exemple l'augmentation de la dureté ou de la limite d'élasticité à 0.2 %. Ces couches subissent fréquemment de fortes contraintes internes qui affectent leur fonctionnalité, puisqu'elles favorisent l'endommagement du film (décollement, cloquage, fissuration, ….).

La prévision des propriétés mécaniques des films minces en relation avec leurs propriétés est donc d'un grand intérêt pour d'éventuelles applications. Elle pose par ailleurs d'intéressants problèmes fondamentaux: les études menées dans ce domaine ont en effet montré que les lois physiques établies sur les matériaux massifs ne peuvent pas être extrapolées sans risque à l'échelle submicrométrique (loi de Hall - Petch) : des effets négligeables (ou négligés) à grande échelle peuvent devenir prépondérants. Par exemple, dans le cas le plus simple d'un film monocristallin, l'effet de taille dû à la géométrie et à la microstructure vont influencer la nucléation, la propagation, la multiplication et l'annihilation mutuelle des dislocations, tout autant que leur interaction qui sera écrantée à longue distance par des forces images. D'autres mécanismes de déformation pourront prendre le relais: la diffusion aux joints de grains pourra ainsi jouer un rôle important dans le cas de films nanocristallins.

Dans un domaine de recherche en développement, la première difficulté réside dans l'accès à des données expérimentales fiables, précises, et reproductibles: ici une courbe contrainte – déformation en fonction des conditions de mise en charge (vitesse, température, temps ...) et ce pour une microstructure donnée. Dans ce but, plusieurs essais mécaniques adaptés au matériau massif ont été développés pour étudier le comportement des films minces (nanoindentation, micro-traction...). D'autres sont plus spécifiques, dont l'essai de gonflement qui fait l'objet de ce travail de thèse.

La méthode utilisée est ici la déformation d'une membrane non supportée en lui appliquant une différence de pression entre ses faces. Cette membrane est préparée à partir d'un dépôt sur un substrat de silicium en découpant une fenêtre dans celui-ci. Les courbes contrainte - déformation du film sont déterminées à partir des mesures de pression appliquée et de déflexion de la membrane. Cette méthode permet de caractériser le comportement élastique et plastique, les contraintes mécaniques ou encore par extension (Blister test) l'adhérence des films.

Le but du présent travail est la mise au point d'un système complet d'essai de gonflement susceptible de fonctionner à haute température (900°C), et ceci dans ses différents aspects: construction du montage, préparation (tout sauf triviale) des échantillons, technique de mesure de la déformation, procédure expérimentale, et enfin développement des outils nécessaires à l'interprétation des résultats. Dans ce cadre, le point le plus difficile s'est révélé être la mise au point d'une technique de mesure de la déflection d'une membrane qui soit précise, mais ne perturbe pas le comportement de l'objet à étudier. Ce point, préoccupant dans le cas d'un film sans contrainte initiale, devient crucial pour une membrane en compression, qui va flamber dès qu'elle sera libérée de son substrat. Deux méthodes sont ici confrontées :

- capteur de déplacement ponctuel : une tige de carbone sur laquelle on a collé un miroir est posée sur la membrane. Son déplacement est mesuré par un capteur interférométrique utilisant un faisceau laser réfléchi par le miroir.
- interféromètre 2D de type Twyman-Green qui permet de mesurer sans pièce intermédiaire, le déplacement en tous points de la membrane. L'originalité du travail est ici l'utilisation d'une référence sphérique (au lieu d'un plan), permettant de mesurer des membranes fortement défléchies.

Les résultats de ces travaux réalisés à l'Institut Jean Lamour sont ainsi présentés dans ce mémoire :

Le premier chapitre propose une vue d'ensemble sur les revêtements de la croissance à la caractérisation mécanique. Les différents problèmes rencontrés à cette échelles sont exposés (contraintes internes, effet de taille, mécanisme de déformation…) et les essais mécaniques les plus utilisés sont décrit.

Le deuxième chapitre est consacré à la mise en place de l'essai de gonflement. Elle détaille la préparation des échantillons par gravure chimique et physique, les problèmes rencontrés, ainsi que les différentes méthodes de caractérisation microstructurales utilisées. Des solutions et améliorations futures de la technique de fabrication des éprouvettes et l'essai mécanique lui-même sont également proposées.

La troisième partie présente les premiers résultats obtenus sur différents échantillons avec un capteur ponctuel. La fiabilité et la reproductibilité des l'essai sont abordés en étudiant des membranes de nitrure de silicium et de silicium. Les mesures des propriétés sur des membranes d'or ont permis de montrer l'influence de la microstructure de celles ci sur les propriétés, mais également les limites des capteurs ponctuels concernant les membranes en compression.

Le chapitre quatre porte sur la mesure de la déflection des membranes par interférométrie 2D. Après une description du système optique, une méthode approximative mais rapide, et une méthode de calcul complète du profil en trois dimensions sont proposées. Les profils simulés à partir des interférogrammes enregistrés sont ensuite comparés aux résultats précédents.

En conclusion, les remarques sur le présent travail ainsi que les perspectives seront faites.

Chapitre I. Films minces : de la croissance aux propriétés mécaniques

Ce chapitre bibliographique présente de manière succincte le lien élaboration-microstructure-propriétés. On abordera successivement le lien entre élaboration et microstructure, l'origine des contraintes résiduelles puis des propriétés élastiques et enfin le comportement plastique et les méthodes utilisées pour le caractériser.

I.1. Microstructure

I.1.1. Croissance des films minces

Il existe trois modes de croissance (fig.I.1) qui peuvent s'expliquer en termes d'énergie de surface par le critère de Bauer **[I.1]** :

- Croissance 2D où le matériau se dépose couche par couche (Frank Van der Merwe) **[I.2]**. Ce type de dépôt a lieu lorsque l'énergie de surface du substrat γ_s est supérieure à la somme de l'énergie de surface du film γ_f et de l'interface film/substrat $\gamma_{f/s}$:

$$\gamma_s > \gamma_f + \gamma_{f/s}$$

- Croissance 3D où le matériau se dépose par nucléation d'îlots qui progressivement vont coalescer (Volmer-Weber) **[I.3]**.

$$\gamma_s < \gamma_f + \gamma_{f/s}$$

- Croissance 2D puis 3D où le matériau se dépose d'abord par couches puis par îlots (Stranski-Krastanov) **[I.4]**. On a une croissance initiale du type Frank Van der Merwe. La tendance est ensuite inversée une fois que les premières couches sont déposées sur le substrat avec une croissance du type Volmer-Weber.

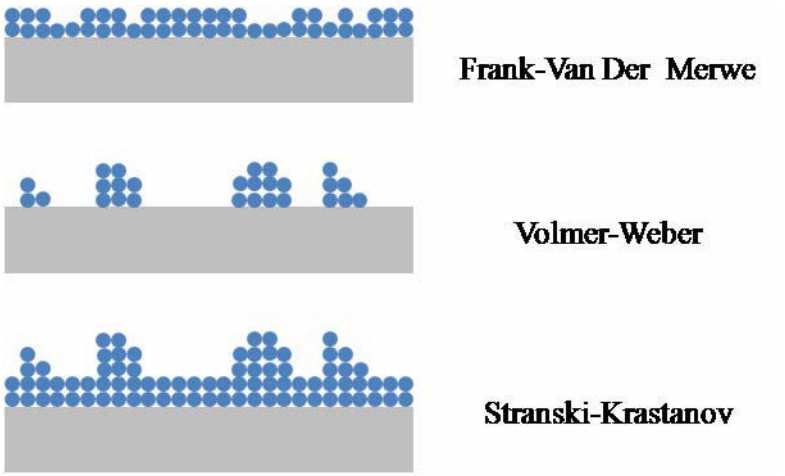


Figure I. 1. Les différents modes de croissance des films minces.

Deux facteurs importants sont à considérer pendant le dépôt du revêtement **[I.5]** :

- Le flux de matière et la vitesse de croissance,
- Le rapport entre la température du substrat et la température de fusion du matériau déposé.

Ces critères vont déterminer le mode de croissance (décrit ci-dessus) mais également la structure finale du film (monocristallin, polycristallin ou amorphe).

I.1.2. Film monocristallin

Au cours de la croissance d'un film monocristallin sur un substrat, l'interface entre les deux phases peut être continue si leurs paramètres de maille sont proches. On parle dans ce cas croissance épitaxiale : le film est parfaitement cohérent avec le substrat. Les deux matériaux ne présentent aucune discontinuité au niveau de leur réseau cristallin. On distingue deux cas :

- lorsque le film croît sur un substrat de même structure cristallographique avec des paramètres réticulaires proches. Les atomes arrivant sur la surface subissent le potentiel du substrat et ont tendance à adopter la même configuration. Le film et le substrat sont en épitaxie. On distingue l'homoépitaxie lorsque le film et le substrat sont issus du même matériau, de l'hétéroépitaxie lorsqu'ils sont issus de deux matériaux différents.
- dans le cas où les deux structures sont différentes, il peut y avoir épitaxie, s'il y a coïncidence exacte ou approchée entre les deux réseaux dans le plan d'interface,

par exemple entre les plans (001) d'une structure c.c et les plans (001) d'une structure c.f.c (fig.I.2). Il y a alors une relation d'épitaxie entre ces deux plans. C'est le cas d'un dépôt de fer sur de l'or où le paramètre de maille a_{Fe} est très voisin de $\frac{\sqrt{2}}{2}a_{au}$ qui correspond à la demi diagonale du plan (001) dans une structure c.f.c.

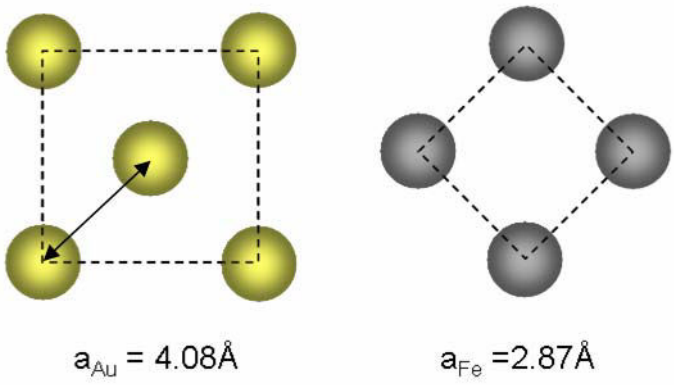


Figure I. 2. Exemple d'un cas d'épitaxie entre les plans (001) du fer (c.c) avec un paramètre de maille de 2,87Å et les plans (001) de l'or (c.f.c) avec un paramètre de maille de 4,08 Å et une demi diagonale de 2,88Å.

I.1.3. Film polycristallin

Les films polycristallins sont communément caractérisés par la morphologie des grains, leur taille ainsi que leur orientation (texture). Dans les paragraphes suivant ces trois points seront détaillés.

I.1.3.1. Morphologie

D'après Movchan et Demchishin **[I.6]**, et Thronton **[I.7]**, quatre morphologies de grains sont observées dans le cas des films polycristallins. Elles dépendent fortement de la température du substrat pendant le dépôt **[I.8]** :

- Zone 1 : lorsque la température du substrat T_s est inférieure à 0.2 fois la température de fusion T_f du film. La structure est fine avec de nombreuses porosités aux joints de grains expliquées par la faible diffusivité de surface des atomes dans ces conditions de température.

➢ Zone de transition : caractérisée par des joints de grains denses et une forte densité de dislocations.

➢ Zone 2 : la croissance des grains se fait suivant un axe principal, perpendiculaire à la surface du substrat (grains colonnaires). Cette microstructure est obtenue lorsque la température du substrat T_s est comprise entre 0.3 et 0.5 fois T_f. A ce stade la diffusion en surface est activée. En général la hauteur des grains mesurée est inférieure à l'épaisseur du film.

➢ Zone 3 : la croissance se fait selon plusieurs axes principaux à vitesse quasi égale (les grains sont équiaxes). Cette microstructure s'obtient à haute température lorsque $T_s > 0.5\ T_f$. La croissance des grains est due à l'activation de la diffusion volumique ou à la recristallisation. Leur diamètre final peut dépasser l'épaisseur du film.

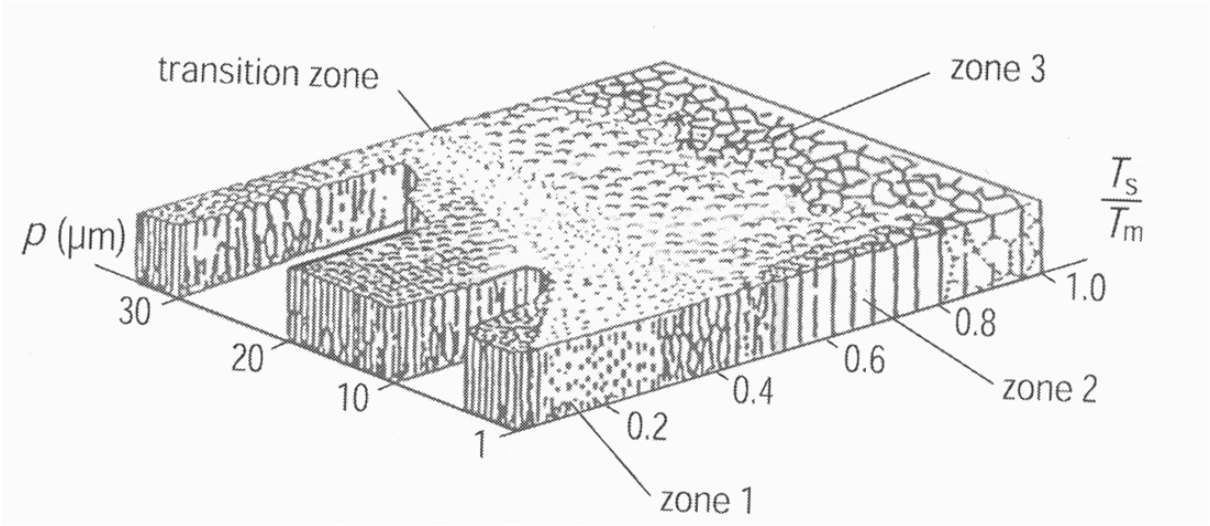


Figure I. 3. Evolution de la microstructure dans un film polycristallin en fonction de la température du substrat et de la pression d'Argon suivant le modèle de Thornton. **[I.8]**

Dans la plupart des cas, les films minces polycristallins ont une croissance colonnaire. La figure I.4 présente un dépôt de TiN observé en coupe transversale par microscopie électronique à balayage. Le film de TiN a été déposé par PVD (*Physical Vapor Deposition*) sur un substrat de silicium recouvert d'un film de nitrure de silicium. Plusieurs revêtements ont été réalisés pour des températures de substrat allant jusqu'à 600°C. Les observations ont montré une microstructure en accord avec le modèle précédemment décrit (correspondant à la

zone 1 et à la zone T). La micrographie suivante est un exemple tirée de ces résultats **[I.9, I.10].**

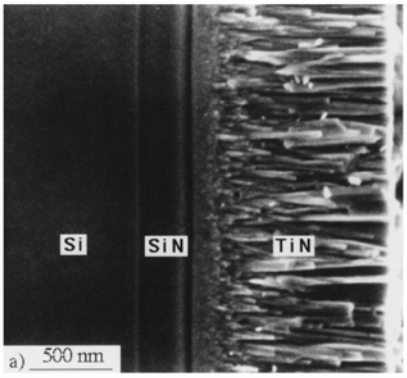


Figure I.4. Image MEB d'une couche de TiN déposée par PVD sur un substrat de silicium revêtu d'une couche de nitrure de silicium (SiN). Les grains colonnaires formés ont une longueur comprise entre 500-800 nm et une largeur comprise entre 30-60 nm **[I.9, I.10]**.

La figure ci dessus montre bien la morphologie colonnaire du revêtement. Cependant cette structure apparaît graduellement. On peut remarquer au niveau de l'interface de SiN une structure fine du dépôt de TiN. Celle-ci devient de plus en plus grossière, avec la formation de grains allongés croissant perpendiculairement à la surface du substrat. Ces observations peuvent être interprétées de la manière suivante :

Dans un premier temps, de nombreux grains de petites tailles ont germé à la surface, un processus de sélection agit ensuite favorisant la croissance de certains grains suivant une orientation préférentielle aux dépens de celle des autres, aboutissant à la formation d'une texture.

I.1.3.2. Taille de grain

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que la morphologie des grains dépendait des paramètres de dépôt. Il en va de même pour la taille moyenne des grains. Lorsqu'un film est déposé sur un substrat, celle-ci peut varier de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres. Cette caractéristique dépend de :

- la méthode et des paramètres de dépôt utilisés (température et tension de polarisation du substrat),
- l'épaisseur du film,
- la température d'un éventuel recuit.

La figure I.5 montre la morphologie de deux films minces de TiN polycristallins déposés par pulvérisation cathodique pour différentes conditions de dépôt **[I.10]**. Ils présentent tous deux une microstructure colonnaire, cependant on peut remarquer que les grains ont une géométrie différente. Alors que la figure I.5.c) montre une structure compacte à grain fin, la figure I.5.d) montre des grains plus gros, qui présentent des porosités entre les colonnes.

Les paramètres de dépôt (ici la tension de polarisation du substrat) jouent un rôle important sur la microstructure des films, ce qui peut entrainer des modifications dans le comportement mécanique de ces matériaux. Ce cas sera traité plus loin dans le paragraphe *I.3.1*.

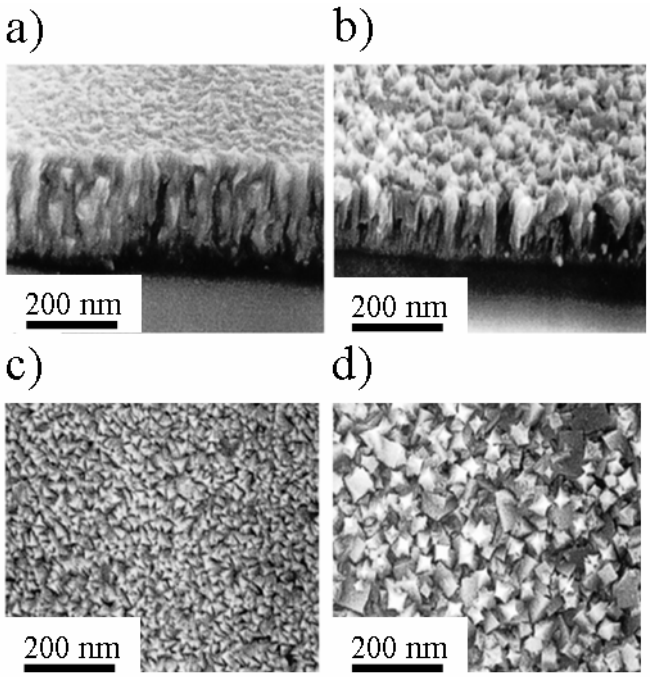


Figure I.5. Morphologie de deux revêtements de TiN déposés à T = 250°C par pulvérisation cathodique en vue transverse (a et b) et plane (c et d), (a et c) : tension de polarisation à -32 *V*, (b et d) : tension de polarisation à -23 V **[I.10]**.

Après dépôt, il est courant d'effectuer un recuit pour relaxer les contraintes ou homogénéiser la microstructure. Pendant cette étape, la microstructure évolue d'un état métastable vers un état stable plus rapidement grâce à la température qui permet d'augmenter la mobilité des atomes. Le recuit peut également engendrer un changement de texture. Ce cas sera traité dans le paragraphe suivant.

I.1.3.3. Texture

L'orientation des grains dans un revêtement n'est pas aléatoire. On retrouve fréquemment les plans les plus denses parallèles à la surface du film. Cette texture est influencée par l'anisotropie de l'énergie d'interface et de l'énergie de déformation élastique. Ces plans dépendent de la structure cristalline du matériau et influencent ses propriétés. Ainsi dans le cas des matériaux ayant une structure c.f.c, l'énergie d'interface est minimisée en favorisant la croissance des grains orientés suivant la direction <111> perpendiculaires à la surface du substrat. En revanche, un recuit entraine un changement de texture, évoluant vers une orientation <100> **[I.11]** qui permet de minimiser l'énergie de déformation élastique (lorsque $E_{<111>} > E_{<100>}$).

I.2. Flambage et contraintes résiduelles

Lorsqu'un film est déposé sur un substrat, des contraintes peuvent se développer au sein du revêtement. Le tableau suivant répertorie quelques valeurs de contraintes résiduelles mesurées dans les films minces après dépôt pour des systèmes film/substrat différents.

Auteurs	**Matériaux**	**Méthode de dépôt**	**σ_{res} (MPa)**	**Méthode de mesure**
S. Basrour *et al* **[I.14]**	Ni sur Si	Dépôt électrolytique	700	Essai de gonflement
OR. Shojaei *et al* **[I.9, I.10]**	TiN sur Si	Pulvérisation cathodique	225	Essai de gonflement
Y. Xiang, X.et al **[I.15]**	Cu sur Si	Dépôt électrolytique	100	Essai de gonflement
M. Dietiker *et al* **[I.16]**	Au sur NaCl	Pulvérisation magnétron	-390	Nanoindentation
C. Coupeau *et al* **[I.17]**	Au sur Si	Pulvérisation	-500	Diffraction des rayons X

Tableau I.1. Exemples de contraintes résiduelles.

L'amplitude des valeurs est plus ou moins importante suivant la technique de dépôt ou les matériaux utilisés mais elle peut parfois atteindre quelques GPa et ainsi provoquer le décollement, le flambage (fig.I.6) ou encore la rupture du film **[I.12]**.

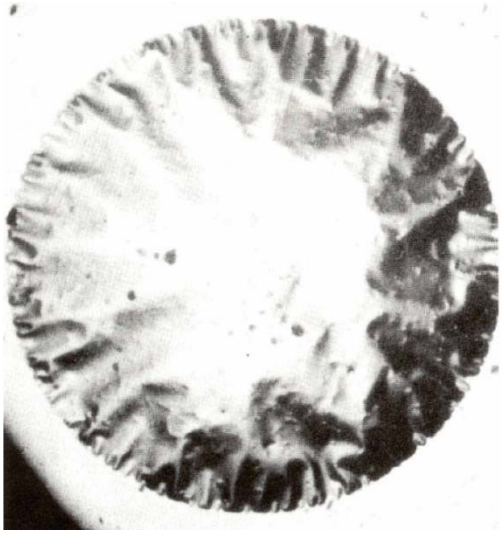


Figure I.6. Flambage d'une membrane circulaire sous contrainte résiduelle de compression. (BEAMS 1959) **[I.13]**

Le décollement des films déposés sur un substrat soumis à une contrainte de compression ont été largement étudiés. C'est pourquoi il est actuellement possible de remonter aux propriétés mécaniques à partir de la géométrie du décollement. Néanmoins dans certain cas, la structure est trop complexe pour permettre de les mesurer, et nécessite donc une étude plus poussé.

Le flambage ou le décollement d'un échantillon sont dus à la compétition entre deux effets :

- La présence de contraintes internes de compression qui provoquent un déplacement hors plan du film.
- La rigidité à la flexion (dans le cas de la figure I.13, elle se situe aux bords de l'échantillon) qui force le film à rester plat.

Dans ce paragraphe, nous aborderons uniquement le problème des contraintes résiduelles ainsi que les différentes catégories de contraintes :

- les contraintes thermiques,
- les contraintes d'épitaxie,
- les contraintes intrinsèques.

I.2.1. Contraintes thermiques

L'une des principales sources de contrainte dans le film et la différence de dilatation entre le film et le substrat lorsque le dépôt est refroidi depuis la température d'élaboration jusqu'à l'ambiante.

En supposant que l'échantillon se déforme élastiquement, dans le cas d'un substrat infiniment épais la déformation ε_T et la contrainte thermique σ_T s'exprime de la manière suivante :

$$\varepsilon_T = \int_{Ti}^{T_f} \Delta\alpha dT \cong (\Delta\alpha)(\Delta T)$$

$$\sigma_T = Y\varepsilon_T = Y(\Delta\alpha)(\Delta T) \qquad \text{(I.1)}$$

Avec Y le module biaxial, $\Delta\alpha$ la différence entre les coefficients de dilatation film-substrat, T_i la température pour laquelle $\sigma_T = 0$, T_f la température finale, et ΔT la différence entre ces deux températures.

Par exemple, pour un revêtement d'or sur silicium, $\Delta\alpha = 1.5.10^{-5}$ K^{-1}. Pour une différence de température ΔT de 100°C, la déformation ε_T est de 0.12% ce qui correspond à une contrainte σ_T de 217 MPa pour des grains (111) ($Y_{(111)}$ = 189 GPa **[I.18]**).

I.2.2. Contraintes d'épitaxie

A température donnée, le film est son substrat peuvent présenter un désaccord paramétrique f défini par (I.2) :

$$f = \frac{a_f - a_s}{\frac{a_f + a_s}{2}} \qquad \text{(I.2)}$$

Avec, a_s le paramètre cristallin du substrat et a_f le paramètre cristallin d'un film libre de même composition.

Pour accommoder ce désaccord, le film est obligé de se déformer uniformément. Il peut être « forcé » à se comprimer ou à s'étirer (fig.I.7) pour avoir le même paramètre cristallin que le substrat. La déformation élastique ε_E nécessaire pour que a_f atteigne la valeur a_s provoque une contrainte résiduelle biaxiale σ_E dans le film.

$$\sigma_E = Y\varepsilon_E \approx Y\frac{a_s - a_f}{a_f} \qquad \text{(I.3)}$$

Cette contrainte résiduelle peut être relaxée par la déformation plastique du revêtement. Cependant, cette déformation ne peut avoir lieu que dans certaines conditions. En effet, il faut que l'énergie gagnée en relaxant la structure compense l'énergie de formation d'une dislocation d'interface.

Ainsi il existe une épaisseur critique noté h_c à partir de laquelle, l'énergie du film est minimale lorsqu'il y a formation de dislocations d'interfaces. En revanche en dessous de cette valeur, le film épitaxié sur le substrat sans dislocation est plus stable. Le calcul de h_c est traité dans le paragraphe *I.4.1.2*.

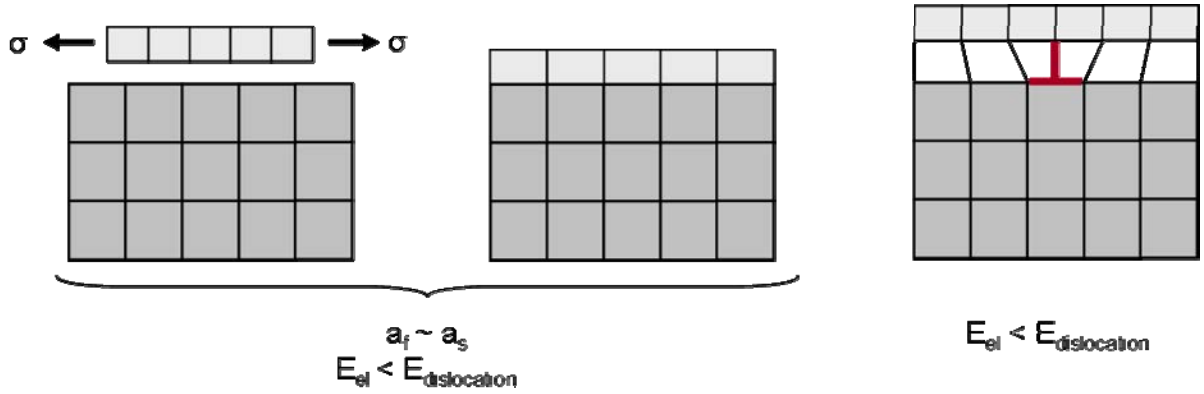


Figure I.7. Épitaxie entre le film et le substrat, au milieu : Film cohérent avec le substrat, à droite : formation de dislocations permettant de relaxer la contrainte présente dans le film.

I.2.3. Contrainte intrinsèque

On appelle contrainte intrinsèque une contrainte qui n'est ni d'origine thermique ni d'épitaxie. Elle apparait pendant la croissance du film, lorsqu'il est déposé hors équilibre et dépend de la méthode ainsi que des paramètres de dépôt.

Pour comprendre son origine il faut revenir au premier stade de la croissance du film. Elle commence tout d'abord par la nucléation d'agrégats à la surface du substrat. Ces îlots vont ensuite croître pour coalescer. A partir de cette étape, on distingue deux types de comportement qui dépendent des propriétés du matériau (fig.I.8) **[I.19]** :

- Type I : il concerne les matériaux à faible diffusion de surface (la mobilité des atomes est faible comme dans le cas des céramiques par exemple). Ils développent de fortes contraintes de traction ou de compression pendant le dépôt. La présence de contrainte de traction dans les films s'explique de la manière suivante : pendant la coalescence des grains, deux grains voisins vont se déformer élastiquement

pour remplacer deux interfaces matériaux- air par un seul joint de grains. Le joint de grains ainsi formés ne peut plus migrer et les contraintes présentes initialement dans les agrégats ne peuvent pas être relaxées à cause de la faible mobilité des atomes. Ceci provoque de fortes contraintes mécaniques pouvant varier d'un grain à l'autre.

- Type II : Les matériaux à fort coefficient de diffusion. Dans ce cas les contraintes sont relaxées pendant et après coalescence des grains.

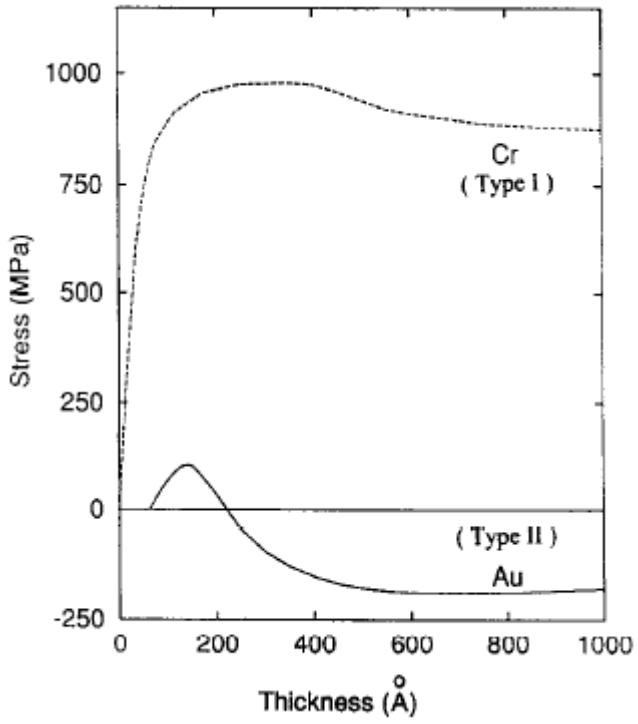


Figure I.8. Évolution de la contrainte dans un film de chrome (type I) et un film de d'or (type II) en fonction de l'épaisseur **[I.19]**.

I.3. Propriétés élastiques

Dans le cas des matériaux massifs, les propriétés élastiques dépendent du type et de la densité des liaisons atomiques, et non de la microstructure, si celle–ci est isotrope et homogène. Dans le cas des couches minces, les paramètres de dépôt jouent un rôle important sur :

- la stœchiométrie,
- la densité,
- la texture,

Ils affectent le module d'Young apparent à cause de l'anisotropie des propriétés mécaniques.

I.3.1. Tension de polarisation et stœchiométrie

Shojaei et Karimi **[I.9, I.10]** ont mesuré par indentation et essai de gonflement le module d'Young d'un film de TiN en fonction des paramètres de dépôt. Le revêtement a été déposé par PVD sur un substrat de silicium (100) recouvert d'une couche de SiN. Les auteurs ont mesuré le module d'Young *E* en fonction de la tension de polarisation du substrat (fig.I.9.a) et du rapport des concentrations d'azote et de titane pendant le dépôt (fig.I.9.b). Les observations sont les suivantes :

- La stœchiométrie de la couche de TiN (fig.I.9.b)) influence le module d'élasticité. On constate que le module d'Young augmente avec le rapport [N] / [Ti]. Pour un rapport de 1.3, la chute brutale de *E* est attribuée à la formation de microfissures causée par une contrainte interne de traction trop importante.
- La tension de polarisation du substrat (fig.I.9.a) influence le module d'Young en modifiant la morphologie du revêtement (fig.I.9.c) pendant sa croissance. Les observations ont montré que plus la tension appliquée est négative, plus le film est dense ce qui entraine une augmentation de la valeur du module d'Young.

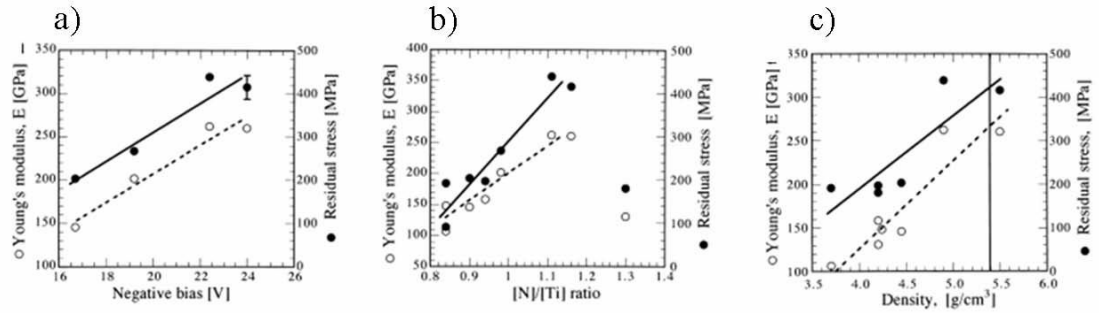


Figure I.9. Variation du module d'Young (cercle blanc) et de la contrainte résiduelle (cercle noir) dans une couche mince de TiN déposée par LPCVD (*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*) sur un substrat de silicium recouvert d'une couche de Si_3N_4 en fonction : a) de la tension de polarisation du substrat, b) du rapport des concentrations d'azote et de titane (au centre) ; c) de la densité (à droite) **[I.9, I.10]**.

I.3.2. Influence de la texture

La texture influence les propriétés élastiques du revêtement à cause de l'anisotropie de celle-ci **[I.18, I.20, I.21]**.

Des essais mécaniques de gonflement **[I.18]** ont été effectués sur plusieurs films minces métalliques polycristallins de structure c.f.c (Au, Al) ayant une texture <111> fortement marquée, normale à la surface du substrat. Le module de déformation plane M $\left(M = \frac{E}{1-\nu^2} \right)$ a été mesuré à partir des courbes contrainte - déformation. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau suivant :

Matériau	Epaisseur (µm)	$M_{(111)}$ théorique (GPa)	M expérimental (GPa)	M_{massif} (GPa)
Or	1	123	105 +/- 5	85
Aluminium	1	83	76.4 +/- 0.7	76

Tableau I.2. Valeurs du module de déformation plane *M* mesurées par essai de gonflement sur des revêtements d'or et d'aluminium **[I.18]**.

Dans le cas de l'or, la valeur expérimentale de *M* est comprise entre le module $M_{(111)}$ théorique pour des plans (111) et la valeur M_{massif} pour un polycristal ce qui s'explique par la présence d'une texture <111> fortement marquée.

Pour l'aluminium, les valeurs expérimentales sont moins influencées par la texture du film puisque l'anisotropie des propriétés élastiques est moins marquée pour ce matériau.

Il est donc important de considérer la texture des films minces ainsi que l'anisotropie des propriétés pour comprendre le comportement élastique des films minces.

I.4. Propriétés plastiques

Les mesures de propriétés plastiques sur couches minces ont montré un comportement mécanique différent de celui des matériaux massifs et un effet de l'épaisseur de la couche sur ces mêmes propriétés **[I.8, I.16, I.18, I.20]**. Deux effets importants sont à considérer :

- un effet de la géométrie des couches (proximité de la surface, multicouches...),

- un effet de la microstructure.

I.4.1. Les limites géométriques

A l'échelle micrométrique voire nanométrique, la propagation et la multiplication des dislocations sont limitées par la présence d'une surface (film mince) ou d'interfaces (multicouches) qu'on appelle limites géométriques. On peut donc s'attendre à ce que d'autres mécanismes de la déformation plastiques interviennent comme la diffusion par exemple.

I.4.1.1. Forces images

Dans un cristal infini le champ de contrainte d'une dislocation vis décroît en 1/*r*. Dans le cas où une dislocation est proche d'une surface libre, le champ de contrainte calculé pour le massif n'est plus correct puisque les conditions aux limites ont changé.

Lorsqu'une dislocation est proche d'une surface libre, elle est attirée par celle-ci. Pour expliquer ce phénomène, on fait appel à la notion de force image **[I.22]**. L'hypothèse est la suivante : on associe à la dislocation réelle, une dislocation image symétrique par rapport à la surface et de $\vec{b}$ opposé. Ainsi, les dislocations présentes dans un film mince vont être attirées par la surface. De même si une dislocation est proche d'une interface, elle va être attirée ou repoussée en fonction des constants élastiques du milieu **[I.23]**.

I.4.1.2. Sources de dislocations

Dans un film épitaxié sur un substrat monocristallin, les dislocations peuvent provenir soit de la surface du film soit du substrat.

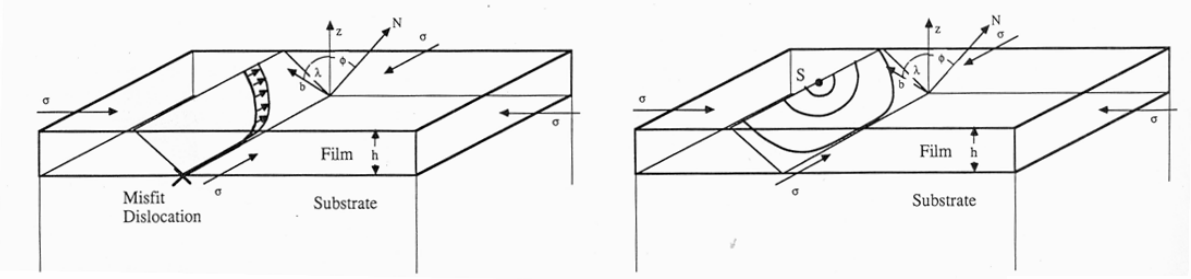


Figure I.10. A gauche, mouvement d'une dislocation dans un plan de glissement du film avec création d'une dislocation d'interface, à droite, nucléation d'une dislocation à la surface du film avec création d'une dislocation à l'interface film/substrat **[I.24].**

Lors de la croissance d'un film par épitaxie, la ligne des dislocations émergeant à la surface du substrat se prolonge dans le film. Ces dislocations sont appelées dislocations émergentes (*Threading dislocations*) (fig.I.10). Une telle dislocation peut se déplacer dans le film et former une dislocation d'interface (*Misfit dislocation*) à l'interface film/substrat sous certaines conditions.

Dans le paragraphe qui suit nous allons considérer le cas d'un film mince c.f.c orienté (100) déposé sur un substrat rigide, ainsi que les plans de glissement de type {111}. Le modèle de Freund **[I.25]** sur la formation des dislocations d'interface permet de calculer le travail de la contrainte dans le film (W_{film}) :

$$W_{film} = \frac{\tau bh}{\sin(\Phi)} = \frac{\cos(\lambda)\cos(\Phi)}{\sin(\Phi)}\sigma bh \approx \frac{\sigma bh}{2} \qquad \text{(I.4)}$$

Avec τ la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement, b le vecteur de Burgers, h l'épaisseur du film et Φ l'angle entre la normale au plan de glissement et la normal au film correspondant à l'axe z figure I.10.Dans un plan de glissement de type {111}, le vecteur de burgers fait un angle de 60° avec la ligne de dislocation crée à l'interface. Ainsi la dislocation d'interface est une dislocation mixte. On peut déduire l'énergie d'une telle dislocation grâce aux résultats de Freund **[I.25]** pour une dislocation coin et vis :

$$W_{coin} = \frac{b_c^2}{4\pi(1-\nu)}\frac{2\mu_f\mu_s}{\mu_f+\mu_s}\ln\left(\frac{\beta_c h}{b_c}\right) \qquad \text{(I.5)}$$

$$W_{vis} = \frac{b_v^2}{4\pi}\frac{2\mu_f\mu_s}{\mu_f+\mu_s}\ln\left(\frac{\beta_v h}{b_v}\right) \qquad \text{(I.6)}$$

Avec b_c et b_v respectivement le vecteur de burgers pour une dislocation coin et vis, μ_s et μ_f le module de cisaillement du substrat et du film, ν le coefficient de Poisson, β_c (=0.701) et β_v

(= 1) deux constantes qui dépendent du caractère vis ou coin de la dislocation. Pour une dislocation mixte de 60° on a :

$$b_c = \frac{\sqrt{3}}{2} b$$

$$b_v = \frac{b}{2}$$

En additionnant les deux énergies on obtient la relation suivante :

$$W_{60°} = 0.95 \frac{b^2}{4\pi(1-\nu)} \frac{2\mu_f \mu_s}{\mu_f + \mu_s} \ln\left(\frac{\beta\, h}{b}\right) \tag{I.7}$$

Pour qu'une dislocation mixte puisse glisser et créer à l'interface une dislocation il faut que $W_{film} > W_{60°}$. Ainsi l'épaisseur limite h_c pour créer une dislocation d'interface à partir d'une dislocation émergente est donnée par :

$$W_{film} = W_{60°}$$

Soit :

$$h_c = 1.9 \frac{b}{4\pi(1-\nu)\sigma} \frac{2\mu_f \mu_s}{(\mu_f + \mu_s)} \ln\left(\frac{\beta\, h}{b}\right) \tag{I.8}$$

On remarque qu'elle dépend de la rigidité du film μ_f mais également de celle du substrat μ_s. Cette relation est uniquement valable dans le cas d'une orientation (100) et pour les plans de glissement {111}. Elle est souvent présentée de la manière suivante :

Dans le cas de revêtement très fin parfaitement cohérents avec le substrat **[I.26]** (cas traité dans le paragraphe *I.2.2*), l'énergie du revêtement est donnée par :

$$W = Yh\varepsilon^2 \tag{I.9}$$

Avec Y le module biaxial et ε la déformation biaxial.

Pour accommoder partiellement le désaccord paramétrique, on peut intégrer des dislocations d'interfaces de vecteur de burgers $\vec{b}$ et espacées d'une distance S qui permettent de réduire la déformation moyenne du film. Ces dislocations d'interface ont une énergie finie, donnée par la relation suivante **[I.26, I.27]** :

$$W_{dislocation} = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} \frac{2}{S} \ln\left(\frac{\beta h}{b}\right) \tag{I.10}$$

Avec, μ le module de cisaillement, ν le coefficient de poisson et β une constante numérique. L'énergie totale du film, W_t, devient alors la somme de l'énergie W (I.9) et $W_{dislocation}$ (I.10) à laquelle on soustrait l'énergie de relaxation apportée par le défaut. Soit :

$$W_t = Yh\left(\varepsilon - \frac{b}{S}\right)^2 + \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)}\frac{2}{S}\ln\left(\frac{\beta h}{b}\right) \quad \text{(I.11)}$$

On remarque que la première partie de cette expression varie linéairement avec l'épaisseur du film tandis que la deuxième varie avec ln(h).

Il faut donc que le film atteigne une épaisseur critique notée h_c, à partir de laquelle la formation d'une dislocation d'interface est énergétiquement favorable (fig.I.10). En résolvant l'équation suivante, dans le cas particulier où $\frac{b}{S} = 0$:

$$\frac{\partial W_t}{\partial\left(\frac{1}{S}\right)} = 0$$

on aboutit à la condition suivante :

$$h_c = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)Y\varepsilon}\ln\left(\frac{\beta h}{b}\right) \quad \text{(I.12)}$$

Cette expression est une formulation simplifiée de l'équation (I.8).

Néanmoins ces théories ont leurs limites puisqu'elles supposent qu'il y ait au moins une dislocation dans le substrat.

Il faut donc envisager d'autres sources de dislocations pour expliquer la densité de défauts observée dans ces matériaux.

Elles peuvent provenir par exemple de la surface et se propager dans le film en formant une demi-boucle de dislocation (fig.I.10). Selon Hirth et Lothe **[I.28]**, l'énergie de formation d'une demi-boucle de dislocation de rayon R à partir de la surface est :

$$W_{demi-boucle} = \frac{2-\nu}{8(1-\nu)}\mu b^2 R\ln\left(\frac{4R}{e^2 r_0}\right) \quad \text{(I.13)}$$

Avec ν le coefficient de poisson, μ le module de cisaillement, e une constante égale à 2.7 et r_0 le rayon de coupure qui dans notre cas est égal à :

$$r_0 = \frac{b}{2}$$

La création d'une dislocation crée un champ de déformation élastique. Le travail associé à ce champ dans le film est :

$$W_m(R) = -\frac{1}{2}\sigma b\pi R^2 \quad \text{(I.14)}$$

Le travail total pour former une dislocation à partir de la surface vaut :

$$W(R) = W_{demi-boucle}(R) + W_m(R) \quad \text{(I.15)}$$

Ainsi lorsque le rapport *R/b* est très petit, $W_{demi\text{-}boucle}(R)$ est prédominant, tandis que plus le rapport augmente plus le terme $W_m(R)$ devient important. On peut, comme dans le cas précédent, calculer les conditions nécessaires pour créer une demi-boucle à partir de la surface. En effet, l'expression (I.15) admet un maximum en R_{max} que l'on peut calculer à partir de $W'(R_{max}) = 0$ qui correspond à l'énergie nécessaire pour créer une demi boucle de dislocation à partir de la surface. L'énergie correspondante $W_{max} = W(R_{max})$ soit :

$$W_{\max} = \mu b^3 \left(\pi \varepsilon_m \frac{R_{\max}^2}{b^2} + \frac{2-\nu}{4(1-\nu)} \frac{R_{\max}}{b} \right)$$

Avec ε_m la déformation due à un désaccord paramétrique.

Cependant en considérant ce modèle, la création spontanée ou activée thermiquement d'une demi boucle de dislocation à partir de la surface est peu probable puisque l'énergie d'activation est trop importante **[I.8]**. Des sources de dislocations hétérogènes sont donc nécessaires pour expliquer la densité de dislocation observée dans ces matériaux. Par exemple, des impuretés chimiques, ou des irrégularités de surface vont augmenter le champ de contrainte locale rendant possible la nucléation d'une dislocation à cette endroit.

I.4.1.3. Propagation et interaction entre dislocations

Dans des conditions données de température et de contrainte, le modèle le plus usité de la mobilité des dislocations prévoit une vitesse des dislocations proportionnelle à la longueur l de la dislocation, puis à partir d'une certaine longueur notée l_c, une vitesse constante. Cette transition a été observée par Louchet **[I.29]** pour du silicium à 615°C, où la vitesse d'une dislocation devient constante pour une longueur de 1 µm**.** Pour les films minces, on peut donc s'attendre à ce que la vitesse de glissement varie linéairement avec la longueur de la dislocation et donc avec l'épaisseur du film.

A l'état massif, le mouvement des dislocations peut être bloqué par la présence de précipités, d'interfaces ou de joints de grains. Nous nous intéresserons ici aux interfaces, la présence de précipités étant exclue puisque les films déposés et étudiés sont l'or, le silicium et des revêtements de nitrure de silicium. Le cas des joints de grains sera traité dans le paragraphe suivant sur la loi de *Hall-Petch*.

La présence d'une interface ou d'une surface peut avoir un effet sur l'interaction entre dislocations. En effet nous avons vu précédemment que pour calculer le champ de contrainte

autour d'une dislocation nous étions obligés d'introduire une dislocation image. Dans le cas d'interaction entre dislocations au sein d'un film nous devons également tenir compte des forces images. Ainsi, le champ de contrainte exercé par une dislocation sur une autre devient une interaction entre un dipôle (soit la dislocation réelle et la dislocation image qui lui est associée) et une autre dislocation. On obtient ainsi un champ de contrainte qui décroît en $1/r^2$ au lieu de $1/r$, pour des distances plus grandes que l'épaisseur du film.

I.4.2. Les limites microstructurales

A l'état massif, la microstructure joue un rôle important sur les propriétés mécaniques des matériaux. Dans les polycristaux l'un des effets les plus connu est l'effet Hall-Petch.

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha d^{\frac{1}{2}} \tag{I.16}$$

Avec σ la limite d'élasticité (MPa), σ_0 la limite d'élasticité du monocristal, d la taille de grain et α une constante.

Il existe plusieurs modèles qui permettent de comprendre la relation de Hall-Petch, mais le plus cité est basé sur l'empilement des dislocations aux joints de grains.

Dans un matériau polycristallin, une dislocation qui se propage dans un plan de glissement d'un grain, sera stoppée par un joint de grains. Si p dislocations sont émises dans le plan de glissement par la même source, ils vont former un empilement contre le joint de grains. Cet empilement de longueur l génère une contrainte σ_t qui s'ajoute à la contrainte dans le grain voisin, diminue dans son propre grain et donc bloque la source de dislocations :

$$\sigma_t \approx \frac{\sigma_a^2 l}{2\mu}$$

Avec μ le module de cisaillement et σ_a la contrainte appliquée.

Au fur et à mesure que l'empilement devient plus important, la contrainte augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne une valeur critique σ_c. A ce moment, les dislocations peuvent glisser dans le grain adjacent suivant un autre plan de glissement. On peut en déduire la contrainte appliquée pour $\sigma_t = \sigma_c$, soit :

$$\sigma_a = \sqrt{2\mu\sigma_c}\, l^{\frac{-1}{2}}$$

En prenant en compte le frottement de réseau σ_* et en assimilant la longueur de l'empilement l à la taille de grains d on obtient la relation de Hall-Petch (I.16).

Bien que cette loi fonctionne pour la plupart des matériaux, ce modèle présente néanmoins des limites notamment lorsque la taille de grain devient très petite puisqu'il est basé sur la présence d'obstacles retardant la propagation des dislocations, et ne peut avoir lieu que si au moins une boucle de dislocation peut se former à l'intérieur du grain. Il est nécessaire que la taille de grain soit trois fois supérieure à la longueur du segment de dislocation pour que le mécanisme de Frank Read **[I.30]** puisse agir (fig.I.12) [**I.31, I.32, I.33]**.

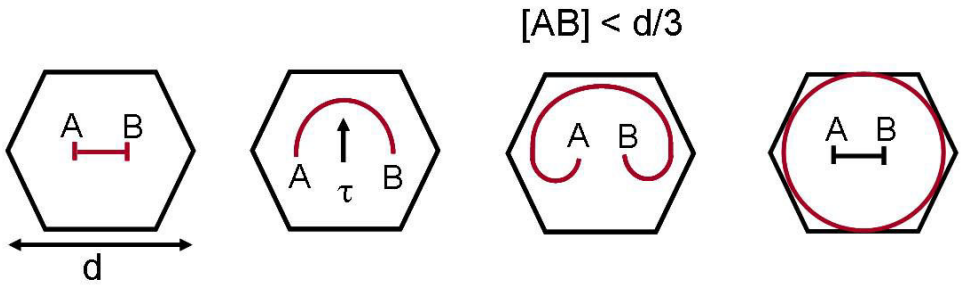


Figure I.12. Formation d'une boucle de dislocation par le mécanisme de Frank Read. Le segment de dislocation [AB] est soumis à une contrainte τ. La dislocation se courbe, jusqu'à entourer le segment [AB].

Il est possible de comparer le rayon de la boucle R_b à la taille de grain d et d'exprimer la contrainte de cisaillement critique en fonction de la taille de grain. Posons :

$$R_b = d$$

Soit σ_a la contrainte exercée dans le plan de glissement, la relation entre σ_a et le rayon de la boucle est donné par :

$$\sigma_a \approx \frac{2T_d}{bd} \qquad \text{(I.17)}$$

Avec T_d la tension de ligne et b le vecteur de Burgers.

Ainsi lorsque le diamètre de la boucle est comparable à la taille de grain, la contrainte appliquée dans le plan de glissement varie en d^{-1} et non en $d^{-1/2}$ comme le prédit le modèle d'empilement de dislocations aux joints de grains **[I.34]**. Néanmoins l'évolution de la limite d'élasticité des films minces reste encore mal comprise. En effet, certains auteurs ont reporté un comportement inverse à la loi de Hall-Petch tandis que d'autres observent une insensibilité à la taille des grains **[I.35, I.36, I.37]**.

I.4.1.4. Glissement aux joints de grains et diffusion

A cause de la difficulté de migration des dislocations, d'autres mécanismes de déformation peuvent devenir prédominants dans les films minces. Par exemple on peut penser que la diffusion joue un rôle plus important dans la déformation des films minces. On distingue deux types de diffusion :

- la diffusion en volume (mécanisme de Nabbarro-Herring)
- la diffusion aux joints de grains (mécanisme de Coble).

Pour maintenir une vitesse de déformation constante par diffusion atomique, il faut une contrainte de cisaillement τ égal à :

$$\tau = \frac{\dot{\varepsilon} kTd^2}{C_1 D_v \Omega} \tag{I.18}$$

Avec D_v la diffusion volumique, Ω le volume atomique, d la taille de grain, et C_1 une constante. Cette relation est valable lorsque le transport à l'intérieur du grain prédomine. Par contre lorsque la diffusion aux joints de grains devient plus importante, la relation devient :

$$\tau = \frac{\dot{\varepsilon} kTd^3}{C_2 \delta_b D_b \Omega} \tag{I.19}$$

Avec δ_b l'épaisseur du joint de grains, D_b le coefficient de diffusion le long des joints de grains, et C_2 une constante.

Les équations (I.18) et (I.19) dépendent fortement de la taille de grain mais tandis que l'équation (I.18) varie en d^2, la diffusion aux joints de grains est proportionnelle à d^3. Pour les films minces, à cause de leur petite taille de grains, il est possible que la diffusion aux joints de grains (I.19) soit prédominante par rapport au fluage par diffusion en volume.

Le glissement et la rotation des grains peuvent aussi devenir plus importants. Ces mécanismes permettent de relaxer les contraintes en faisant glisser les grains les uns par rapport aux l'autre le long des joints de grains. De même que pour la diffusion la vitesse de déformation augmente avec une diminution de la taille des grains.

I.5. Caractérisation mécanique

Dans le but de mesurer le comportement élastique et plastique de ces matériaux et mettre en évidence les mécanismes de déformation, plusieurs essais ont été développés. Ils peuvent être classés en deux catégories : les essais sur l'ensemble film-substrat, et les essais sur films auto-supportés.

I.5.1. Essais sur des films déposés sur un substrat

I.5.1.1. Nanoindentation

Cet essai est l'adaptation de l'essai de dureté appliqué aux revêtements **[I.38]**. La technique consiste à appliquer un cycle de charge et de décharge localisée à la surface du matériau, en enfonçant une pointe, et d'observer la réponse. La pointe, ou indenteur, est en général de forme pyramidale à base carrée en diamant plus ou moins évasée (fig.I.13). Cet essai est facile à mettre en œuvre, mais difficile à analyser puisque les mesures sont influencées par la présence du substrat.

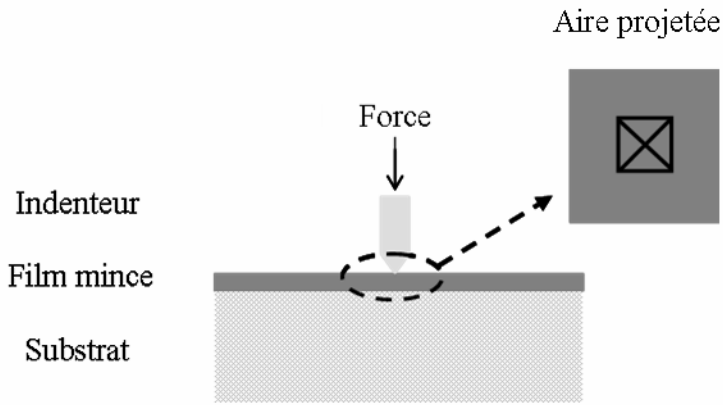


Figure I.13. Schéma de l'essai de nanoindentation, pendant la charge la pointe s'enfonce dans le film et laisse une empreinte.

Pendant l'essai, l'indenteur s'enfonce progressivement dans la couche sous l'action de la charge. Celle-ci peut atteindre quelques centaines de μN et le déplacement quelques dizaines de nanomètres.

Lorsque la charge diminue, l'indenteur se retire, laissant une empreinte résiduelle dans le film (fig.I.13), proportionnelle à la charge appliquée.

On obtient ainsi un cycle de charge et de décharge (fig.I.14).

Au cours de la charge, il s'établit dans un premier temps un contact hertzien : le film est déformé élastiquement (I). Puis le matériau se déforme plastiquement (II).

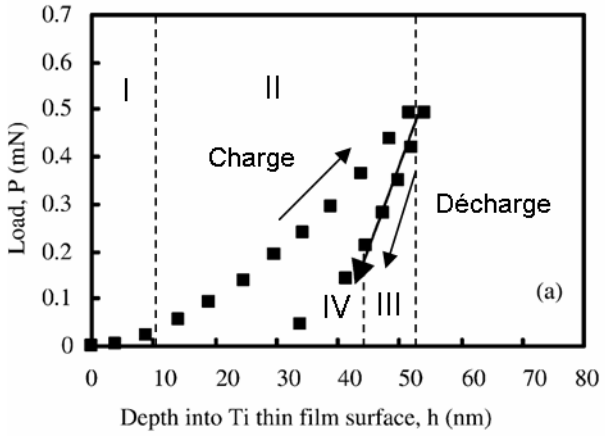


Figure I.14. Exemple d'une courbe charge-déplacement obtenu par nanoindentation pour un film de Titane. Cette courbe montre le comportement élasto-plastique du film de Titane. Elle comporte quatre parties : en charge I) déformation élastique, II) déformation élasto-plastique. En décharge : III) déformation élastique, IV) déformation élasto-plastique **[I.38]**.

La courbe de charge permet de remonter à la dureté du film. Quant à la courbe de décharge, dominée par un comportement élastique (III).

Ainsi la dureté H et le module d'Young E peuvent être déduits des courbes charge-déplacement. Pour pouvoir remonter à ces données, il est nécessaire de mesurer l'aire de contact projetée A qui correspond à la surface de l'empreinte résiduelle produite par l'indenteur à la surface du matériau sous l'action de la charge P_{max}. Ainsi la dureté H est donnée par l'expression suivante :

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \tag{I.20}$$

Avec H la dureté, P_{max} la charge maximale d'indentation et A l'aire de contact projeté qui est déterminée par observation direct de l'empreinte résiduelle.

Le module d'élasticité réduit E_r ainsi que le module d'Young E sont définis de la manière suivante :

$$E_r = \beta \frac{S}{\sqrt{A}}, \quad \frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \tag{I.21}$$

Où *S (dP/dh)* est la raideur de contact, *β* une constante qui dépend de la forme de l'indenteur, *v* le coefficient de Poisson du matériau indenté et E_r son module d'élasticité réduit, E_i et ν_i sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'indenteur.

Néanmoins cette méthode d'interprétation a ses limites en particulier à cause de :

- l'imprécision des mesures de *A* pour les petites empreintes,
- l'estimation de l'aire de l'empreinte résiduelle est en général différente de l'aire de contact projetée *A* **[I.39]**
- On mesure l'influence du substrat dès une profondeur de pénétration supérieur à environ h/10.

I.5.1.2. La courbure du substrat

Plusieurs méthodes permettent de mesurer les contraintes résiduelles dans un revêtement (diffraction des rayons X, micro-Raman), mais la plus employée est la courbure du substrat (fig.I.15).

Cette technique consiste à mesurer la courbure de l'échantillon après dépôt d'un revêtement et de remonter à la contrainte résiduelle moyenne présente dans le film à l'aide de la formule de Stoney (I.21) **[I.40, I.41, I.42]** :

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1-\upsilon)} * \frac{h_s^2}{h_f} * \left(\frac{1}{R}\right) \qquad \text{(I.22)}$$

Avec : $\frac{E_s}{(1-\upsilon)}$ le module biaxial du substrat, h_f l'épaisseur du film, h_s l'épaisseur du substrat et *R* le rayon de courbure du substrat.

Il est également possible de jouer sur la différence de coefficient de dilation thermique qui existe entre le film et le substrat pour étudier les propriétés des revêtements. Cette expérience consiste à appliquer un cycle thermique sur l'ensemble substrat/film et de mesurer la variation de courbure pendant le cycle. N'ayant pas le même coefficient de dilatation thermique, le film se déforme pendant les cycles de refroidissement et de chauffage. La figure I.15 représente l'essai d'écrit ci-dessus :

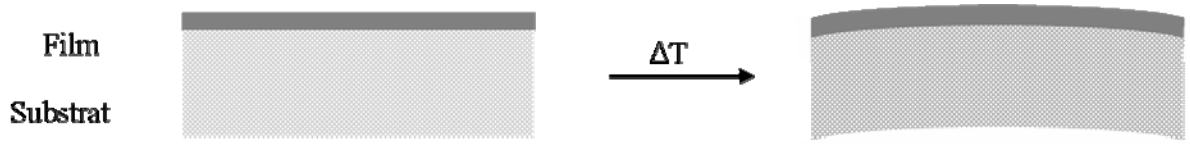


Figure I. 15. Représentation schématique de la courbure du substrat.

Prenons l'exemple d'un film initialement en traction, avec un coefficient de dilation plus élevé que le substrat. Lorsque la température augmente, comme le coefficient de dilation est plus élevé dans le film, les contraintes vont être relaxées. Le film se mettra par la suite en compression où la différence de dilatation entre le film et le substrat sera accommodée par la déformation élastique du film. La contrainte va ensuite atteindre une valeur seuil notée σ_s à partir de laquelle son évolution sera plus lente. Cette étape est caractérisée par la déformation plastique du film. Enfin, pendant le refroidissement une contrainte en traction se développe de nouveau au sein du film.

Le film étant très mince par rapport à son support, la courbure résultante est très faible. Il faut donc des appareils de mesure sensibles qui permettent de faire des mesures précises.

I.5.1.3. Microscopie in situ

La microscopie électronique en transmission est utilisée pour caractériser la microstructure de l'échantillon et permet de mettre en évidence les mécanismes de déformation **[I.43, I.44, I.45]**. Pour cette technique, il est nécessaire d'obtenir un échantillon très mince (lame mince) permettant au faisceau d'électron de le traverser. La figure I.16 est un exemple de géométrie utilisée.

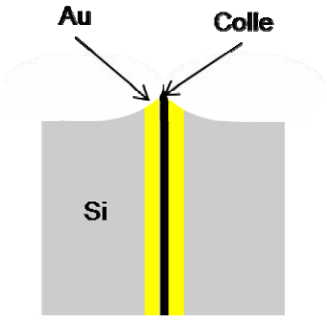


Figure I.16. Géométrie possible des échantillons (section transverse).

Il est possible de faire des essais en température en utilisant un porte échantillon chauffant. Le déroulement de l'essai est basé sur le principe de courbure du substrat : plusieurs cycles thermiques de chauffage et de refroidissement sont appliqués. Cette technique permet d'observer :

- l'évolution de la microstructure (forme des grains, défauts)
- les mécanismes de la déformation en fonction de la température.

La figure I.17 est un exemple d'images obtenues par microscopie électronique en transmission sur un film mince d'aluminium déposé sur un substrat d'oxyde de silicium **[I.45]**. Cet échantillon a subi deux cycles thermiques successifs, les photos présentées ci dessous ont été prises pendant le premier cycle thermique. En comparant les micrographies à deux température différentes (b) 170°C et (c) 200°C, les auteurs ont observés la disparition du grain noté M à cause de la migration du joint de grain noté GB1, mais également la disparition du grain Q au profit de la croissance des autres.

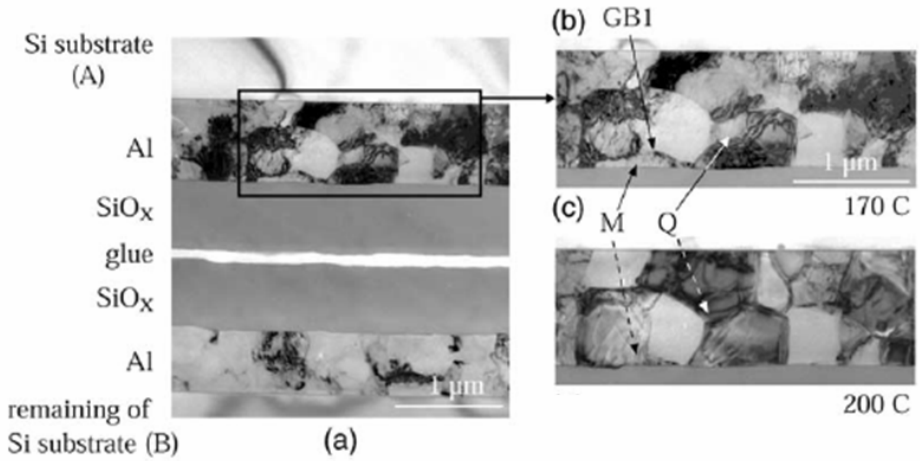


Figure I. 17. Evolution des grains pendant un cycle thermique : micrographie d'un morceau de l'échantillon (a), agrandi en b). L'image c) est obtenue à 170°C **[I.45]**.

Grâce à la microscopie électronique en transmission in situ on est capable d'observer directement les mécanismes de déformation. Néanmoins, il faut que les dimensions de l'éprouvette (épaisseur) soient comparables à celle du revêtement pour que les effets de surfaces soient identiques. Dans ce cas les observations seront représentatives de ce qui se passe dans le film.

I.5.1.4. Test d'adhérence

L'adhérence est définie comme étant la capacité du film à rester attaché au substrat sur lequel il a été déposé. La qualité de l'adhérence est donnée par la force de la liaison chimique à travers l'interface film/substrat. De nombreux paramètres peuvent interférer sur la qualité de mesure de l'adhérence dont entre autres les propriétés de surface, ainsi que sa rugosité.

Il existe plus de 200 tests qui permettent de caractériser cette propriété. En fonction de la méthode utilisée les résultats seront plus ou moins quantitatifs. Seules quelques techniques seront décrites ici.

- Tape test : un ruban adhésif est collé au film puis arraché. Si le film se retire du substrat l'adhésion est faible. Ce test est purement qualitatif mais c'est une méthode simple et rapide pour avoir un aperçu de la qualité de l'adhésion.

- Peel test (fig.I.18) : Le principe est le même que le test précédent, mais plus quantitatif. Le film est décollé du substrat par l'intermédiaire d'une pièce adhésive, mais dans ce cas la force appliquée est mesurée. Ce test ne peut s'appliquer que dans le cas des revêtements faiblement adhérents.

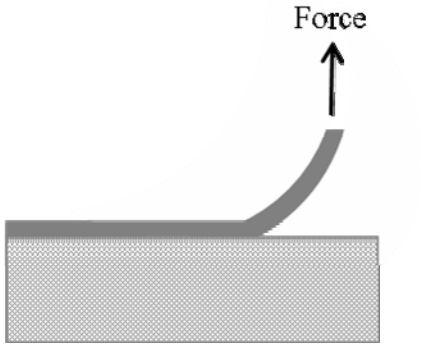


Figure I.18. Représentation schématique du Peel test.

- Scratch test (fig.I.19) : Une pointe de diamant est déplacée le long de la surface pendant qu'on augmente la force normale qui lui est appliquée. Le critère de fissuration est défini par la charge critique à partir de laquelle le film commence à se déchirer. La difficulté de ce test est de relier la charge critique à l'adhésion.

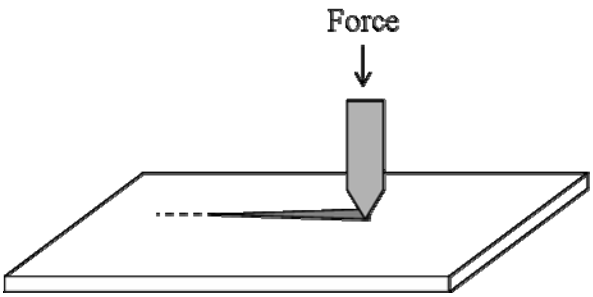


Figure I.19. Schéma du scratch test.

I.5.2. Essais sur des films minces autosupportés

D'autres techniques ont été développées pour permettre de remonter aux propriétés des films minces plus facilement. Il s'agit entre autres du bulge test et des essais de traction en tension uniaxiale décrits dans les paragraphes suivants.

I.5.2.1. Micro-essai de traction

Cette expérience est une miniaturisation de l'essai de traction uniaxiale des matériaux à l'état massif **[I.46, I.47, I.48]**. Le principe est le suivant : le film mince est décollé de son substrat puis fixé sur un porte-échantillon. Une fois fixé, une force lui est appliquée.

La facilité d'interprétation des résultats est l'un des avantages de cette technique, cependant tout comme pour l'essai de gonflement, la préparation des échantillons est délicate.

Pour ce type d'essai, les échantillons ont le même type de géométrie que les éprouvettes de traction classique. Néanmoins les essais peuvent êtres compliquées par :

- la présence de déchirements aux extrémités de l'éprouvette survenus pendant sa fixation,
- la présence d'une contrainte interne dans le film qui peut provoquer son enroulement sur lui même.

Le déplacement est contrôlé par un moteur et une cellule de charge est utilisée pour mesurer la force. L'un des points délicats est de mesurer la déformation de la zone utile de l'éprouvette. Une méthode proposée par H. Huang et F. Spaepen **[I.46]** consiste à déposer à la surface de l'échantillon un réseau de plots, et de mesurer en cours de l'essai le diagramme de

diffraction d'un faisceau laser par ce réseau (fig.I.20). En mesurant le déplacement des taches de diffraction, il remonte à la déformation de l'éprouvette.

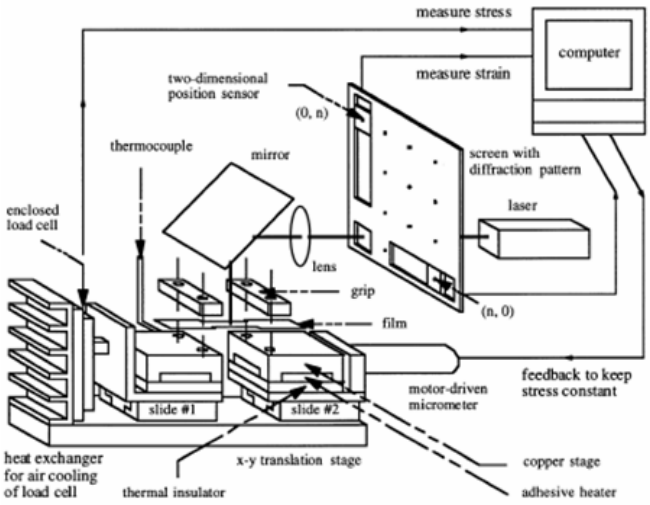


Figure I. 20. Représentation schématique de l'essai de traction uniaxiale **[I.46]**.

Les courbes obtenues présentent la même allure que celles obtenues à l'état massif (fig.I.21) :

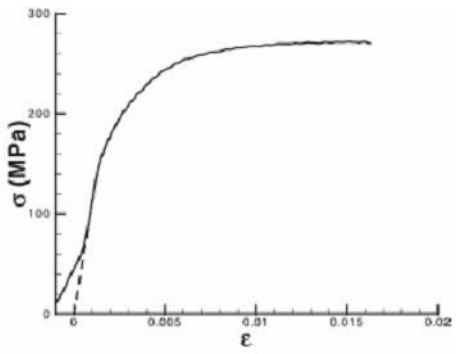


Figure I.21. Exemple de courbe contrainte déformation obtenue par l'essai en traction uniaxiale pour un film d'or **[I.46]**.

Au début de la déformation on remarque que la courbe est non linéaire à cause de l'application non homogène de la contrainte dans le film au cours de l'essai. Au début de l'essai le film se déforme élastiquement (partie linéaire) puis plastiquement. Le module d'Young est déterminé à partir de la partie linéaire et la limite d'élasticité est mesurée à ε_p= 0.2 %.

I.5.2.2. Microflexion

L'échantillon est une poutre encastrée qui subit une déflexion appliquée par un appareil d'indentation (fig.I.22) **[I.49]**.

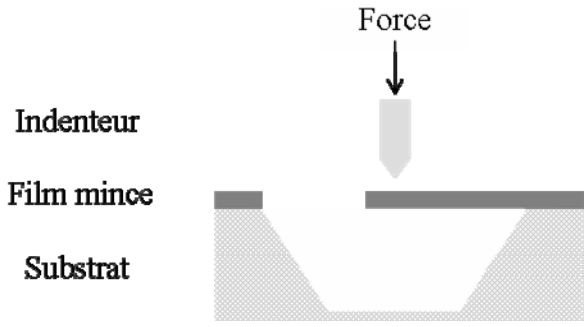


Figure I.22. Représentation schématique de l'essai de microflexion.

Comme dans le cas de l'indentation on obtient des courbes charge-déplacement (fig.I.23) qui permettent d'analyser les comportements élastique et plastique du film.

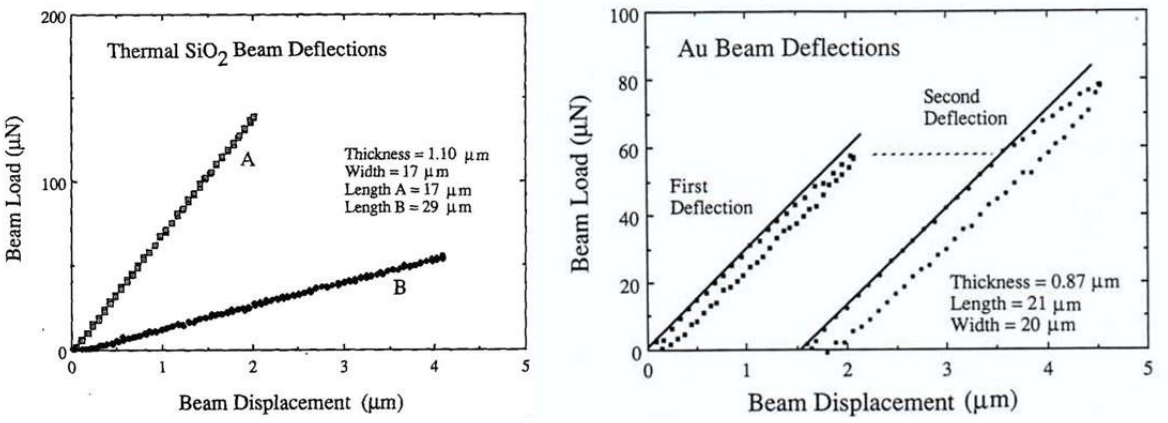


Figure I.23. A gauche : courbe charge déplacement obtenu pour deux films de SiO_2 de longueurs différentes A et B. A droite, cycles de charge et de décharge successifs sur un film d'or par essai de flexion **[I.24]**. La deuxième courbe de charge décharge a été arbitrairement déplacé sur l'axe des abscisses.

La figure I.23 (à gauche) a été obtenue pour deux poutres d'oxyde de silicium de longueurs différentes. Les deux courbes sont linéaires, ce qui est caractéristique d'un comportement élastique. La pente de ces courbes caractérise la raideur du système, comme

dans le cas de l'essai de nanoindentation. En utilisant des relations appropriées, on peut en déduire le module élastique.

La figure I.23 (à droite) est un exemple de courbe charge déplacement effectué sur un film d'or. Pendant le premier chargement la pente est linéaire excepté en fin de chargement où le comportement est plastique. Il s'observe également à la décharge avec un déplacement final est non nul. Un deuxième cycle de charge-décharge a ensuite été appliqué. La courbe a été déplacée sur l'axe des abscisses pour plus de lisibilité. La deuxième portion de charge est également linéaire jusqu'à environ 60 µN qui correspond à la charge maximale du premier essai. La charge en fin de cycle est beaucoup plus importante avec un net écart à la linéarité pour les charges les plus importantes. La quantité de déformation plastique est plus importante puisque à la décharge la flèche est plus importante. Ainsi, la limite d'élasticité ainsi que le durcissement peuvent être calculés à partir de la partie non linéaire de la courbe.

Comparé à un micro-essai de traction, la contrainte et la déformation dans le film ne sont pas homogènes dans l'épaisseur ni dans la longueur.

I.5.2.3. Bulge test

Le principe de cet essai est de mesurer la déflexion d'une membrane à laquelle on applique une différence de pression (fig.I.24) **[I.9, I.10, I.50]**. Les échantillons nécessaires sont constitués d'un film mince déposé sur un substrat de Silicium dans lequel une fenêtre a été préalablement creusée.

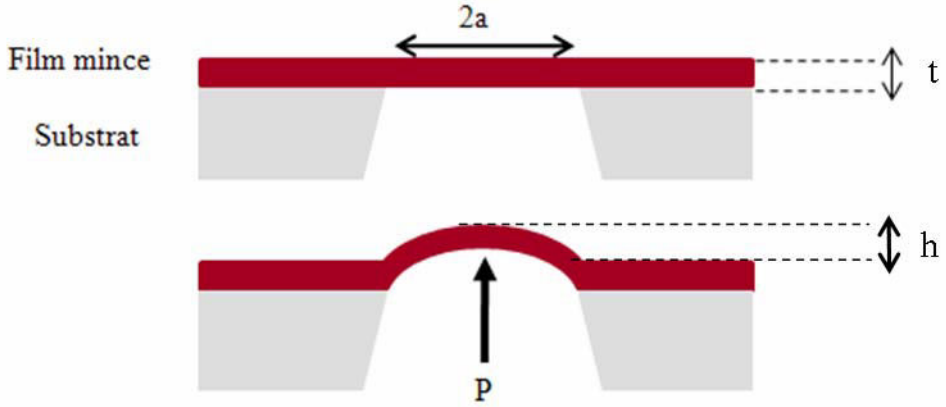


Figure I.24. Schéma d'une membrane avant et pendant l'application d'une pression (*cf chapitre II).*

Avec, *2a* la largeur de la membrane, *P* la pression appliquée, *t* l'épaisseur de la membrane et *h* la déflexion de la membrane. Une couche mince non supportée subit une déflexion *h* sous l'action d'une pression *P*. En mesurant *h* au centre de la membrane on peut ainsi remonter à l'aide d'une relation entre ces différents termes à une courbe contrainte-déformation. Cet essai sera décrit en détail dans le chapitre *2*.

I.5.2.4. Blister test

Le blister test (fig.I.25) est une variante de l'essai de gonflement : la pression est augmentée jusqu'à ce que le film se décolle de son support. On peut ainsi évaluer la quantité d'énergie nécessaire pour décoller le film du substrat et en déduire l'énergie d'interface film-substrat.

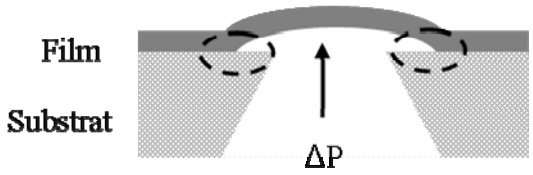


Figure I.25. Représentation du blister test.

I.5.3. Comparaison des essais

Les différences essentielles entre les essais cités précédemment sont la facilité d'usinage des échantillons et de la détermination des propriétés du film.

Le tableau I.3 récapitule les propriétés mesurables ainsi que le type d'échantillons utilisé pour chaque technique.

Il en ressort que l'essai de gonflement est la méthode la plus complète dans la détermination des propriétés des films minces puisqu'il permet aussi bien de mesurer les propriétés élastiques (module d'Young, coefficient de Poisson) que plastiques (limite d'élasticité), ainsi que les contraintes résiduelles.

Nous avons donc opté pour cette technique en considérant les avantages qu'elle présentait par rapport aux autres méthodes de caractérisation. Elle permet par exemple de s'affranchir

des effets du substrat contrairement à la nanoindentation, et les échantillons nécessitent peu de préparation pour être observés en microscopie électronique.

En contrepartie l'interprétation des résultats est plus complexe que celle d'un essai de courbure du substrat et l'une des difficultés de cette méthode est d'obtenir une membrane autosupportée. Leur fabrication, basée sur des techniques de micro-usinage, consiste à creuser une fenêtre dans un substrat de silicium. L'usinage de l'échantillon est l'une des étapes les plus délicates à réaliser mais reste néanmoins plus facile que celui d'une éprouvette de micro-traction.

	E	**σ_r**	**σ_y**	**Adhésion**	**Film sur substrat**	**Film autosupporté**
Nanoindentation	■	■		■	■	
Courbure du substrat		■			■	
Test d'adhésion				■	■	
Micro-essai de traction	■	■	■		■	■
Bulge test/Blister test	■	■	■	■		■

Tableau I.3. Capacités et caractéristiques des essais mécaniques sur films minces. Avec E le module d'Young, σ_r contrainte résiduelle, et σ_y la limite d'élasticité.

I.6. Conclusion

Il ressort de l'étude bibliographique que dans un premier temps que la morphologie des films (irrégularités de surface et porosités) ainsi que leur texture influencent leurs propriétés élastiques. Puis, on a pu noter que les propriétés plastiques des films minces dépendent de la taille moyenne des grains. De manière générale, on note une augmentation de la limite d'élasticité par rapport aux matériaux massifs **[I.18, I.20, I.31]**. Cependant cette augmentation s'écarte de celle prévue par la loi empirique de Hall-Petch, extrapolée à partir du matériau massif. On peut supposer que d'autres mécanismes dont l'influence est négligeable pour un

matériau massif dans des conditions usuelles de déformation, deviennent prédominants aux très faibles tailles de grains (tels que la diffusion aux joints de grains).

Le comportement mécanique des films minces reste très mal connu, en raison de la difficulté du développement d'instruments de mesure adaptés. L'étude des mécanismes responsables de leur déformation plastique, en relation avec leur microstructure, reste donc un domaine de recherche en plein développement. La comparaison des avantages et limitations de chaque essai montre que peu d'entres eux donnent accès aux comportements élastiques et plastiques des revêtements en couche mince. Il en ressort que l'essai le mieux adapté pour une étude de la plasticité des films minces en fonction de la température est l'essai de gonflement.

Chapitre II . Techniques expérimentales

L'essai de gonflement est une technique complète de caractérisation mécanique des matériaux en couche mince comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent.

Dans cette partie, nous aborderons les différentes étapes du développement de cet essai en commençant tout d'abord par présenter son principe, puis décrire le procédé d'élaboration des échantillons ainsi que les différentes méthodes de caractérisation employées pour observer leur microstructure. Nous terminerons par une description des différentes composantes du banc d'essai suivie du protocole d'acquisition et du traitement des données.

II.1. L'essai de gonflement : principe général

L'expérience se passe de la manière suivante (fig.II.1) :

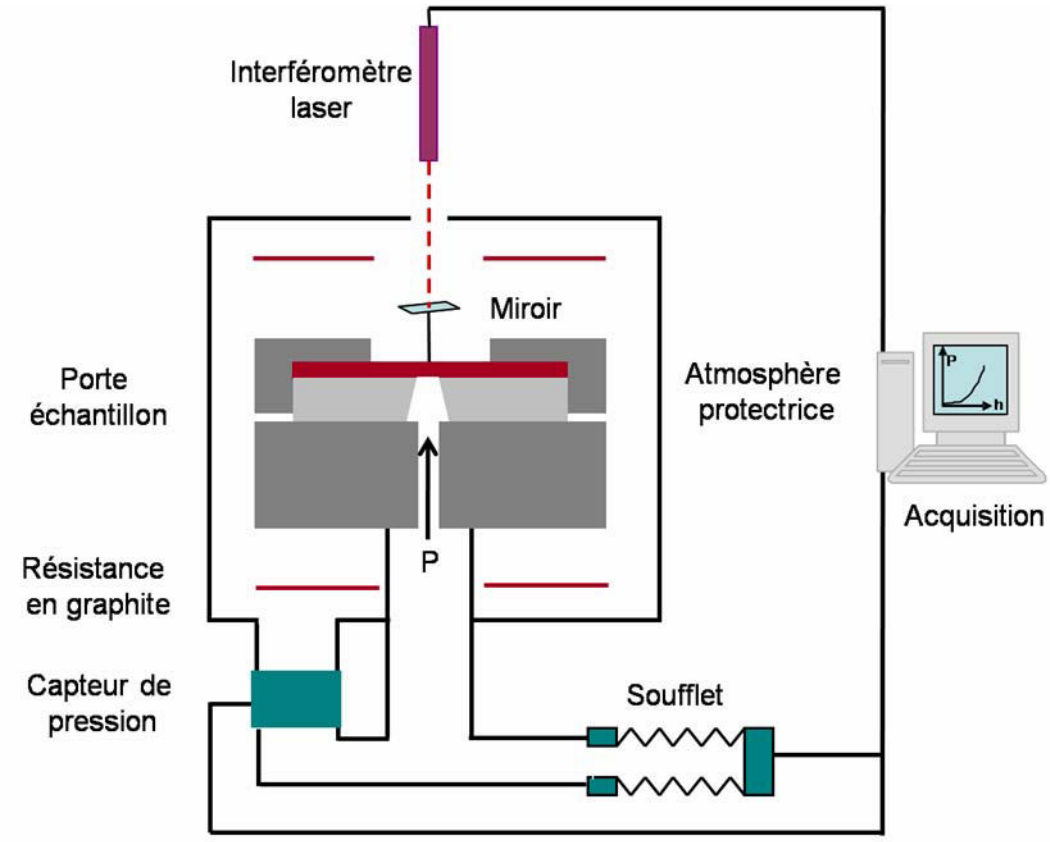


Figure II.1. Représentation schématique de l'essai de gonflement.

Une membrane est obtenue à partir d'un film mince déposé sur un substrat de silicium dans lequel une fenêtre a été découpée (fig.II.2). Cet échantillon est fixé au-dessus d'une cavité remplie d'un gaz ou d'un liquide. Un soufflet relié à un moteur permet de comprimer ou de détendre le gaz et ainsi d'augmenter ou de diminuer la pression. Celle-ci sera à tout moment contrôlée par un capteur de pression. La différence de pression entre deux faces va entraîner une déflexion de la membrane qui sera détectée par un interféromètre laser placé au-dessus.

Il existe plusieurs dispositifs de ce type, tous construits avec des approches différentes (fixation de l'échantillon, mesure de la déflexion), mais peu d'essais permettent d'étudier la plasticité des films minces au dessus de 500 °C **[I.50, II. 1, II.2, II.3, II.4, II.5, II.6, II.7, II.8]**. Nous avons cherché à construire un appareil permettant d'étudier la déformation plastique de matériaux métalliques ou semi-conducteurs tel que le silicium ou il est alors nécessaire de réaliser des essais à une température avoisinant 1000°C.

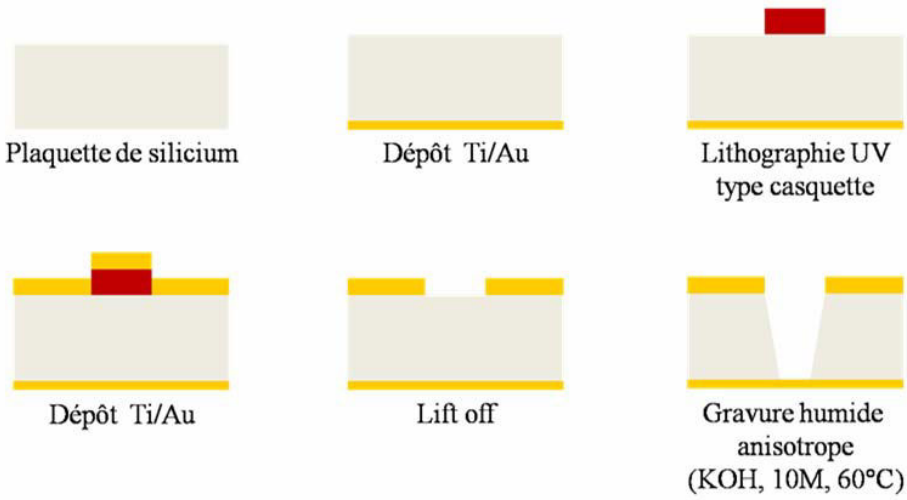
II.2. Fabrication des membranes

II.2.1. Description générale

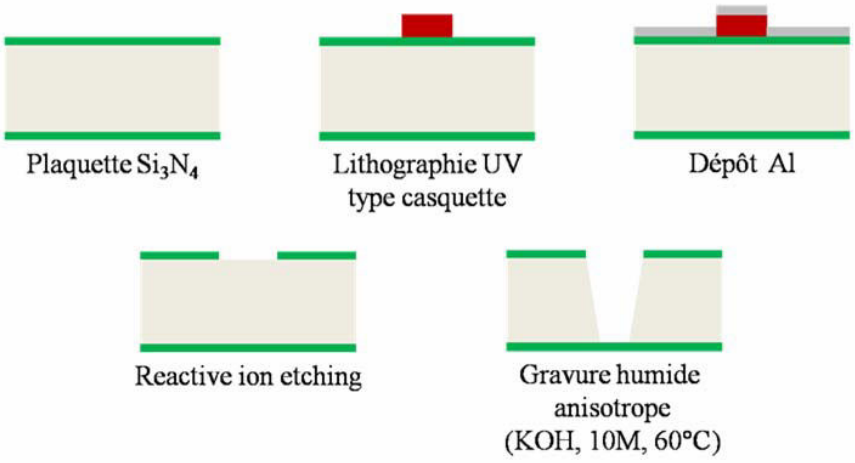
L'objectif est de découper une fenêtre dans un substrat de silicium. Deux types de géométrie ont été choisis :

- Carrée : Pour comparer les premiers essais avec la littérature et étudier le comportement élastique des films minces.
- Rectangulaire, avec un rapport entre la longueur *L* et la largeur *l* supérieur à 4 : dans ce cas l'état de contrainte au centre de l'échantillon est supposé uni-axial ce qui facilite l'interprétation des résultats.

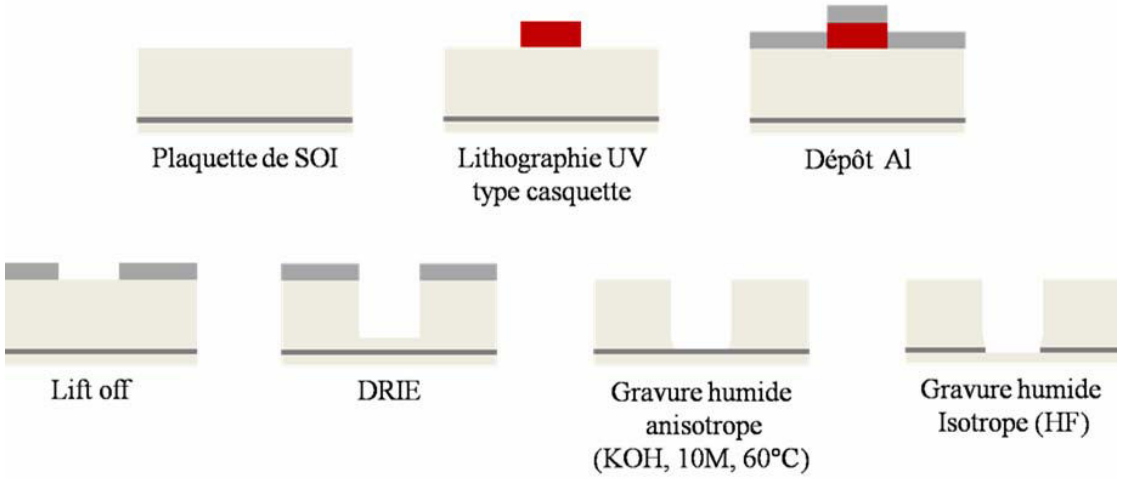
La figure II.2 résume les étapes successives pour obtenir une membrane. Trois modes opératoires ont été mis en place en fonction des revêtements étudiés (ici les matériaux déposés sont : or, nitrure de silicium ou silicium monocristallin). Les différentes étapes sont décrites dans les paragraphes suivants.



a) Préparation d'une membrane d'or



b) Préparation d'une membrane de nitrure de silicium



c) Préparation d'une membrane de silicium

Figure II.2. Schéma représentant les différentes étapes de préparation des échantillons.

Différents types d'échantillons ont été préparés pour l'essai de gonflement. Le dépôt des films ainsi que la gravure humide ont été effectués à l'*Institut Jean Lamour* tandis que l'étape de gravure profonde par plasma a été réalisée à *FEMTO-ST* (Besançon).

II.2.2. Détails et contraintes du procédé d'élaboration des membranes

II.2.2.1. Le substrat

Trois types de substrat sont utilisés :

- Les membranes métalliques sont obtenues à partir de plaquettes de silicium de 400 µm d'épaisseur orientées (100).
- Les membranes de nitrure de silicium sont fabriquées à partir de plaquettes de silicium de 380 µm d'épaisseur sur lesquelles sont déposées sur chacune des faces un film de nitrure de silicium de 400 nm d'épaisseur.
- Les films de silicium sont obtenus à partir de plaquettes de SOI (*Silicon On Insulator*) fournies par *SOITEC* d'une épaisseur de 675 µm, orienté (100), de 6 pouces de diamètre. Elles comportent un substrat de silicium recouvert d'un film d'oxyde de silicium d'épaisseur 400 nm (couche d'arrêt) et d'un film de silicium monocristallin de 290 nm d'épaisseur.

II.2.2.2. Clivage

Des échantillons de 1,5*1,5 cm^2 ont été prélevés par clivage sur des plaquettes de silicium. On effectue une petite rayure à la pointe diamant du côté du substrat pour les plaques de SOI. La fissure va ensuite se propager en appliquant une légère pression sur la rayure.

II.2.2.3. Masquage

Un masque (fig.II.3) permet de définir la géométrie de la membrane. Il est composé d'une plaque de verre sur laquelle sont déposés des motifs en Chrome correspondant à la géométrie désirée grâce à un générateur optique (*ELECTROMASK*) chrome-verre.

Le masque a été confectionné par la plateforme *FEMTO-ST* de Besançon. Nous avons choisi de déposer des motifs carrées et rectangulaires de dimensions différentes : soit 5 types de membranes carrées (2 x 2 mm², 5 x 5 mm², 9 x 9 mm², 2.15 x 2.15 mm² et 3 x 3 mm²), 5 motifs rectangulaires respectant un rapport *L/l* supérieur à quatre après gravure (4 x 1.5 mm², 1.15 x 2.15 mm², 7 x 2 mm², 1.5 x 7.5 mm² et 13 x 3 mm²). Nous avons principalement usiné des membranes carrées de 5 x 5 mm² et rectangulaires de 7 x 2 mm².

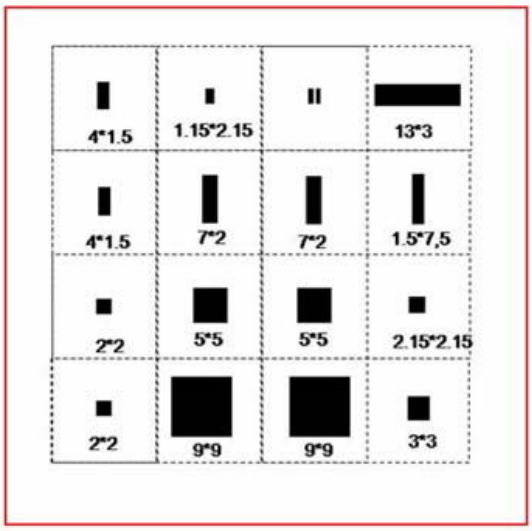


Figure II.3. Schéma représentant le masque utilisé pour la photolithographie.

La longueur et la largeur finales théoriques des échantillons, L_f et l_f se calculent de la manière suivante (fig.II.4) :

$$L_f = L-(2.e.\tan(\theta)) \quad \text{(II.1)}$$

$$l_f = l-(2.e.\tan(\theta)) \quad \text{(II.2)}$$

Avec L et l, respectivement la longueur et la largeur du masque, e l'épaisseur du substrat, et θ l'angle entre les plans (100) et (111) du silicium soit 54.7°.

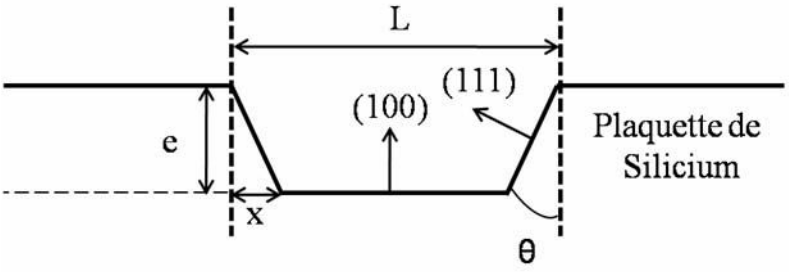


Figure II.4. Géométrie d'une fenêtre découpée dans une plaquette de silicium par attaque chimique anisotrope (voir *§ II.3.2.6*).

D'après les relations (II.1) et (II.2), les dimensions finales théoriques peuvent être calculées. Les valeurs obtenues pour les différentes dimensions sont répertoriées dans le tableau suivant en fonction du matériau.

Echantillon	e (µm)	x (mm)	Dimension calculée membrane carrée (mm^2)	Dimensions calculées membrane rectangulaire (mm^2)
Si	150	0.21	4.58	6.57 x 1.57
Si_3N_4, Au	380	0.53	3.94	5.94 x 0.94

Tableau II.1. Dimensions estimées des membranes après attaque chimique anisotrope.

II.2.2.4. Lithographie UV

La reproduction de motif sur un substrat se fait en trois étapes :

- dépôt de résine,
- insolation,
- développement.

Les étapes	Les conditions
Application de la résine	2000 *trs/min* pendant 20 *s*
Epaisseur	1 μm
Recuit	115°*C* pendant 60 *s*
Insolation	60 mJ / cm^2
Développement	40 *s* à 20 °*C*
Rinçage	Eau déionisée 10 *s*
Séchage	Azote

Tableau II.2. Condition d'utilisation de la résine Shipley 1813

Dans un premier temps on dépose une résine positive (*Shipley 1813*) sur le substrat de silicium. Sous l'action d'une tournette (30 s à 2000 tours / min) l'épaisseur de la résine est homogénéisée. L'échantillon est ensuite recuit à 115 °C pendant 60 s sur une plaque chauffante. Le masque est ensuite posé sur l'échantillon, les motifs en chrome protégeant la résine de

l'insolation (fig.II.5.c). L'échantillon est ensuite exposé aux UV. La résine étant positive, ce sont les parties insolées qui vont être dissoutes dans une solution révélatrice (*MF319* pendant 40 s) tandis que les zones protégées auront adhéré au substrat de silicium. L'échantillon est rincé à l'eau déionisée pendant 10 *s* et séché à l'azote. Le tableau II.2 reprend les différentes étapes ainsi que les conditions d'utilisation de la résine.

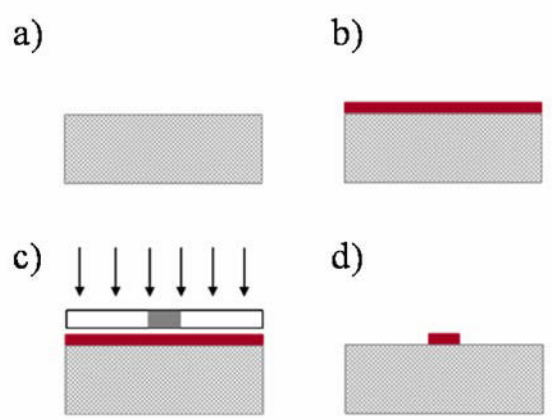


Figure II.5. Principe de la lithographie UV. b) Dépôt de résine, c) Positionnement du masque et insolation, d) Dissolution.

Un film métallique est ensuite déposé par évaporation ou par pulvérisation cathodique suivant le type d'échantillon. La troisième étape consiste à dissoudre le reste de la résine dans l'acétone. On obtient ainsi un masque métallique uniforme comportant une ouverture carrée ou rectangulaire dans notre cas.

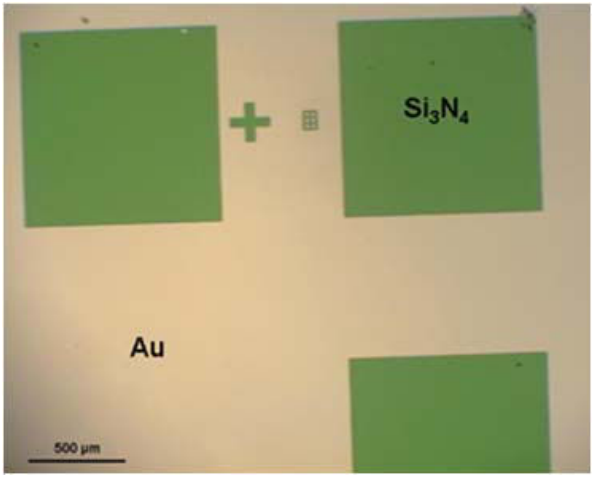


Figure II.6. Micrographie optique d'un masque d'or (jaune) sur un film de nitrure de silicium (vert).

Le choix des masques métalliques est basé sur leur résistance chimique. Dans le cas de la gravure humide, nous avons opté pour un masque d'or déposé par évaporation (fig.II.6) puisqu'il présente une bonne résistance chimique à la solution d'hydroxyde de potassium. Dans le cas des membranes de silicium, un masque d'aluminium a été retenu pour sa bonne résistance à la gravure sèche (*Deep Reactive Ion Etching*).

II.2.2.5. Dépôt Physique en phase Vapeur

Pour déposer un film mince sur un substrat, il existe plusieurs méthodes. On distingue deux catégories de dépôt :

- les dépôts par voie chimique (CVD : *Chemical Vapor Deposition*) faisant intervenir une réaction chimique entre deux gaz,
- les dépôts physiques (PVD : *Physical Vapor Deposition*) employant des plasmas.

Les techniques de dépôt PVD sont utilisées à plusieurs reprises dans notre procédé d'élaboration de membrane, dans un premier temps pour déposer un masque (or ou aluminium) mais également pour déposer le film métallique à déformer.

Le but de cette technique est d'obtenir (par effet joule) une vapeur du matériau, que l'on souhaite déposer sur un substrat. Cette opération se fait sous vide pour limiter la collision entre particules lors de leur déplacement de la source au substrat (fig.II.7).

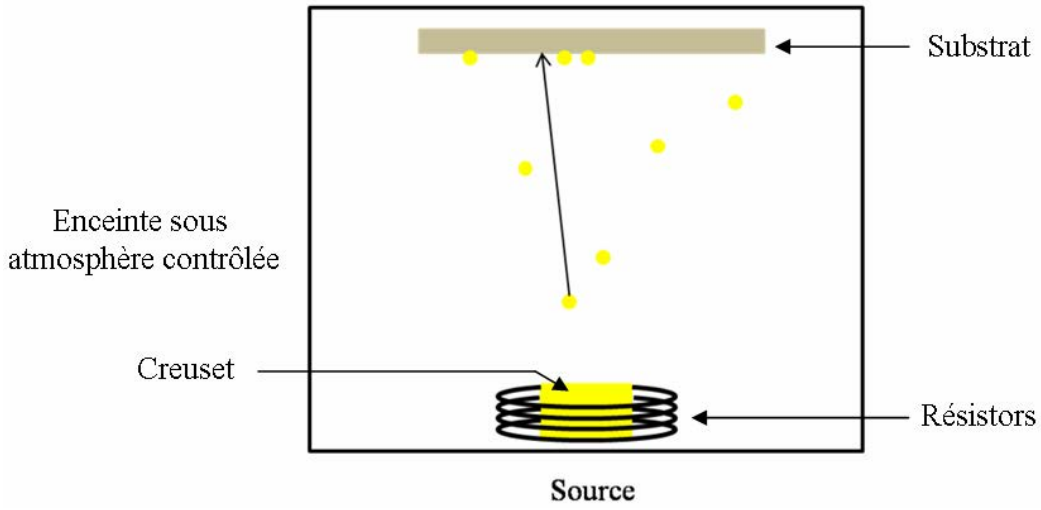


Figure II.7. Schéma de principe de l'évaporation thermique.

Le masque est composé d'une couche d'accrochage en titane de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et d'un film d'or d'une centaine de nanomètres. La même méthode a été utilisée pour préparer les films d'or utilisés dans cette étude. Ils sont déposés par évaporation thermique à une vitesse de 0.2 angström par seconde pour le film de titane et de 1 angström par seconde pour le film d'or (tableau II.3).

Paramètres	**Condition du dépôt d'or**	**Condition du dépôt de titane**
Température (*°C*)	50	50
Pression (*mbar*)	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$
Gaz	Ar	Ar
Vitesse de dépôt (*Å/s*)	0.8 - 1.2	0.1 - 0.2
Epaisseur du masque *(nm)*	100	15
Epaisseur du film *(nm)*	De 100 à 300	15

Tableau II.3. Paramètres de dépôts des films minces d'or et de titane par évaporation.

Dans le cas des membranes de Silicium, un masque d'aluminium est déposé par pulvérisation cathodique (fig.II.8). Pour obtenir une phase vapeur, une cible est pulvérisée par un plasma créé par bombardement ionique d'un gaz neutre. Les atomes arrachés de la cible vont se déposer sur un substrat. Le dépôt se fait de manière dirigée ce qui influence la microstructure et la morphologie. L'un des inconvénients de cette technique provient du fait que des impuretés non désirées (atomes d'argon par exemple) peuvent être piégées dans le film. Les conditions de dépôt du film sont résumées dans le tableau II.4.

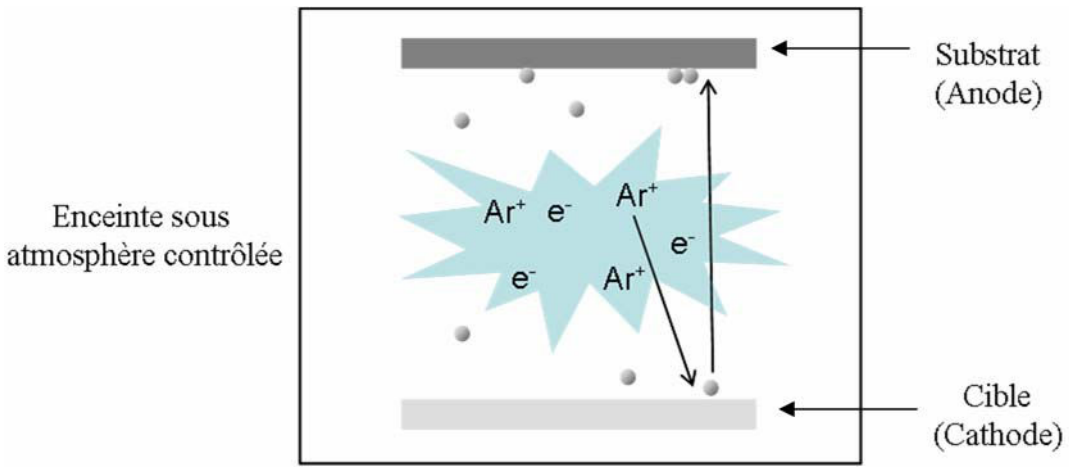


Figure II.8. Schéma de principe de la pulvérisation cathodique.

Paramètre	Condition de dépôt
Cible	Aluminium
Puissance	DC100 *W*
Gaz	Argon (16 *sccm*)
Pression	0.0029 *mbar*
Durée du dépôt	120 *s*
Température du porte substrat	33 °*C*
Epaisseur	125 *nm*

Tableau II.4. Condition de dépôt de l'aluminium par pulvérisation.

II.2.2.6. Micro-usinage de la membrane

Le but de cette étape est de transférer le motif défini par le masque métallique sur l'échantillon. On distingue deux types de technique : les gravures humides s'appuyant sur des solutions d'attaque chimique, et les gravures physiques (ou sèches) utilisant des gaz réactifs.

a) Gravure humide anisotrope

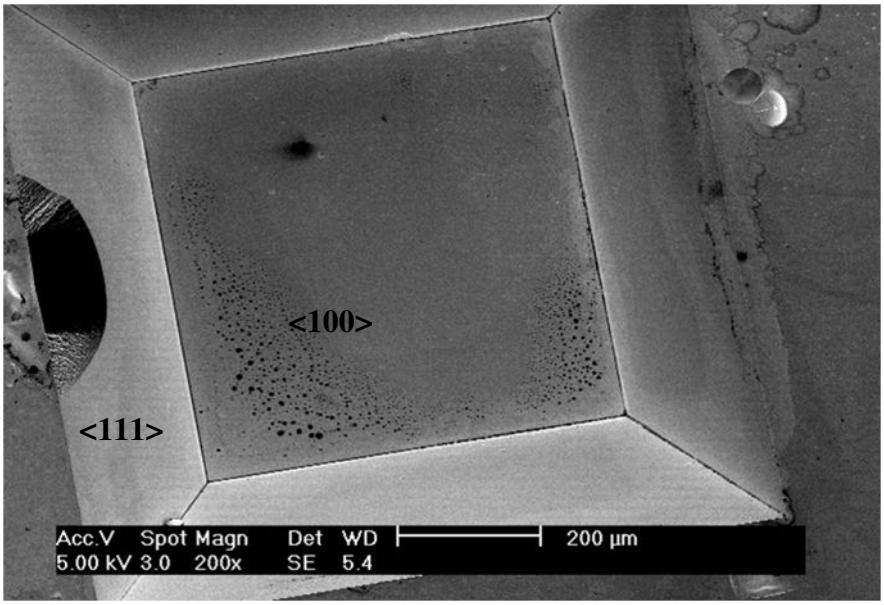


Figure II.9. Micrographie d'une membrane d'or obtenu par attaque chimique.
Les plans <111> constituent le bord de la membrane.

La gravure humide anisotrope est une technique d'attaque chimique utilisant un réactif qui grave préférentiellement certains plans cristallins du silicium. Dans le cas d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH), ce sont les plans {100} se dissolvent plus rapidement que les plans {111}. Les côtés des trous formés sont définis par les plans {111} avec un angle de 54,7° avec la surface {100}. Cette méthode permet d'obtenir une excellente précision sur les motifs (fig.II.9).

Le processus chimique de cette attaque n'est pas encore bien connu. La vitesse d'attaque est liée à la densité d'atomes présents dans les plans cristallographiques et aux nombres de liaisons Si-Si exposées à la solution **[II.9, II.10]**.

Pour optimiser l'attaque nous devons choisir la concentration de la solution ainsi que la température d'attaque. En effet, en jouant sut la concentration en ions OH^- nous pouvons attaquer plus ou moins sélectivement les plans (100) vis à vis des plans (111) du silicium.

Le but d'une bonne attaque étant d'avoir une vitesse d'attaque convenable ainsi qu'une bonne sélectivité entre les différents plans cristallins, le choix d'une solution de 10 M (soit 40 % en masse) en KOH à une température de 60°C a été fait, soit une vitesse de 20 µm par heure pour un plan {100} (fig.II.10) **[II.10, II.11]**.

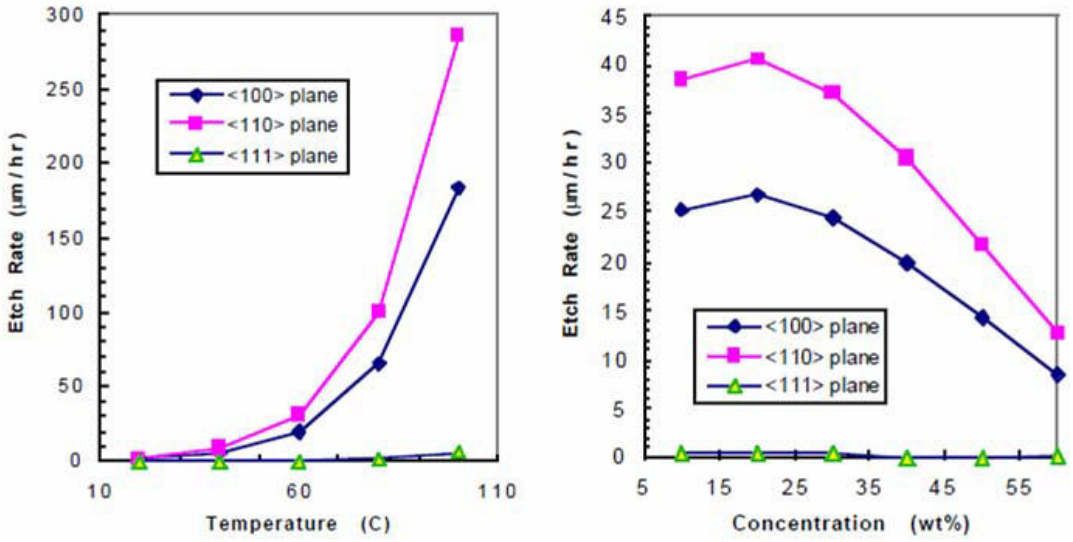


Figure II.10. Vitesse d'attaque du silicium en fonction de la température pour une concentration de 40 % massique (à gauche), et de la concentration à 60 °C (à droite) **[II.12]**.

Les vitesses d'attaque données ici sont des vitesses moyennes : le centre des trous se creuse en général plus vite que les bords. La première zone du film exposée doit donc pouvoir

résister au réactif d'attaque assez longtemps pour permettre au trou formé de s'étendre jusqu'au bord de la fenêtre. Alternativement, on peut déposer une couche d'arrêt entre le substrat et le film. Cette couche va protéger le film en fin d'attaque, et devra être retirée ensuite. Dans le cas d'une membrane de silicium préparée à partir d'une plaquette de SOI, c'est la couche de SiO_2 qui joue le rôle de barrière.

Pour les membranes de silicium, il est important de considérer le rapport des vitesses entre la couche d'arrêt de SiO_2 (400 nm d'épaisseur) et le film de silicium. La figure II.11 présente les vitesses d'attaques de l'oxyde de silicium en fonction de la température. La vitesse d'attaque à 60°C pour une solution à 42 % massique est d'environ 0.1 µm/h, soit un rapport des vitesses de l'ordre de 200 entre le silicium et son oxyde (fig.II.11, à droite) ce qui permet d'arrêter l'attaque de la couche d'oxyde (environ 4h) en préservant le film de silicium.

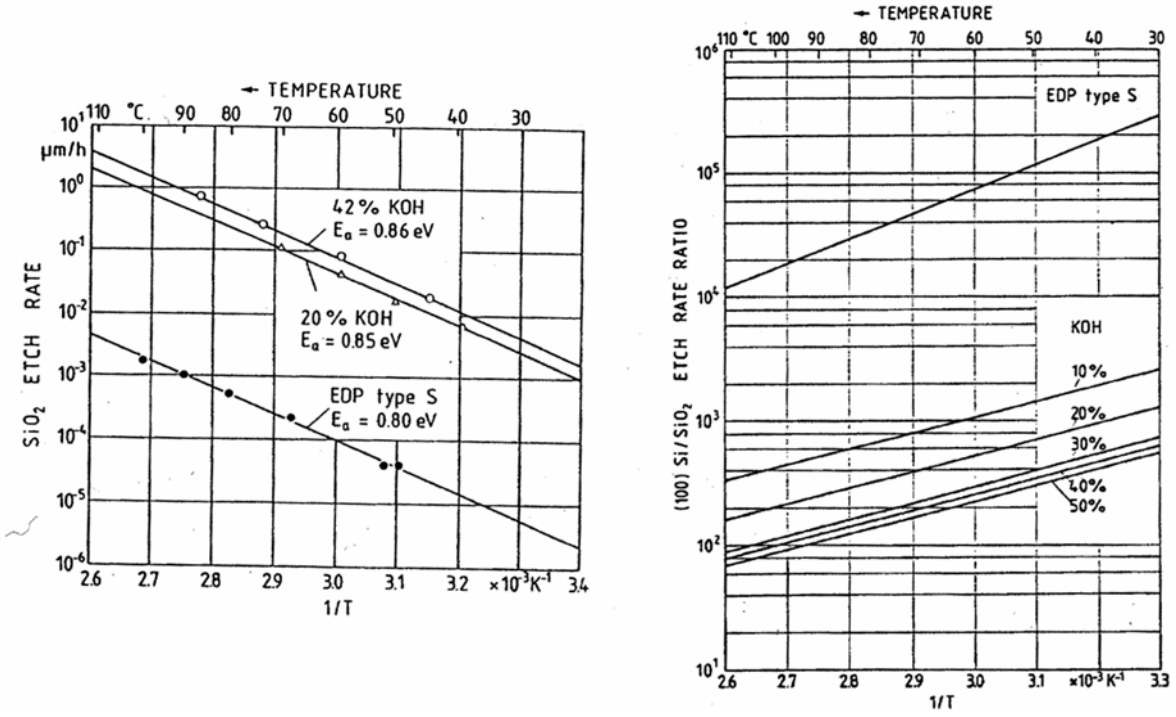


Figure II.11. Vitesse d'attaque de l'oxyde de silicium en fonction de la température pour une concentration de 42 et 20 % massique (à gauche). A droite : rapport des vitesses d'attaque entre les plans (100) du silicium et l'oxyde de silicium, en fonction de la concentration et de la température **[II.13]**.

Quelques précautions sont à prendre pendant l'attaque :

- Il est nécessaire de protéger le film métallique pendant l'attaque. Ici, le film est protégé par une plaque de verre. Une feuille de papier est glissée entre la plaque de verre et l'échantillon pour empêcher le film d'adhérer à sa surface. L'étanchéité

est assurée par un joint de silicone qui enrobe les contours de l'échantillon (fig.II.12).

➢ L'attaque s'effectuant à 60°C, il est important de recouvrir la solution pour limiter les variations de concentration de la solution alcaline par évaporation de l'eau. Un changement de concentration entraînerait des changements de vitesse d'attaque augmentant la rugosité de la surface **[II.10]**.

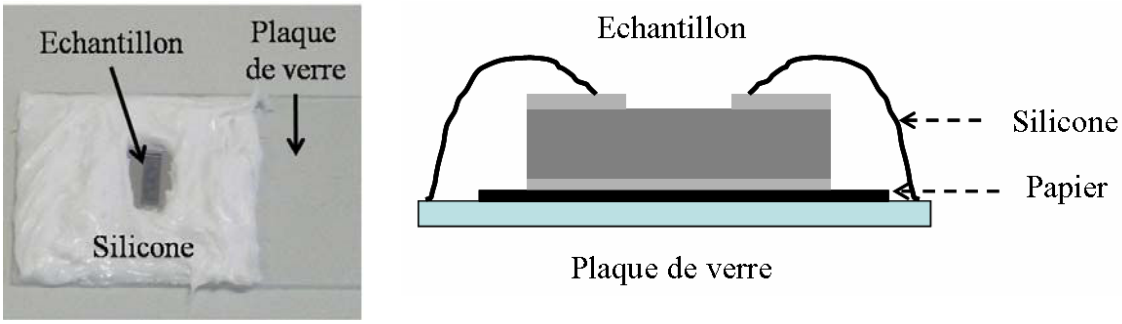


Figure II.12. A gauche, photographie d'un échantillon avant attaque ; à droite, schéma de l'échantillon en coupe, avant attaque.

A la fin de l'attaque, le film doit être soigneusement nettoyé dans un bain d'eau distillée pour éliminer les traces d'hydroxyde de potassium (fig.II.9). Il est préférable d'effectuer un premier nettoyage à chaud (60 °C) pour faciliter la dissolution de l'hydroxyde de potassium, puis un bain d'eau distillée à température ambiante. Le séchage de l'échantillon se fait à l'air libre.

b) Gravure humide isotrope

Dans le cas des plaquettes de SOI, une attaque isotrope est nécessaire pour dissoudre la couche d'oxyde de silicium. Quelques dizaines de secondes d'immersion dans une solution d'acide fluorhydrique concentrée (40 %) suffisent à dissoudre l'oxyde. L'attaque est suivie de plusieurs rinçages à l'eau distillée.

c) Gravure physique : DRIE (*Deep Reactive Ion Etching*)

La DRIE **[II.14]** est un procédé de gravure profonde alternant un cycle d'attaque et un cycle de passivation portant le nom de procédé *BOSCH* **[II.15]** (fig.II.13).

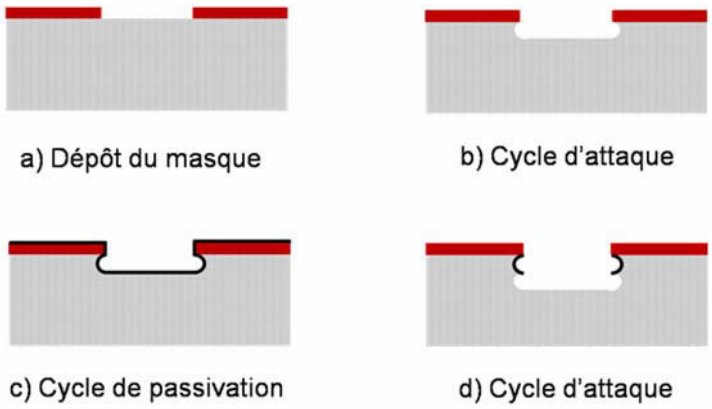


Figure II.13.a)-d) Schéma de principe des différentes étapes de la gravure sèche.

La première phase consiste à attaquer le silicium pendant un temps très court avec un plasma de SF_6 formant un trou carré ou rectangulaire (en fonction du masque utilisé) dans le substrat. Dans un second temps, une couche de protection en téflon est déposée sur toute la surface (fig.II.13.a). Ensuite un nouveau cycle d'attaque est effectué, formant un nouveau trou dans l'échantillon (fig.II.13.d).La nature isotrope de l'attaque provoque une rugosité des flans acceptable pour notre application (fig.II.13.d).

L'utilisation de la gravure profonde (DRIE) pour retirer le silicium du substrat jusqu'à la couche d'arrêt (SiO_2) a été envisagée. Cependant cette technique ne permet pas d'obtenir une bicouche SiO_2/Si puisque celle-ci se rompt à la fin de l'attaque à cause de la forte contrainte interne. Le film d'oxyde subit en effet une très faible contrainte de compression. Une fois la bicouche Si/SiO_2 libérée, celle-ci va flamber, et le film de Si va être sollicité en traction. Nous avons donc opté pour une combinaison des deux techniques de gravure : DRIE et gravure humide.

Pour obtenir des membranes de silicium, la gravure sèche est arrêtée à une centaine de microns (~ 150 µm) de la couche d'arrêt, la gravure étant ensuite terminée par voie humide en utilisant une solution de KOH (fig.II.14 et II.15). La dernière étape consiste à enlever la couche d'oxyde de silicium par une attaque humide isotrope (acide fluorhydrique). En quelques secondes le film d'oxyde est dissout, et par la même occasion la contrainte résiduelle présente dans le film de silicium disparaît (fig.II.16).

Figure II.14. Micrographie optique d'une bicouche silicium/oxyde de silicium obtenue en combinant deux techniques de gravure (DRIE/KOH). On note un flambage important dû à la présence d'une contrainte en compression.

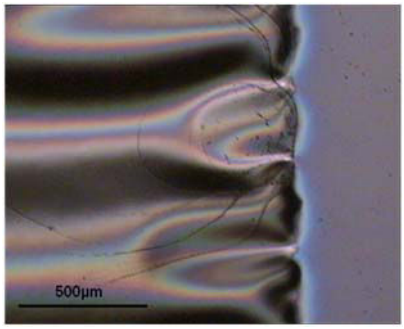


Figure II.15. Micrographie optique d'une membrane de silicium après gravure sèche et avant attaque HF. Le film de silicium est en compression à cause de la présence d'une couche d'arrêt d'oxyde de silicium.

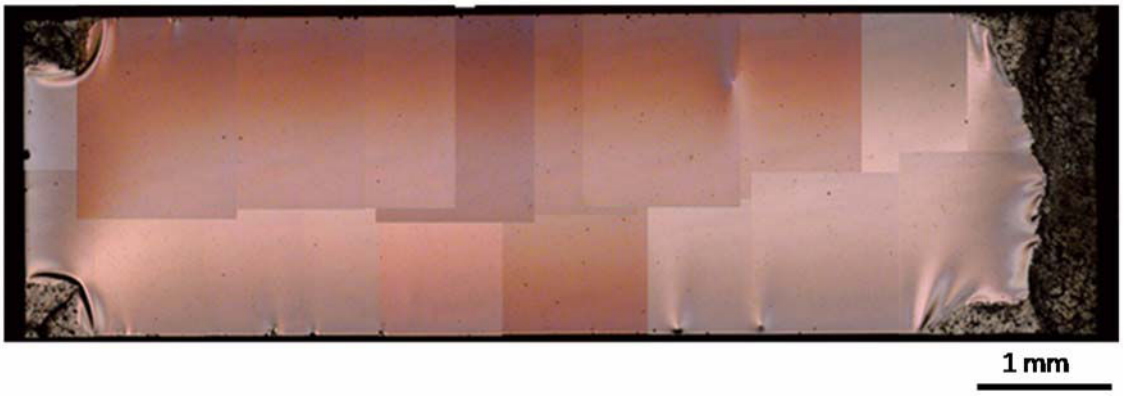


Figure II.16. Micrographie optique d'une membrane de silicium après attaque chimique isotrope (HF). On note la disparition des ondulations.

II.2.2.7. Défauts des films déposés après gravure

Cette procédure comporte néanmoins quelques inconvénients (fig.II.17 et II.18) :

- Suite à l'attaque chimique le film d'or peut présenter de nombreux défauts à sa surface (jusqu'à 100 défauts par mm^2 dans certains cas), bien qu'il soit chimiquement inerte en milieu alcalin. Ces défauts résulteraient du caractère directionnel de la méthode de dépôt utilisée ainsi que de la présence d'impuretés. Le film ne recouvrant pas totalement les poussières superficielles, la solution a pu malgré le masque attaquer le silicium sous jacent (fig.II.17). La taille des trous peut varier entre 10 et 200 µm.

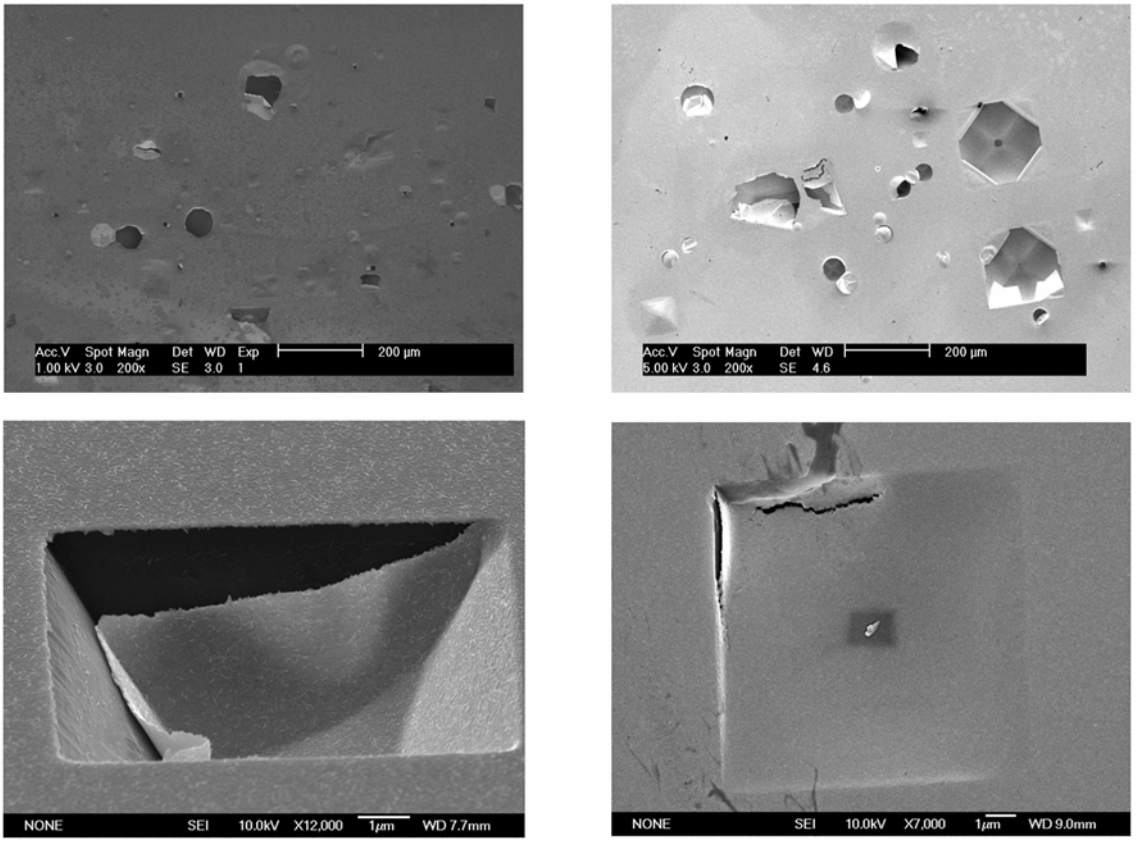


Figure II.17. Micrographie de défauts de surface sur un dépôt d'or observé après une gravure humide. On remarque la présence d'une impureté au centre de l'image ainsi que l'effondrement du film suite à la gravure du silicium.

- La réussite d'un échantillon dépend du déroulement de l'attaque. Dans certains cas la vitesse de gravure est inhomogène en raison d'un dégagement gazeux

provenant de la réaction chimique entre le silicium et la solution d'hydroxyde de potassium. Au cours de l'attaque, des bulles apparaissent et peuvent rester à la surface de la membrane entraînant une diminution de la vitesse de gravure dans ces zones. Pour que la vitesse d'attaque reste en moyenne identique sur toute la surface de gravure, il est préférable d'obtenir un dégagement gazeux lent. La figure II.18 montre les défauts observés à la surface du film d'or peu de temps avant la fin de l'attaque. La rugosité du silicium met en compression le film d'or, favorisant l'endommagement du film (fissuration).

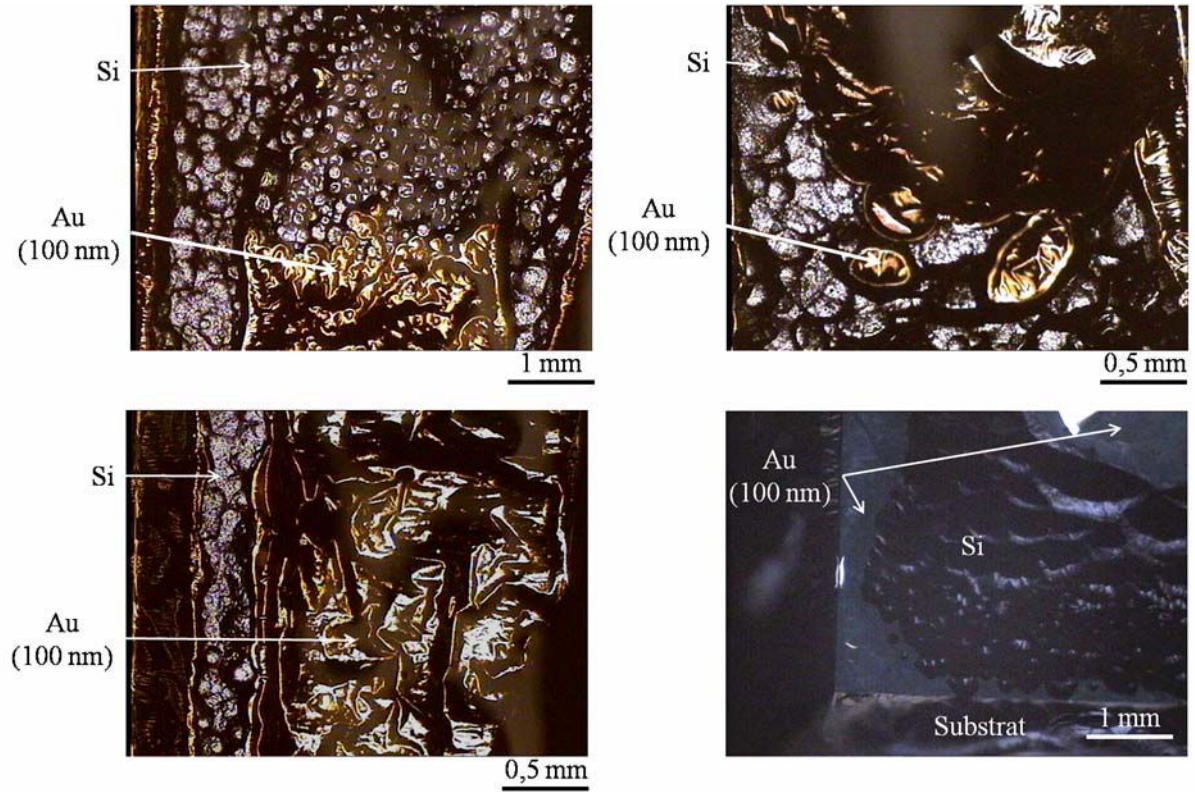


Figure II.18. Micrographie optique en réflexion et en transmission (en bas à droite) d'une membrane d'or de 100 nm d'épaisseur avant la fin de la gravure chimique.

La mise au point des techniques d'élaborations a donc été primordiale pour la suite de ce travail. La procédure choisie permet d'obtenir des éprouvettes avec les caractéristiques nécessaires à un essai de gonflement.

II.2.3. Caractérisation microstructurale

II.2.3.1. Microscope optique

Les échantillons sont systématiquement observés en microscopie optique en réflexion pour observer la régularité de la géométrie de l'éprouvette (grossissement (x 5) et (x 20)), avec une précision de 1µm. Les défauts des échantillons (trous, fissures…) sont observés en transmission.

II.2.3.2. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est utilisée dans cette étude pour caractériser la texture et mesurer les contraintes résiduelles présentes dans les films d'or après dépôt.

Nous utilisons deux configurations : le montage $\theta/2\theta$ et le montage θ/θ. Avant de décrire ces techniques, nous allons définir les angles suivants (fig.II.19) :

- θ : angle entre la surface de l'échantillon et la source de rayons X,
- 2θ : angle de diffraction défini par la source et le détecteur,
- χ : angle de rotation de l'échantillon autour de l'axe $\vec{S}_3 \wedge \vec{L}_3$ qui défini l'intersection du plan de diffraction avec la surface de l'échantillon,
- φ : rotation autour de la normale de l'échantillon.

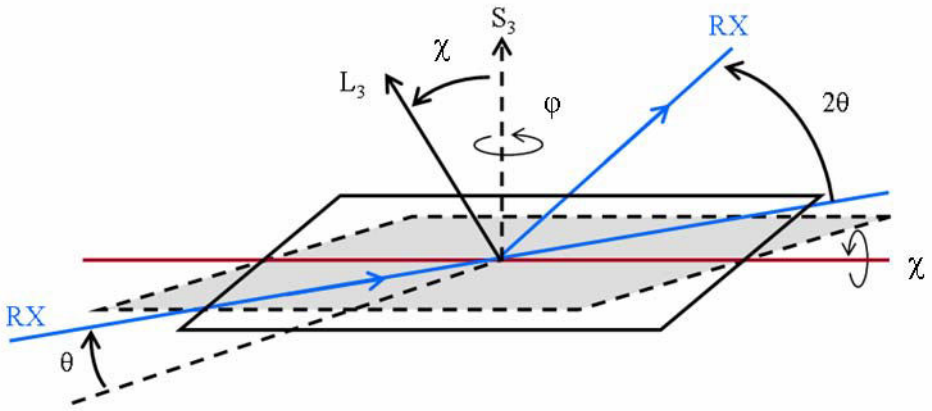


Figure II.19 : Définition des angles de diffraction. S_3 est la normale de l'échantillon, L_3 est la normale du plan de diffraction.

a) Montage $\theta/2\theta$

Un faisceau monochromatique de rayons X est envoyé sur la surface de l'échantillon faisant un angle θ avec la surface. Le détecteur, placé en 2θ, récupère les faisceaux diffractés par les plans en position de Bragg (fig.II.20). Les différentes positions $\theta/2\theta$ sont obtenues par rotation de l'échantillon et du détecteur. Les pics enregistrés correspondent aux familles de plans en position de diffraction.

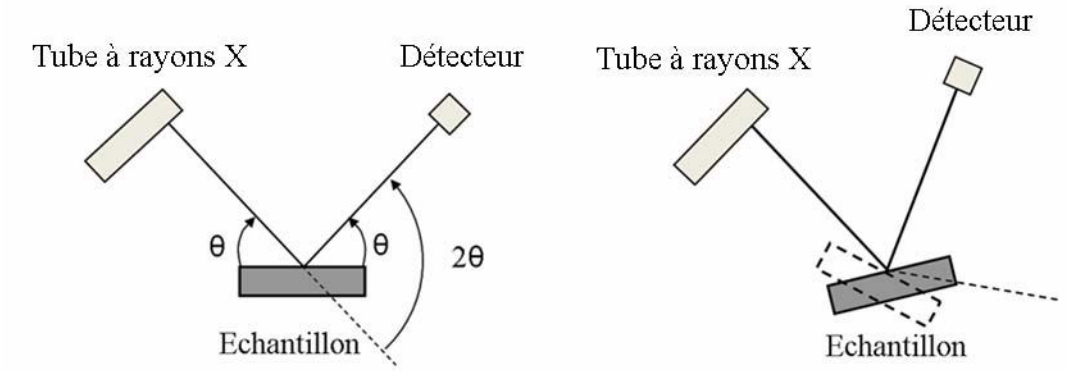


Figure II.20. Configuration du montage $\theta/2\theta$, les positions de Bragg sont obtenues en déplaçant l'échantillon et le détecteur respectivement d'un angle θ et 2θ. La source reste fixe. Le montage utilisé permet une rotation de l'échantillon perpendiculaire au plan de diffusion.

Ces mesures permettent de caractériser la position des plans de diffraction perpendiculaire aux plans de diffusions.

Les analyses ont été effectuées sur un diffractomètre de type *BRUKER D8 advance*. Le montage utilise un rayonnement monochromatique du cuivre $K_{\alpha 1}$ (λ ~ 1.54 Å) avec une tension de source de 40 kV et un courant de 40 mA. Les acquisitions ont été effectuées pour des angles de Bragg 2θ compris entre 10° et 120°. Le détecteur est assuré par un détecteur PSD de 3° d'angle. Les diffractogrammes enregistrés sont ensuite comparé avec la base de données des poudres JCPDS.

b) Montage θ/θ à géométrie d'Euler

Dans cette configuration, le tube à rayons X et le détecteur se déplace respectivement d'un angle θ par rapport à la surface de l'échantillon (fig.II.21).

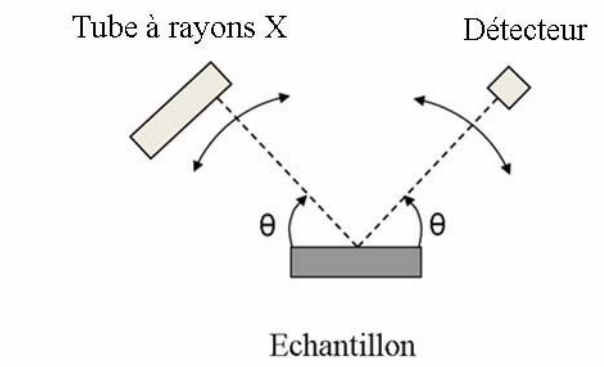


Figure II.21. Montage θ/θ.

Cette méthode permet de caractériser la texture de nos échantillons en traçant des figures de pôles (fig.II.22) qui répertorient la distribution dans l'espace d'un type de plan (hkl) donné.

On utilise un diffractomètre 4 cercles à géométrie d'Euler, équipé d'une anode de cobalt et d'une lentille. Les mesures sont effectuées ici en faisceau parallèle et la détection est assurée par un détecteur ponctuel à santillation. Dans ce cas, la tension de source de 40 kV et le courant de 35 mA. Les acquisitions sont effectuées pour des positions de Bragg connues et mesurées grâce à la méthode précédente. Nous examinons principalement les familles de plans {111}, {200} et {311}. Les mesures sont effectuées de la manière suivante : pour une famille de plans, on fixe χ et on fait varier φ de 0° à 360°. On répète l'opération pour différentes valeurs de χ. Dans notre cas, $0° < \chi < 80°$ avec un pas de 1°.

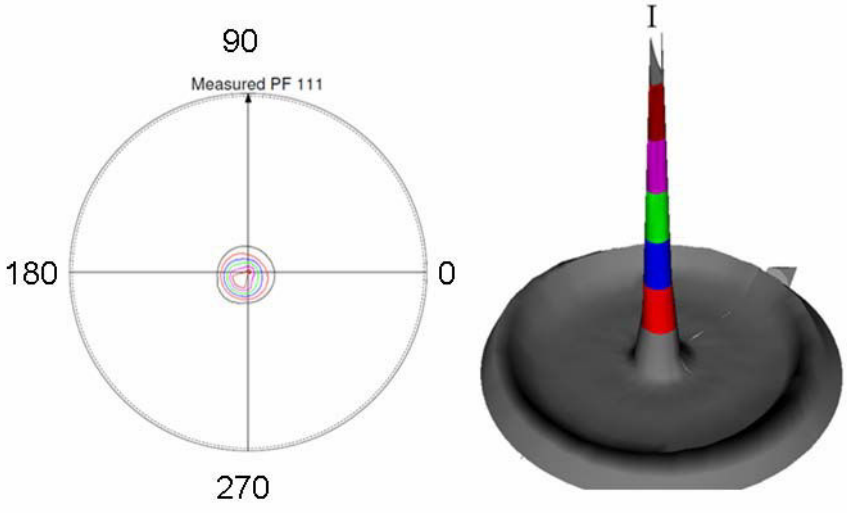


Figure II.22. Figure de pôle [111] d'un film d'or de 300 nm révélant une texture de fibre suivant la direction[111] avec une légère désorientation par rapport au plan du substrat. A gauche la distribution de l'intensité représentée par des courbes d'isointensité, à droite la distribution en 3D.

c) Méthode des $\sin^2\psi$

Pour déterminer de manière plus précise les contraintes résiduelles, on utilise la méthode des $\sin^2\psi$ **[II.16, II.17]**.

En effet, la déformation est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0}$$

En exprimant, $\varepsilon_{\varphi\psi}$ en fonction de déformations ε_{ij}, puis en fonction de σ_{ij}, on obtient **[I.18]**:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E}\left(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi - \sigma_{33}\right)\sin^2\psi$$
$$+ \frac{1+\nu}{E}\left(\sigma_{13}\cos\ \varphi + \sigma_{23}\sin\varphi\right)\sin 2\psi$$
$$+ \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}\left(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}\right)$$

Dans le cas ou les contraintes de cisaillement sont nulles, la déformation varie linéairement avec $\sin^2\psi$ et lorsque la contrainte est plane alors on a:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E}\left(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi - \sigma_{33}\right)\sin^2\psi - \frac{\nu}{E}\left(\sigma_{11} + \sigma_{22}\right)$$

Ainsi on mesure les distances interréticulaires (soit $\varepsilon_{\varphi\psi}$) pour différents angles ψ (fig.II.19). La première mesure se fait à $\psi = 0$ et permet d'obtenir directement la déformation plane de l'échantillon.

II.2.3.3. Microscopie électronique

a) Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (*Phillips XL30*) permet d'obtenir grandissements beaucoup plus importants qu'en microscopie optique, de l'ordre de 200 000 soit une résolution de 3.5 nm. Cette technique utilise un faisceau d'électron focalisé afin d'obtenir une taille de sonde très petite qui va ensuite balayer la surface de l'échantillon. Lors de l'irradiation de l'échantillon plusieurs types d'électrons vont être émis permettant ainsi, en fonction du détecteur utilisé, de caractériser l'échantillon. Ces interactions électrons - matière sont responsables des différents contrastes observés. Nous utilisons principalement le contraste de topographie qui permet d'observer les reliefs de l'échantillon dus à des défauts présents en surface (joints de grains, rayures de polissage…). Ce contraste est obtenu à partir

des électrons secondaires ou rétrodiffusés. On distingue les contrastes d'inclinaison (taux d'émission plus importante) et les contrastes d'ombrage dû au fait que le détecteur ne voit pas toutes les zones de l'échantillon.

Outre l'imagerie, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) peut être effectuée au MEB. Cette technique est obtenue à partir d'un échantillon placé sous un faisceau d'électron avec un angle d'incidence de 70°. Les électrons du faisceau incident sont diffractés par les plans atomiques de la cible suivant un angle défini par la loi de Bragg. Chaque plan diffractant crée un cône de diffraction et est collecté par un détecteur composé d'un écran fluorescent couplé à une caméra CCD. La configuration de l'appareil est telle que ces cônes viennent frapper le détecteur formant des lignes de *Kikuchi*. Celles-ci seront par la suite interprétées par le logiciel *TLS OIM*.

Du fait de l'inclinaison de l'échantillon, la résolution spatiale (longitudinale et latérale) est asymétrique. Dans notre cas elle est comprise entre 20 nm et 100 nm en fonction des échantillons **[II.19]**.

Les conditions de travail de l'analyse EBSD sont répertoriées dans le tableau suivant.

Paramètre	**Conditions**
Tension d'accélération	25 *keV*
Distance de travail	15 *mm*
Taille de spot	5 ou 6
Balayage	0.1 μm

Tableau II.5. Conditions d'analyse EBSD.

Cette méthode nous permet d'obtenir une cartographie de la surface de l'échantillon et ainsi de connaitre la taille et l'orientation de chaque grain ce qui est un net progrès vis à vis de la diffraction des rayons X qui donne la texture globale de l'échantillon.

Cependant, cette technique ne peut être utilisée plus de 3 heures sur les films d'or à cause d'une contamination de la surface de l'échantillon. Les lignes de *Kikuchi* deviennent alors de plus en plus difficiles à indexer à cause de la diminution de l'émission d'électrons rétrodiffusés.

b) Microscopie électronique en transmission

Cette technique consiste à placer un échantillon sous un faisceau d'électrons qui donnent naissance à une image par l'intermédiaire d'une lentille objectif. Celle ci est ensuite projetée sur un écran fluorescent par le biais de lentilles électromagnétiques. Cette méthode requière des échantillons très fins permettant au faisceau de le traverser.

Nous avons observé deux types de lame minces :

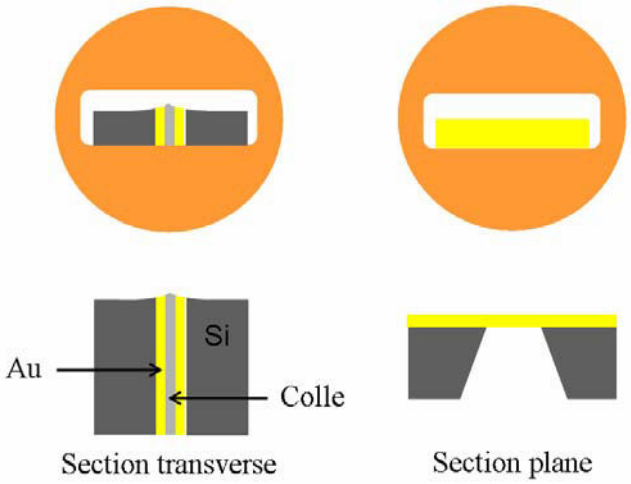


Figure II.23. Exemple de coupe observée au MET. A gauche une section transverse en vue de dessus, à droite une section plane vue du dessus (haut), vue en coupe (bas).

- Section plane (fig.II.23 à gauche) :

Des morceaux de films sont récoltés puis collé sur une grille de cuivre. Pour pouvoir observer ces échantillons au microscope électronique, la lame est amincie par amincissement ionique (PIPS : *Precision Ion Polishing System*). Pendant cette étape, le bord de l'échantillon est bombardé par un faisceau d'ions argon provenant de deux canons placés de part et d'autre de l'échantillon permettant d'amincir les deux faces en même temps. L'angle d'incidence du faisceau peut varier de -10° à + 10° et l'échantillon tourne autour de son axe pour conserver des surfaces régulières. Les conditions utilisées pour nos échantillons sont répertoriés dans le tableau II.6.

Paramètre	Condition
Rotation	3 rpm
Energie	3 *keV*
Angle d'attaque	$^{+}/_{-}$ 5°
Durée de l'amincissement	De 2 à 5 *min*

Tableau II.6. Conditions de l'amincissement ionique.

- Les sections transverses (fig.II.23 à droite) :

Elles sont obtenues par polissage mécanique en utilisant la technique tripode. La lame est composée de 3 morceaux de plaquettes de silicium de 1 cm de long sur 2 mm de large sur lesquelles ont été déposés le film. Ils sont collés dans la longueur de façon à obtenir un sandwich (alternant masque / substrat / film / colle Gatan (ref. 601-07270)) d'une épaisseur d'environ 1 mm. Des lamelles de 700 µm d'épaisseur sont coupées à la scie à fil (fig.II.24).

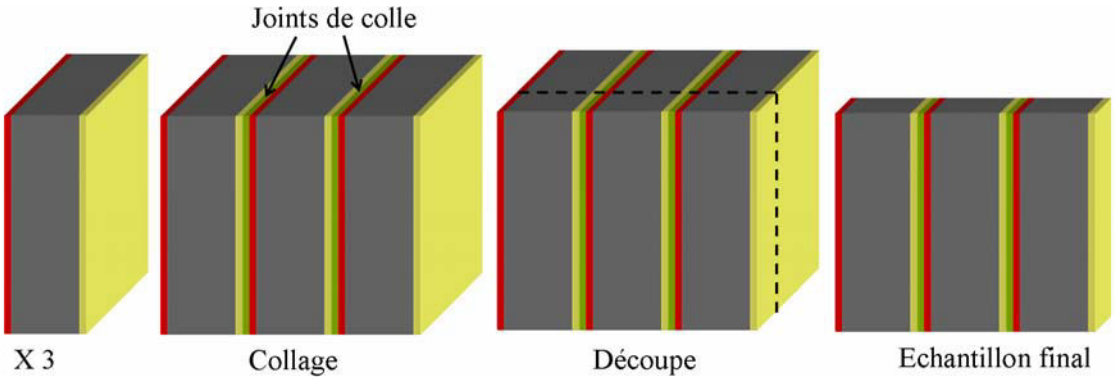


Figure II.24. Fabrication d'une lame mince en coupe transverse.

La première face de l'échantillon est polie mécaniquement en utilisant des disques de différentes granulométries (30 µm, 15 µm, 6 µm, 3 µm, 1 µm puis 0,5 µm), puis un polissage mécano-chimique à la silice colloïdale permet d'obtenir un poli miroir.

L'échantillon est ensuite retourné et poli de la même manière mais en l'inclinant d'environ 400 µm permettant de polir en biseau. Pour cette étape, le changement de papier s'opère en fonction de l'épaisseur de la lame (Tableau II.7).

Papier	Épaisseur de la lame (t)
30 µm	t > 150 µm
15 µm	150 µm > t > 80 µm
6 µm	80 µm > t > 40 µm
3 µm	40 µm > t > 15 µm
1 µm	Rouge – Orange
0,5 µm	Jaune

Tableau II.7. Condition de polissage

L'épaisseur est mesurée à l'aide d'un microscope optique en transmission. Lorsque la lame devient jaune en transmission et que des franges d'interférences sont observables en bordure de l'échantillon, le polissage est terminé. Pour la dernière étape, on utilise également un polissage mécano-chimique à la silice colloïdale pour enlever les dernières rayures.

Il est parfois nécessaire de passer l'échantillon à l'amincisseur ionique pour réduire l'épaisseur du joint de colle.

Les lames minces obtenues sont caractérisées à l'aide du microscope *Phillips CM200*. Pour observer les échantillons, nous avons utilisé principalement le contraste de diffraction en combinant mesures de diagramme de diffraction et observations en deux ondes champ clair (faisceau transmis) et champ sombre (faisceau diffracté). Le MET est utilisé dans notre cas pour caractériser la microstructure (morphologie et taille de grains) et les défauts (macles de croissance, dislocations,…) des films minces **[II.20]**.

II.3. Dispositif expérimental de l'essai de gonflement

L'enceinte et les différentes parties du montage sont construites en acier inoxydable.

La base du système est une bride CF 250 portant neuf ouvertures :

- une ouverture pour la mise sous pression,
- trois ouvertures pour des tiges en acier terminées par une tête hexagonale, qui permettent de fermer le circuit de mise sous pression en vissant un piston.

- une ouverture pour l'arrivée et la sortie d'eau du circuit de refroidissement,
- une ouverture pour l'alimentation des résistances pour le chauffage de l'échantillon,
- trois ouvertures pour brancher les thermocouples.

Le porte échantillon est vissé sur un anneau muni d'une sortie et d'une entrée d'eau. Cette partie est fixée à la bride par trois pattes en acier et reliée au circuit de refroidissement. Cet ensemble est placé au dessus de l'arrivée d'air (ou de gaz). L'étanchéité du circuit de mise sous pression est assurée par un piston qui vient se coller sur la partie inférieure du porte-échantillon.

Pour la partie haute température (fig.II.27), des résistances en graphite sont placées de part et d'autre de l'échantillon. Un capot refroidi à l'extérieur est placé au dessus de celui-ci. Il se connecte au circuit de refroidissement et également à l'alimentation par le biais de connections en cuivre. L'ensemble de l'essai est donc placé dans une enceinte à vide reliée à une pompe turbo moléculaire pour préserver les échantillons de l'oxydation (fig.II.26). L'étanchéité de l'enceinte est assurée par un joint *viton* à la base et par un joint de cuivre CF250 pour la partie supérieure.

La mesure de la déflexion se fait par interférométrie laser (1D ou 2D). La partie supérieure de l'enceinte sous vide comporte un hublot en saphir pour permettre aux appareils de mesurer la déflexion de la membrane à haute température.

Pour positionner correctement l'interféromètre, un bâti est construit autour de l'essai et l'enceinte est placée sur un système à roulement à billes pour régler de l'assiette (fig.II.25).

Les différentes parties du montage sont décrite de manière plus précise dans les paragraphes suivants.

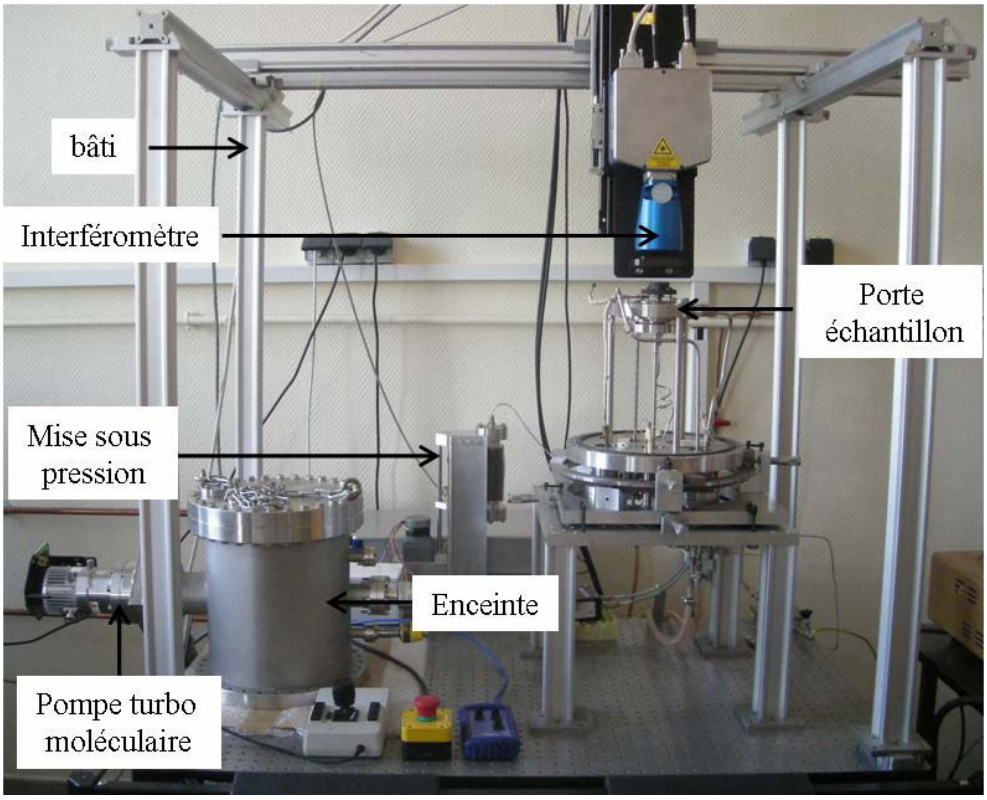


Figure II.25. Photographie d'ensemble du montage.

a)

b)

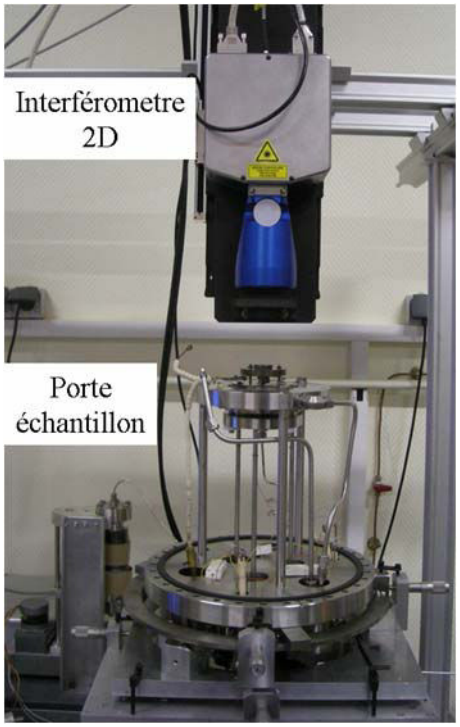


Figure II.27. Photographies du montage à température ambiante. a) interféromètre 1D avec l'utilisation d'un miroir, b) interféromètre 2D.

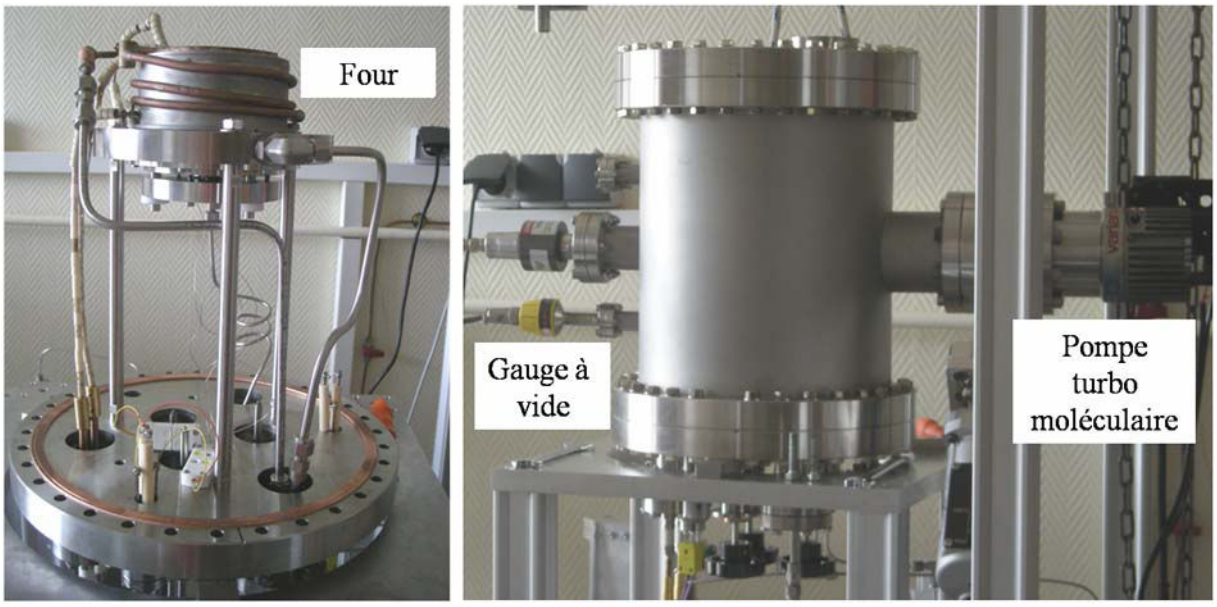


Figure II.27. Photographies du montage haute température.

II.3.1. Fixation de l'échantillon

Nous avons choisi pour fixer l'échantillon un système à vis représenté ci dessus (fig.II.28, II.29).

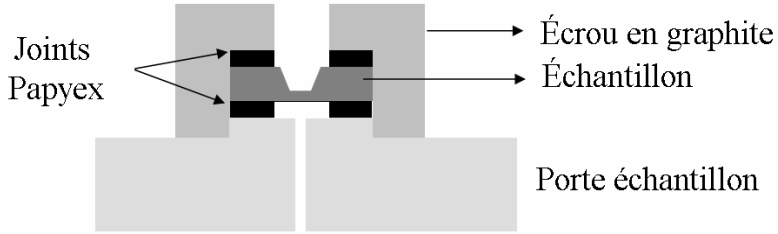


Figure II.28. Fixation de l'échantillon.

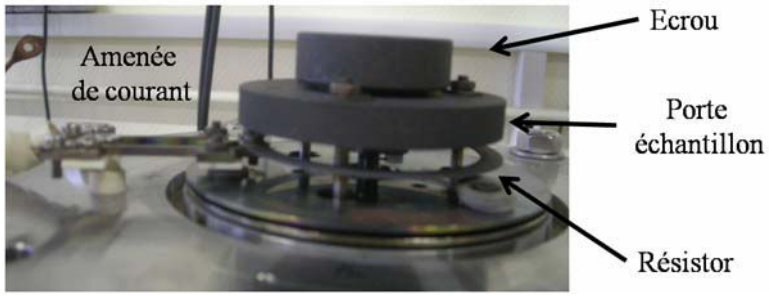


Figure II.29. Photographie du porte échantillon.

Il comporte une base en graphite percée dans l'épaisseur permettant l'arrivée de l'air comprimé. L'échantillon est placé au dessus de la cavité avec de chaque côté des joints en carbone (*Papyex I 980 Carbone lorraine*) de 380 µm d'épaisseur assurant l'étanchéité. Ensuite un écrou en graphite est vissé sur la partie supérieure.

Fixer l'échantillon sans l'endommager est l'une des étapes les plus délicates. Il est important de trouver le serrage optimal pour éviter toute fuite de gaz, sans endommager l'échantillon ou introduire de contraintes mécaniques.

Avec ce système, des contraintes de traction supplémentaires sont induites dans l'échantillon. Nous l'avons tout de même choisi puisqu'il nous permet de mettre en traction les films sous contrainte de compression en ajustant le serrage.

Cette partie du montage est la plus sujette aux micro-fuites qui résultent notamment de la qualité des membranes et du serrage de l'échantillon. Ces fuites proviennent généralement de la présence de trous sur de la plaquette de silicium apparaissant pendant l'étape de gravure. Ainsi, pour minimiser ces fuites nous retournons l'échantillon, le coté film se retrouvant au-dessus de la cavité (fig.II.28). Cette disposition permet également d'éviter le décollement du film pendant l'essai mécanique.

II.3.3. Système de mise sous pression

La pression doit être contrôlée de manière précise. Nous avons choisi un soufflet relié à un moteur pas à pas hybride unipolaire qui permettra de réguler la vitesse de compression de l'air. Le moteur est contrôlé en envoyant des impulsions d'une fréquence donnée, proportionnelle à une tension de commande comprise entre -3 V et + 3V (*§ II.4.5*).

La pression est mesurée par un capteur de pression différentielle qui permet de mesurer en continu la différence de pression de part et d'autre d'une membrane. Il s'agit d'un capteur de pression différentiel *MKS type 670B* relié à un transducteur *616A* pouvant mesurer avec une précision allant jusqu'à 5.10^{-5} Pa.

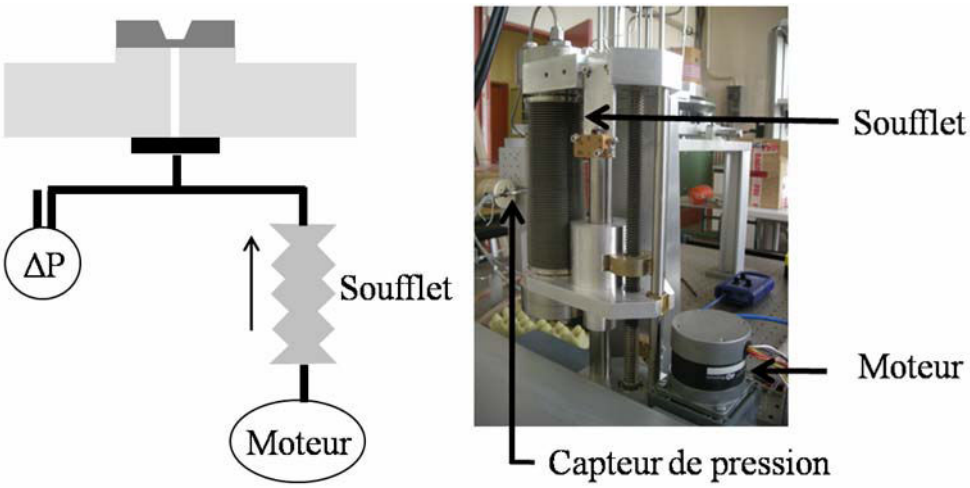


Figure II.30. Mise sous pression.

Un schéma du système de mise sous pression est présenté ci-dessus (fig.II.30). A température ambiante, la mise sous pression de la membrane est assurée en comprimant de l'air. Pour les essais à haute température, l'appareil est mis sous atmosphère contrôlée (argon). La sensibilité du capteur nécessite de prendre quelques précautions :

- la différence de pression est mesurée entre une pression de référence (la pression dans l'enceinte) et la pression de travail. Les fluctuations de pression de référence peuvent entraîner un décalage de zéro de l'appareil de mesure, obtenu initialement en égalisant les pressions de part et d'autre du capteur. Le réglage du zéro est donc vérifié régulièrement.
- La pression est mesurée de part et d'autre d'un diaphragme. L'inclinaison du capteur peut avoir une influence sur la position de la membrane qui doit être prise en compte lors de la mise à zéro celle. Pour s'affranchir de ce problème le capteur est fixé à l'appareil de manière à ce que la membrane soit verticale.

II.3.4. Système de chauffage et refroidissement

Pour atteindre des températures élevées (1000°C), un système de chauffage par résistors a été installé (fig.II.31). Deux résistances circulaires (fig.II.32) en carbone montées en série sont placées de part et d'autre du porte-échantillon.

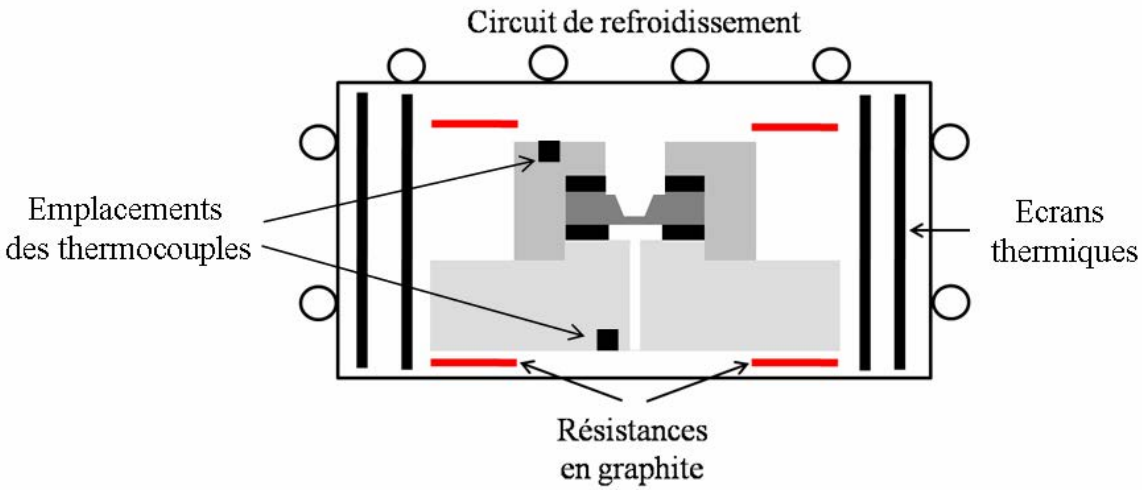


Figure II.31. Schéma du système de chauffage de l'échantillon.

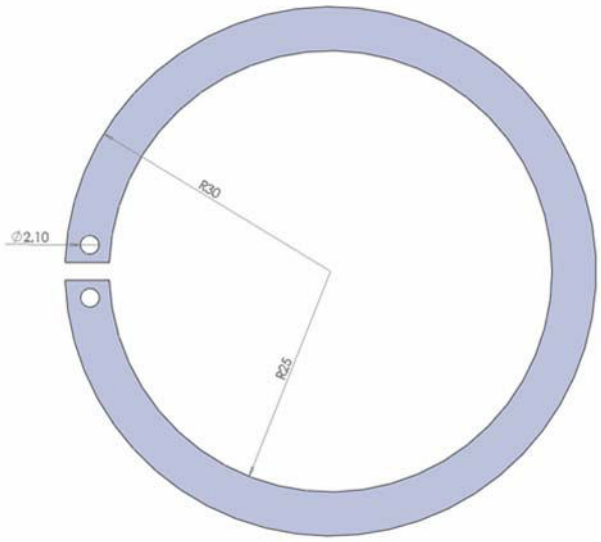


Figure II.32. Plan et dimension des résistors en graphite.

La résistance totale est d'environ 2 Ω. Les résistances sont reliées à une alimentation *Xantrex XKW 55-55* de 3000 Watt (0 < I < 55 A et 0 < U < 55 V) par des connections en cuivre.

Le contrôle de la température est assuré par deux thermocouples de type K (nickel-chrome/nickel allié) pouvant mesurer jusqu'à 1260°C. Ils sont situés de chaque coté du porte-échantillon (fig.II.31) pour permettre de réguler la température mais également d'observer les gradients de température entre les deux extrémités du porte-échantillon.

Le porte-échantillon est entouré de deux écrans thermiques. Ainsi, les rayonnements thermiques du porte-échantillon seront en partie absorbés et déviés. Un capot en acier entoure le porte-échantillon ainsi que les écrans thermiques. Il est équipé d'un système de

refroidissement assuré par un circuit d'eau. De cette manière, la température dans l'enceinte à l'extérieur du four n'excède pas 200°C.

II.3.5. Acquisition et commande

Les signaux des capteurs (mesure de pression et déflexion en sortie) et du moteur (en entrée) sont envoyés sur une carte d'acquisition (*NI PXI 622x*) interfacés sur un PC. Un programme *LabView* permet d'asservir l'ensemble du dispositif. Le panneau de contrôle se présente de la manière suivante (fig.II.33) :

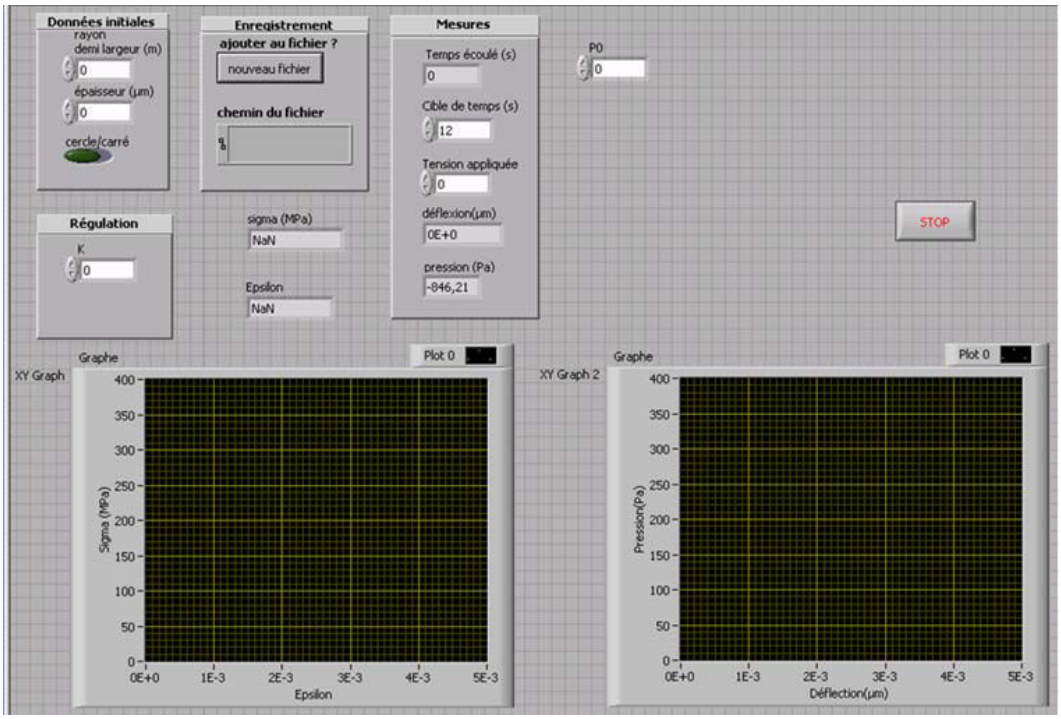


Figure II.33. Face avant du programme de contrôle *LabView*.

Il nous permet d'enregistrer la pression et la déflexion de la membrane, tout en permettant à l'utilisateur de garder le contrôle sur la mise sous pression c'est-à-dire sur la fréquence à appliquer au moteur.

La fréquence des mesures est limitée par le transfert des données entre l'électronique du capteur interférométrique ponctuel et l'ordinateur qui s'effectue par l'intermédiaire d'un port série. Un maximum de deux points par seconde peut être enregistré.

II.3.6. Interférométrie

II.3.6.1. Interférométrie de Milchelson

La déflexion des membranes est mesurée en utilisant un interféromètre ponctuel et un interféromètre 2D. Ces deux techniques utilisent un interféromètre de type *Michelson*, dont le principe est illustré ci-dessous (fig.II.34).

Le rayon, émis par la source S, est divisé par une lame séparatrice dont une partie est réfléchie sur l'échantillon tandis que l'autre partie du faisceau sera transmise sur un miroir de référence. Lorsque les deux faisceaux se superposent, des interférences constructives, ou destructives vont se créer. A partir de la différence de phase entre les deux faisceaux, l'interféromètre calcule directement la hauteur du centre de la membrane.

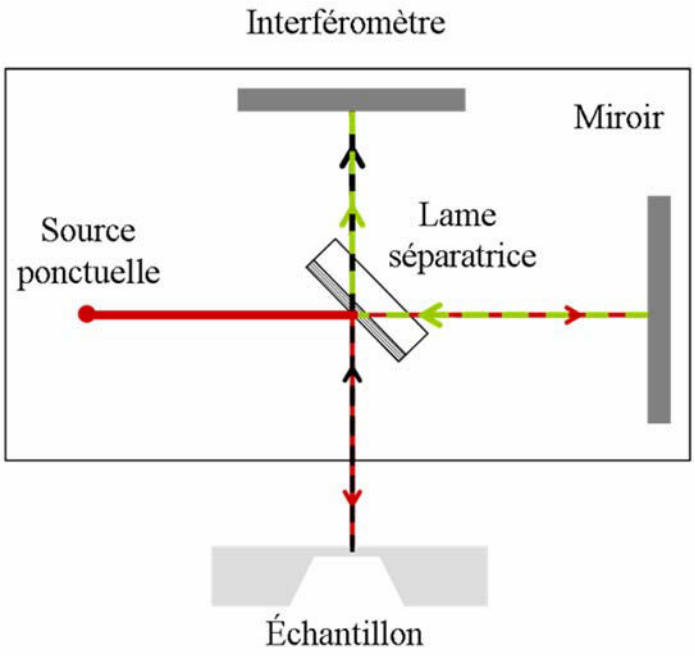


Figure II.34. Schéma de principe de l'interférométrie de *Michelson*.

II.3.6.2. Interférométrie 1D

Un interféromètre laser *HC500* composé d'un capteur interférométrique de 17 mm de diamètre relié à un boîtier électronique a été utilisé pour mesurer la déflexion du film. La source utilisée est une diode émettant une longueur d'onde comprise entre 770 et 790 nm.

Cet interféromètre présente certains avantages. Dans la plupart des systèmes de mesure par interférométrie *Michelson* utilisés, les différents éléments (source laser, miroirs, lame séparatrice) sont présents individuellement sur un banc d'optique. Dans notre cas toute l'optique est intégrée en un seul capteur, ce qui permet de s'affranchir d'une étape délicate de réglage des différentes pièces constituant l'interféromètre. Le système optique (miroir et lentilles) étant fixe, les mesures sont de ce fait moins influencées par les vibrations, même si cet appareil y reste très sensible.

Néanmoins il existe quelques contraintes :

- l'importance des réglages : il est par exemple important que le faisceau incident soit positionné précisément au centre de l'échantillon. Dans le cas contraire, le faisceau réfléchi ne sera pas parallèle au faisceau incident, et ne passera pas par la pupille d'entrée du capteur causant la disparition du signal (fig.II.35).

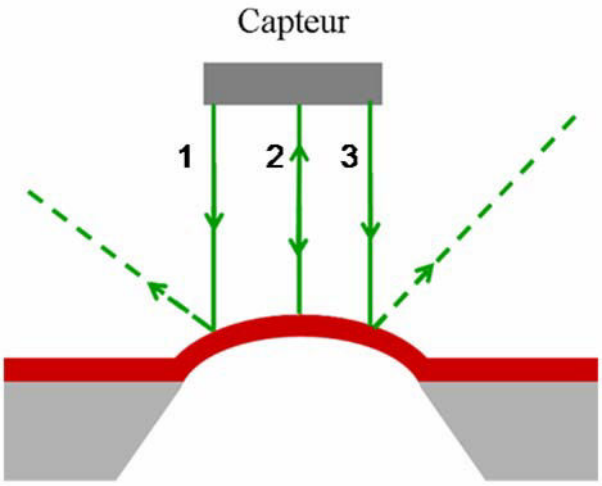


Figure II.35. Conséquence du positionnement du laser sur l'amplitude du signal : cas 1 et 3 : le laser est positionné après le point d'inflexion de la membrane, cas 2 : le laser est positionné au centre de l'échantillon.

- Pour obtenir un maximum d'intensité, une des solutions est de positionner au centre de la membrane un petit miroir de silicium collé sur une tige de graphite dont la masse totale n'excède pas 4 mg (fig.II.36). Les mesures se font donc de manière indirecte.

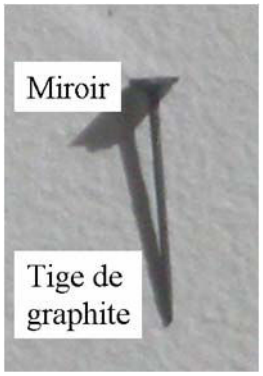


Figure II.36. Photographie du miroir de silicium collé sur une tige de graphite d'un diamètre de 0,5 mm : ce miroir est utilisé pour mesurer la déflexion des films par interférométrie 1D.

D'autres problèmes sont à prévoir notamment à haute température :

- le capteur est placé en dehors de l'enceinte sous vide. Des problèmes de déphasage liés au changement d'indice de réfraction entre l'intérieur et l'extérieur de l'enceinte sont à prévoir. La différence de phase mesurée par le capteur en sera affectée.
- les échantillons sous contrainte résiduelle de compression flambent, ce qui rend le courbe pression-déflexion plus difficile à interpréter **[I.12, II. 21]**.

Il est donc préférable par la suite de mesurer la déflexion par interférométrie 2D. Cette technique, décrite plus en détail dans le paragraphe suivant, permet d'obtenir des franges d'interférences représentant le profil de la membrane. Elle donne accès à un plus grand nombre d'informations, puisqu'on a la possibilité d'observer une partie voire l'ensemble de la membrane. Cet appareil est également moins sensible aux vibrations.

II.3.6.3. Interféromètre de *Twyman green*

a) Principe général

La configuration de l'interféromètre de *Twyman-Green* est illustré figure II.37.

L'interférométrie *Twyman-Green* est une variante de l'interféromètre de *Michelson*. Il diffère de ce dernier par l'utilisation d'une source de lumière collimatée. Le principe est le suivant :

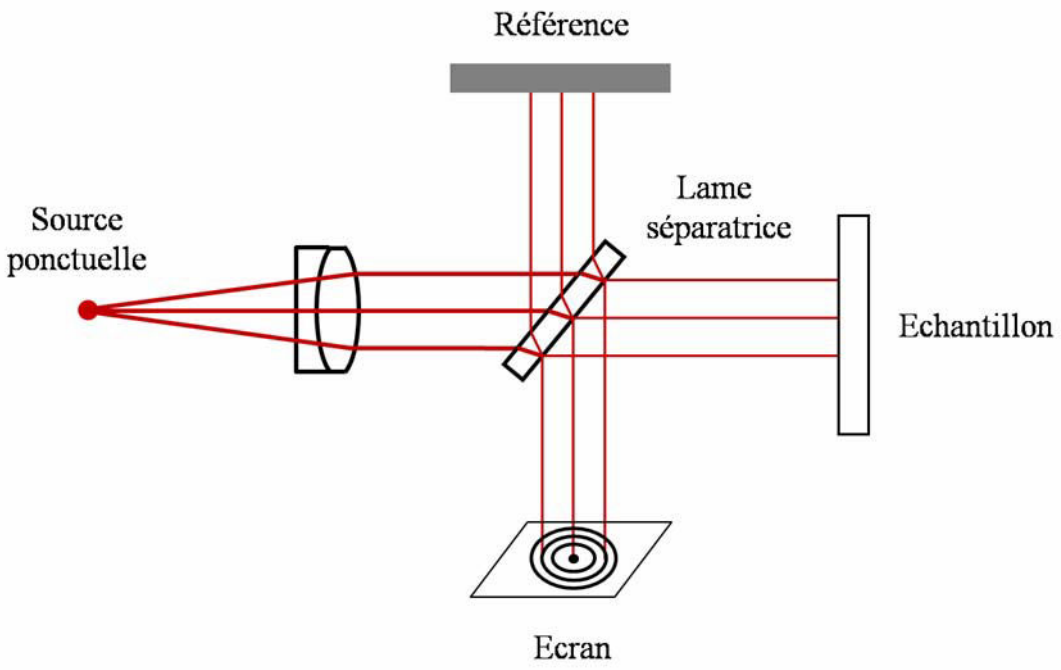


Figure II.37. Schéma de principe de l'interféromètre de *Twyman-Green*.

Une source ponctuelle quasi monochromatique illumine le système. Une lentille permet de transformer cette source en faisceau parallèle. On obtient ainsi une onde plane. L'amplitude de l'onde est ensuite divisée en deux par une lame séparatrice semi réfléchissante. Une partie de l'onde sera dirigée vers le miroir de référence tandis que la deuxième sera réfléchie par l'échantillon. Les deux ondes vont ensuite interférer au niveau de la lame séparatrice où des franges d'interférences vont se former. Une partie du faisceau est renvoyée vers l'écran tandis que la deuxième est dirigée vers la source lumineuse. Les franges observées sur l'interférogramme sont des franges d'égale épaisseur (anneaux de Newton).

b) Phase Cam 6000

Le *Phase Cam 6000* (fig.II.38) est basé sur le principe de l'interférométrie de *Twyman-green* avec une source lumineuse d'une longueur d'onde de 632,8 nm (laser He-Ne).

L'une de ses particularités est d'utiliser un déphasage spatial (décohérence de la phase dans l'espace) au lieu d'un déphasage temporel (décohérence de la phase dans le temps) assurant ainsi la stabilité de la mesure, ce qui lui permet d'être insensible aux vibrations, aux turbulences et au long chemin optique grâce à l'acquisition simultanée de quatre interférogrammes.

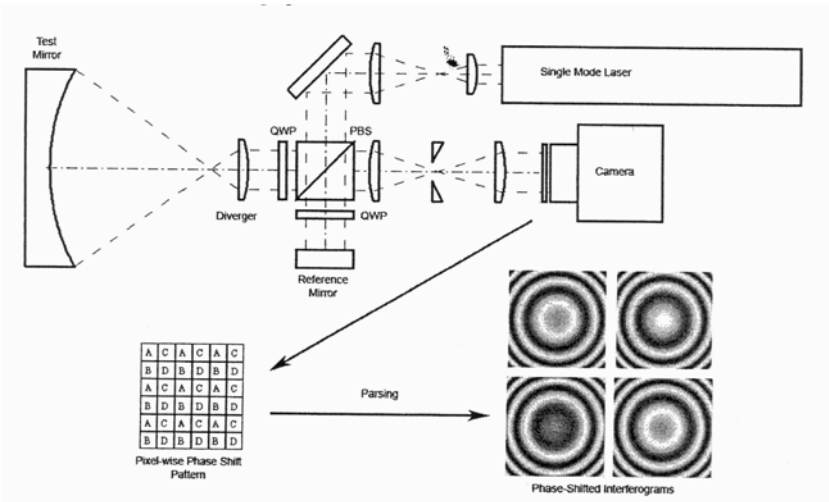


Figure II.38. Représentation schématique du Phase Cam 6000

Le déphasage spatial **[II.22, II.23]** (fig.II.39) est obtenu en plaçant un élément holographique sur le trajet du faisceau permettant de le diviser en quatre par un déplacement latérale en x et y. Un masque composé de micropolariseurs est placé devant le capteur. Chaque pixel ou cellule est composé de quatre micropolariseurs, chacun introduisant un déphasage spatial de 90° permettant l'acquisition de quatre images simultanée.

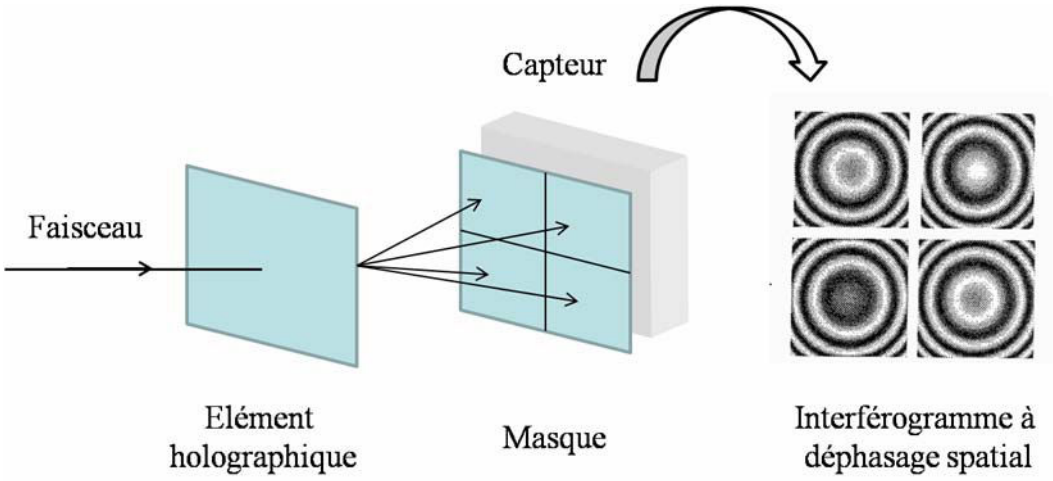


Figure II.39. Principe du déphasage spatial.

L'intensité (*I*) de chacun des interférogrammes déphasé de 90° est donné par :

$$I_n = \frac{1}{2}\left(I_r + I_s + \sqrt{I_r I_s}\cos\left(\Delta\phi + \frac{n\pi}{2}\right)\right) \qquad \text{(II.3)}$$

I_r étant l'intensité de référence et I_s l'intensité de mesure, $\Delta\phi$ la différence de phase entre les deux ondes et $\frac{n\pi}{2}$ pour 0 < n < 3 le déphasage spatial. On obtient ainsi les quatre intensités I_0, I_1, I_2 et I_3 correspondant à un déphasage spatial de $0, \frac{\pi}{2}$, π et $\frac{3\pi}{2}$ respectivement. Ces intensités sont ensuite analysées à partir d'algorithmes qui permettent de déduire la différence de phase entre l'onde de référence et l'onde de l'objet. Elle peut se calculer à partir de la relation suivante :

$$\phi(x, y) = \arctan\left(\frac{\left(I_3(x, y) - I_1(x, y)\right)}{I_2(x, y) - I_0(x, y)}\right) \qquad \text{(II.4)}$$

L'appareil est accompagné d'un logiciel d'acquisition (4 sight) qui permet de :

- contrôler le paramétrage de l'appareil,
- réaliser des acquisitions,
- générer des fichiers de référence.

c) Principe de mesure

Le principe de mesure est de faire interférer une onde de référence avec une onde de mesure et d'en déduire le rayon de courbure de l'échantillon à partir des figures d'interférences obtenues. Les mesures se font soit à partir d'une référence plane ou sphérique placée sur l'interféromètre. Le choix de la lentille se fait en fonction du rayon de courbure de la membrane. Les images d'interférences sont ensuite acquises sur une caméra CCD.

L'interféromètre est monté sur une platine de translation de type *OWIS* (*Limes 170*) de 600 mm de course. Une unité de contrôle (*PS 90 OWIS*) permet de régler la vitesse et l'accélération de la platine ainsi que les limites de déplacement. Grâce à cette platine, la position de l'interféromètre peut être ajustée avec précision (résolution de 0.1 µm) suivant l'axe optique et nous permet de régler la mise au point de l'appareil en le translatant.

La figure II.38 est un exemple de figure d'interférences d'une membrane carrée de nitrure de silicium sous pression différentielle. Les franges sont obtenues à partir d'une référence plane. Au début de l'essai, la membrane visible au centre de l'image est plate (fig.II.40 à gauche) pour ensuite se courber sous l'action de la pression. Le substrat présente lui aussi des interférences car il est contraint par le porte objet. Au fur et à mesure de la déformation, des franges concentriques apparaissent se rapprochant peu à peu d'une forme carrée vers le bord

de l'échantillon (fig.II.40 à droite). La description des interférogrammes ainsi que leur traitement sont détaillés dans le *chapitre 4*.

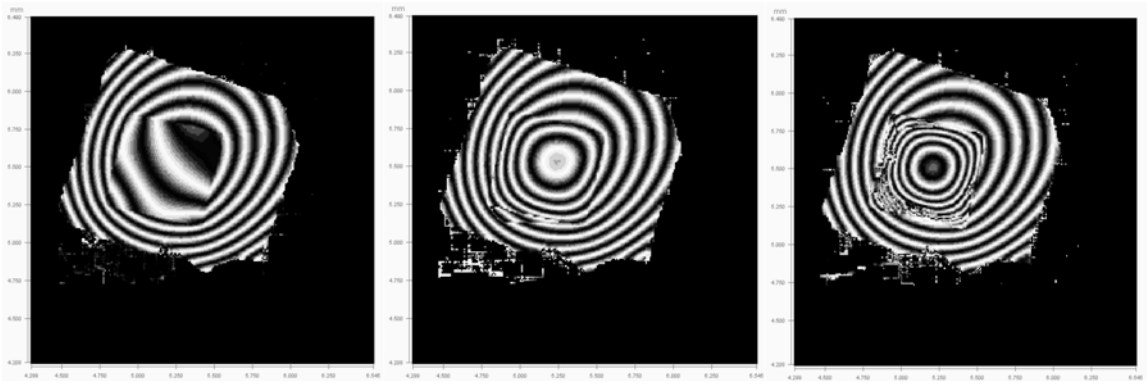


Figure II.40. Interférogramme d'une membrane de nitrure de silicium à partir d'une référence plate, à différentes pressions : à gauche p = 0 mbar, au milieu p = 0,5 mbar, à droite p = 1 mbar.

II.3.7. Bâti

Pour positionner l'interféromètre (1D ou 2D) au dessus de l'échantillon, un bâti est construit autour de l'enceinte. Il permet de le déplacer horizontalement et verticalement l'appareil (fig.II.41).

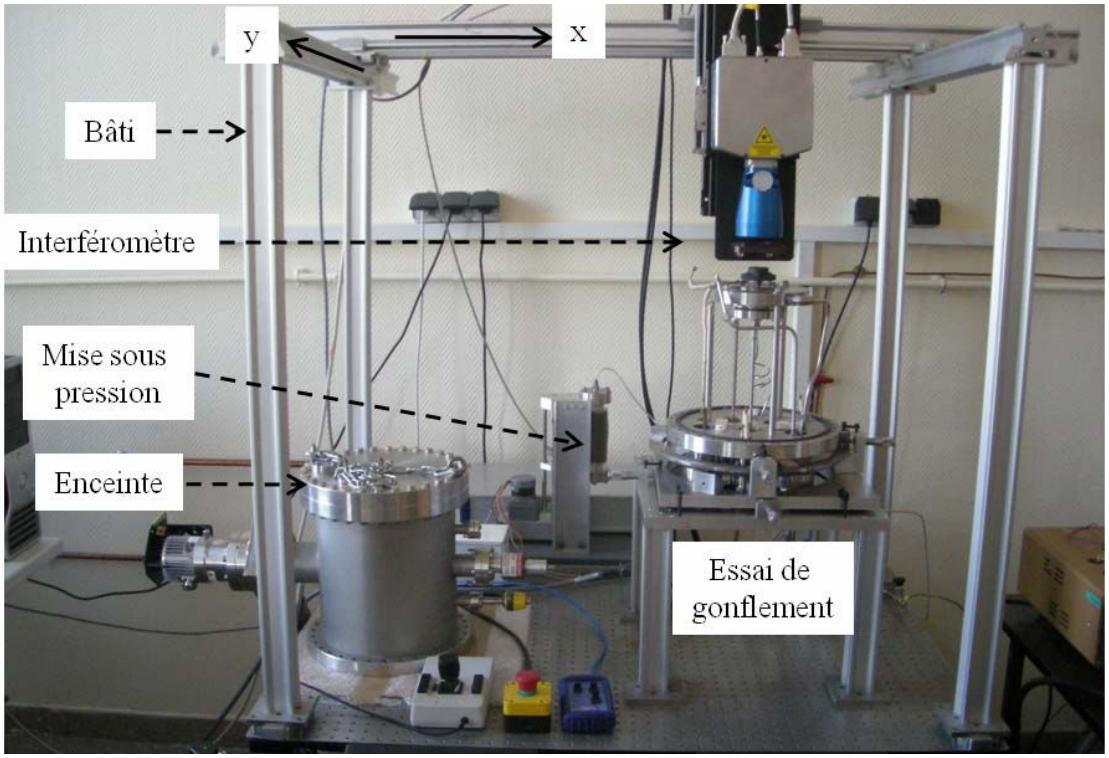


Figure II.41. Bâti de l'essai de gonflement.

Un anneau en acier posé sur des roulements à bille est utilisé pour le réglage de l'assiette de l'enceinte. Pour une bonne précision, le réglage se fait par l'intermédiaire de quatre vis micrométriques (fig.II.42). Deux d'entres elles permettent de décaler l'essai en x et y, les deux autres modifient l'inclinaison par rotation autour de l'axe θ_1 et θ_2 (fig.II.43) de quelques degrés.

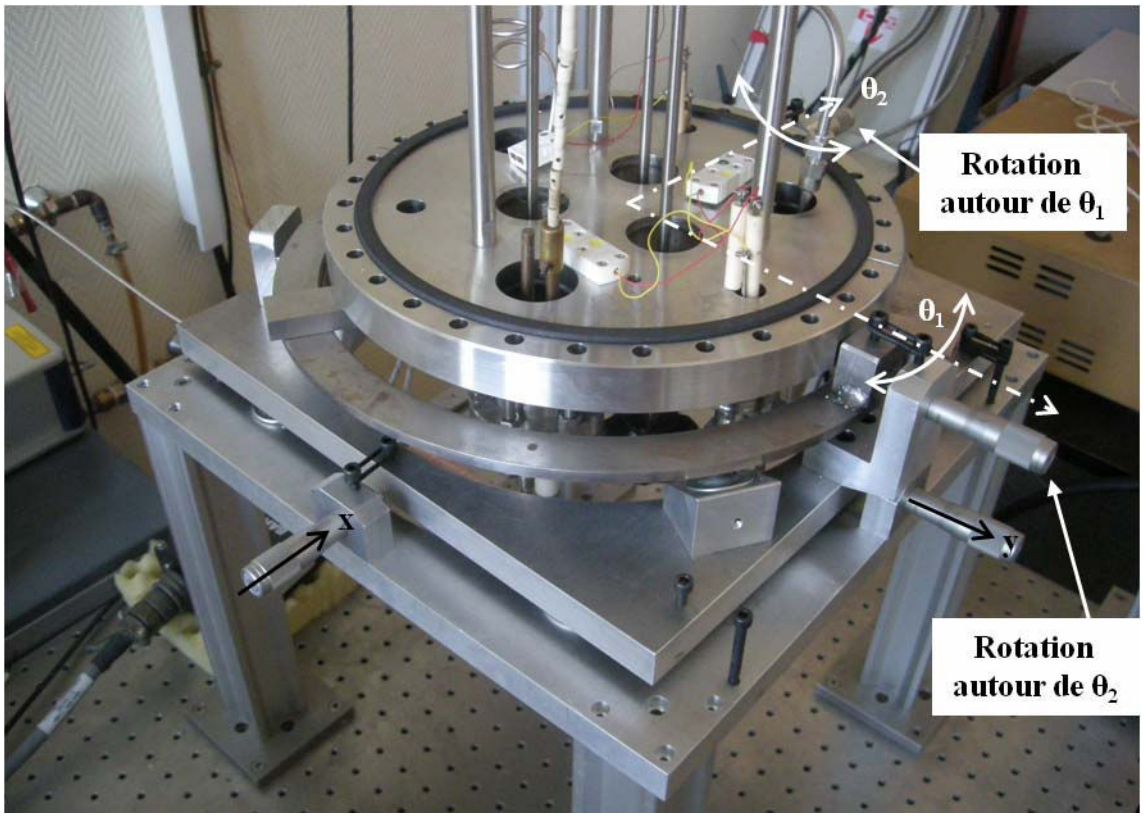


Figure II.42. Réglage de l'assiette.

II.3.8. Vibrations

Les valeurs de pression et de déflexion mesurées par les capteurs sont très sensibles aux vibrations. Pour augmenter la fiabilité des mesures, les différents éléments concernés sont montés sur une table « antivibratoire ».

II.3.9. Choix des matériaux étudiés

Nous étudions différents types de membranes. Le tableau suivant répertorie les différents dépôts :

Matériau	Nature du film	Epaisseur (*nm*)	Type de dépôt	Géométrie
Nitrure de silicium	Amorphe	400	Evaporation	Carré & rectangle
Or	Polycristallin	300, 200, 100	Evaporation	
Silicium	Monocristallin	280	Plaquette de SOI	

Tableau II.8. Présentation des différents types d'échantillons utilisés.

Le but est de mettre en évidence l'influence de différents facteurs sur les propriétés élastiques et plastiques des films minces. Dans un premier temps en effectuant des mesures sur des membranes de nitrure de silicium amorphe pour tester la fiabilité et la reproductibilité des mesures tout en s'affranchissant des problèmes liés à une orientation préférentielle des grains.

Puis d'étudier les propriétés mécaniques de ces échantillons. Nous nous intéresserons plus particulièrement à :

1. L'influence de la géométrie de la membrane (carrée et rectangulaire),
2. L'influence de l'épaisseur du film,
3. Pour les matériaux cristallins, l'influence de la taille des grains en étudiant des films monocristallins et polycristallins.

II.3.10. Procédure expérimentale

Pendant l'essai, la pression appliquée sur l'échantillon ainsi que la flèche sont enregistrées via le programme de contrôle sous *LabView*. La procédure à suivre pour enregistrer une courbe pression déflexion avec l'interféromètre 1D est la suivante :

L'échantillon est dans un premier temps centré sur le porte-échantillon et fixé par l'écrou. L'étanchéité du montage est ensuite vérifiée en appliquant une légère pression par le biais du soufflet. Une fois le montage étanche, le miroir est positionné sur l'échantillon. L'étape suivante consiste à régler l'interféromètre c'est-à-dire à faire coïncider le faisceau incident et le faisceau réfléchi pour obtenir un bon signal. Ensuite les appareils de mesure sont mis à zéro. Pour un essai à température ambiante, le programme *LabView* peut, à partir de cette étape, être lancé une fois que la tension du moteur a été réglée ce qui permet de comprimer le soufflet.

Pour effectuer une expérience à haute température, d'autres manipulations sont nécessaires. Il faut tout d'abord mettre l'enceinte sous vide en baissant le piston pour faire communiquer, l'atmosphère de part et d'autre de la membrane sans quoi l'échantillon risque de casser (fig.II.30). Une fois le vide secondaire atteint, la vanne trappe *V* est fermée et le groupe à vide arrêté. L'enceinte est ensuite mise sous atmosphère contrôlée en ouvrant les vannes *V1* et *V2* puis *V3* (fig.II.43). Une fois la pression atmosphérique atteinte, la vanne *V3* est fermée. On peut ensuite monter en température puis remonter le piston. Avant de commencer un essai, la vanne *V1* doit être impérativement fermée. Dans le cas contraire les deux parties, enceinte et soufflet, ne sont pas isolées. Ainsi la pression de référence (enceinte) et pression appliquée sont égales, et ne permettent pas de mettre sous pression la membrane.

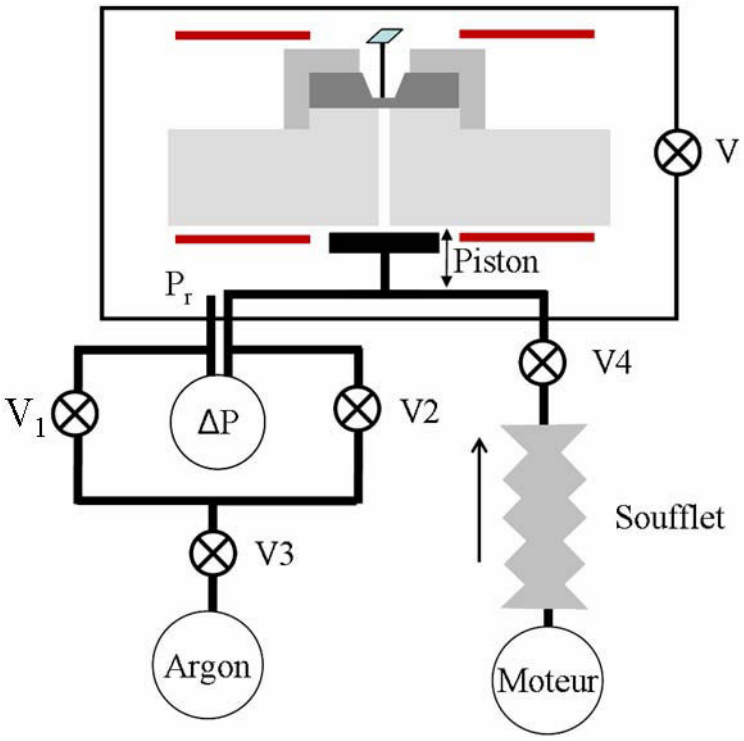


Figure II.43. Mise sous pression contrôlée.

Les essais ne peuvent excéder quelques heures en raison de micro-fuites situées au niveau du porte-échantillon. La compensation se fait par le biais d'un programme de régulation limité par la capacité du soufflet.

II.3.11. Traitement des données

Avant d'exploiter les résultats et de détailler les facteurs induisant des erreurs d'analyse, nous nous attarderons dans un premier temps sur la méthode d'extraction retenue pour analyser les courbes pression - déflexion.

La figure II.45 est un exemple de courbe pression-déflexion obtenue à partir d'un film de nitrure de silicium où la pression appliquée est relevée en fonction de la déflexion du film.

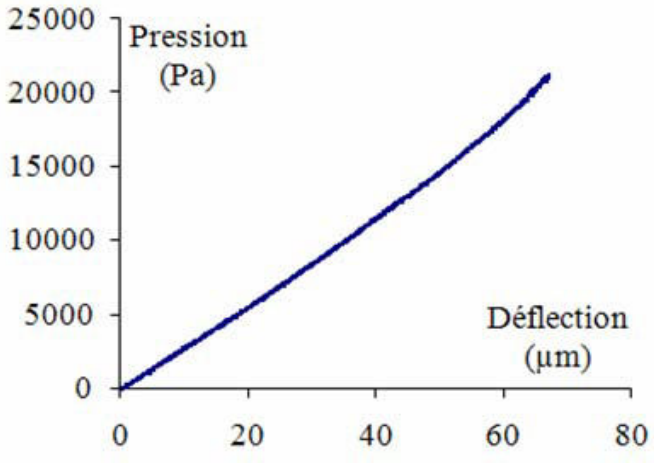


Figure II.44. Courbe pression-déflexion type d'une membrane carrée de nitrure de silicium.

Pour analyser les données et en extraire les propriétés, il existe des relations entre pression déflection et contrainte déformation. Ainsi dans le cas d'une membrane rectangulaire infiniment longue c'est à dire lorsque le rapport entre la longueur *2b* et la largeur *2a* est supérieur à 4 **[A.3]**, la contrainte et la déformation de la membrane sous pression sont uniformes dans la largeur. Le problème se résume à un problème à 2D de déformation plane.

La contrainte σ_{xx} exercée sur les parois du cylindre sous une pression P peut se calculer en effectuant le bilan des forces sur un demi cylindre (*Annexe 1*):

$$\sigma_{xx} = \frac{pa^2}{2ht} \text{ avec } R \approx \frac{a^2}{2h} \tag{II.5}$$

La déformation du film est donnée par :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} \tag{II.6}$$

La relation entre contrainte et déformation pour une membrane rectangulaire :

$$\sigma_{xx} = \frac{1}{1-\nu^2}\varepsilon_{xx}, \varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} \tag{II.7}$$

En remplaçant ε_{xx} dans l'équation précédente et en utilisant la relation (II.5) on obtient l'expression suivante entre pression et déflection pour une membrane rectangulaire sans contrainte résiduelle :

$$p = \frac{E}{(1-\nu)^2}\frac{4h^3t}{3a^4} \tag{II.8}$$

Dans le cas où il y a une contrainte résiduelle dans le film, les conditions de déformation plane ne sont plus respectées. On a alors $\varepsilon_{yy}=\varepsilon_0$.

Pour un matériau isotrope, la déformation élastique peut être décrite en appliquant la loi de Hooke :

$$E\varepsilon_{ij} = (1+\nu).\sigma_{ij} - \nu\sigma_{kk}\delta_{ij}$$

Pour i≠j $\delta_{ij} = 0$

Pour i=j $\delta_{ij} = 1$

Dans le cas d'un film mince où $\sigma_{zz}=0$,

$$E\varepsilon_{xx} = \sigma_{xx} - \nu\left(E\varepsilon_0 + \nu\sigma_{xx}\right)$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\sigma_{xx}(1-\nu^2)}{E} - \nu\varepsilon_0 \tag{II.9}$$

La déformation ε_{xx} peut également s'exprimer en fonction de la déflection :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} + \varepsilon_0 \tag{II.10}$$

Remarque : La relation obtenue précédemment pour σ_{xx} reste toujours valide puisqu'elle est basée sur le bilan des forces exercées sur la membrane.

$$\sigma_{xx} = \frac{pa^2}{2ht} \tag{II.11}$$

En égalisant les expressions A.17 et A.18 on aboutit à l'expression de la pression en fonction de la déflection pour une membrane rectangulaire comportant des contraintes résiduelles.

$$p = \frac{E}{1-\nu^2}\frac{4h^3}{3a^4} + \frac{2ht\sigma_0}{a^2} \tag{II.12}$$

$$\text{Avec : } C_1 = \frac{4}{3}\frac{E}{1-\nu^2}\text{, et } C_2 = 2$$

Pour les petites déflexions et les films sous forte contrainte résiduelle, le terme linéaire de la relation reliant pression et déflexion est prédominant, donnant un aspect quasi linéaire à la courbe.

$$p = C_1 \frac{Et}{a^4(1-\nu)} h^3 + C_2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h \qquad \text{(II.13)}$$

Avec C_1 et C_2 deux constantes, E le module d'Young, h la déflexion, a la demi-largeur de la membrane, t l'épaisseur du film, ν le coefficient de Poisson, et σ_0 la contrainte résiduelle. Cette relation est décrite en détail dans l'*annexe 1*.

Dans le cas où la déflexion est plus importante ou pour une contrainte résiduelle plus faible, le comportement est contrôlé par le module d'Young **[II.24]**.

Le calcul du module d'Young et de la contrainte résiduelle peut se faire en ajustant les paramètres de l'équation (II.13) aux points expérimentaux (fig.II.44).

L'accord entre les points expérimentaux et les points théoriques est réalisé sous Excel en minimisant l'écart entre les deux courbes.

L'extraction du module d'Young et de la contrainte résiduelle peut également se faire en traçant la courbe $\frac{P}{h} = f(h^2)$ (fig.II.45) à partir de la pente de la courbe et de l'ordonnée à l'origine donnée par les relations suivantes :

$$E = pente \times \frac{a^4(1-\upsilon)}{C_1 t} \text{ et } \sigma_0 = origine \times \frac{a^2}{C_2 t} \qquad \text{(II.14)}$$

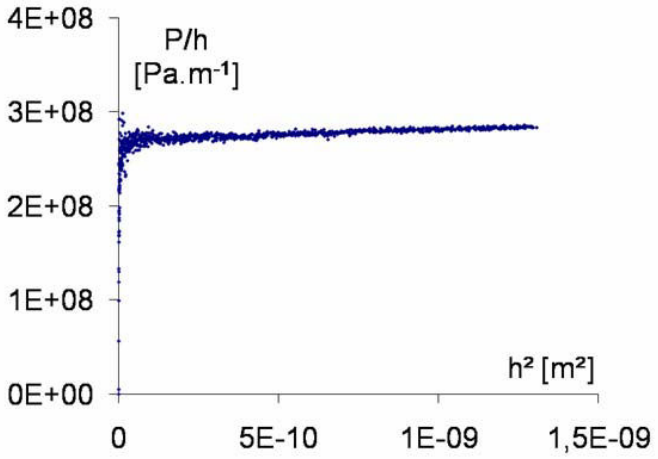


Figure II.45. Courbe $\frac{P}{h} = f(h^2)$ obtenue à partir de la figure II.45

Dans le cas des membranes de nitrure de silicium on choisit un coefficient de Poisson égal à 0.25 **[II.1]**. En exploitant la courbe de la figure II.46 avec cette méthode, on obtient un module d'Young de 356 GPa et une contrainte résiduelle de 973 MPa.

Remarque : on peut constater que l'incertitude sur les valeurs du module d'Young et de la contrainte résiduelle va dépendre entre autre de la précision de la mesure de la demi-largeur de la membrane a et de la hauteur initiale de la membrane h_0.

II.3.12. Incertitude de mesures

On rappelle que la détermination du module d 'Young et de la contrainte résiduelle se font à partir des expressions suivantes :

$$E = pente \times \frac{a^4(1-\upsilon)}{C_1 t} \text{ et } \sigma_0 = origine \times \frac{a^2}{C_2 t}$$

Le calcul des incertitudes de mesures du module d'Young et de la contrainte résiduelle dépendent de quatre paramètres :

- la demi largeur *a*,
- l'épaisseur du film *t*,
- la pente ou l'origine de la courbe,
- C_1 ou C_2.

Les incertitudes de mesures s'écrivent alors :

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta pente}{pente} + \frac{4\Delta a}{a} + \frac{\Delta C_1}{C_1} + \frac{\Delta t}{t}$$

$$\frac{\Delta \sigma}{\sigma} = \frac{\Delta origine}{origine} + \frac{2\Delta a}{a} + \frac{\Delta C_2}{C_2} + \frac{\Delta t}{t}$$

L'incertitude sur la demi largeur *a* est égale à la résolution du microscope optique. On considère ici qu'elle est de 1 µm.

L'erreur commise sur l'épaisseur du film est donnée par la dispersion des mesures. Pour les membranes de nitrure de silicium, le fournisseur indique $^{+}/_{-}$ 25 nm soit une incertitude de $^{+}/_{-}$ 6 %.

La barre d'erreur sur les constantes C_1 etC_2 est calculée à partir des écarts entre les valeurs relevées dans la littérature. Soit pour une membrane carrée une incertitude de $^{+}/_{-}$1.3 % pour C_1 et 1.17 % pour C_2. Dans le cas d'une membrane rectangulaire il n'y a pas d'incertitude sur ces constantes puisque les solutions sont exactes.

Et enfin l'incertitude sur le calcul de la pente et de l'origine. Pour estimer la barre d'erreur, nous avons fait la différence entre la courbe de tendance obtenue par Excel et les points expérimentaux. L'écart maximum mesuré sur le calcul de l'origine et de $^{+}/_{-}$ 10 % et de 5 % pour la pente.

II.4. Conclusion

Nous avons mis en place un essai de gonflement de membrane sous pression différentielle. Ce banc d'essai est composé d'un système de mise sous pression, d'un interféromètre laser, et d'un système de chauffage. Des pièces ont été usinées pour fixer et mettre l'échantillon sous atmosphère contrôlée.

Le développement de cet essai a permis de mettre en évidence les limitations de l'équipement utilisé. Pour optimiser le banc d'essai de gonflement nous avons proposé quelques modifications possibles pour augmenter la fiabilité des mesures (interférométrie 2D).

Concernant les membranes utilisées, nous avons usiné et caractérisé dans un premier temps des membranes de nitrure de silicium, dans le but de valider le banc d'essai. Des films minces métalliques avec différents rapports *a/b* (1/1, 1/6) et différentes épaisseurs (300, 200, et 100 nm) ont ensuite été élaborés afin de mettre en évidence une influence de l'épaisseur de la membrane sur le comportement mécanique. Par la suite, des membranes de silicium ont été conçues pour étudier l'influence de la température sur le comportement mécanique des membranes.

Chapitre III. Caractérisation des films – Interféromètre 1D

Les premiers essais ont été effectués en utilisant l'interféromètre 1D. Différents types de matériaux ont été testés dans cette configuration. Tout d'abord des membranes de nitrure de silicium pour mettre en évidence la fiabilité ainsi que la reproductibilité des mesures. En effet, ce matériau est un bon candidat pour une étude préliminaire et comparative du comportement mécanique d'une membrane, puisqu'il a été très largement caractérisé en fonction de la méthode et des paramètres de dépôt utilisés.

Puis des membranes polycristallines d'or, matériau ductile, ont été utilisées pour définir les paramètres importants qui influenceront les mesures (contrainte résiduelle, microstructure). Ces premiers essais nous ont permis d'apporter et de proposer des améliorations pour le montage.

III.1. Test du montage

Nous avons réalisé au préalable des essais sur des membranes de nitrure de silicium (Si_3N_4) de géométries différentes ainsi qu'une membrane de SiN_x commerciale.

Les premiers échantillons sont composés d'une plaquette de silicium de 380 µm sur laquelle est déposé de chaque côté une bicouche de nitrure de silicium (Si_3N_4) de 200 nm chacune. Ce dépôt a été réalisé par LPCVD. Les échantillons ont été élaborés suivant le procédé décrit dans le chapitre précédent : une fenêtre carré ou rectangulaire est gravée au préalable par RIE (*Reactive Ion Etching*) dans l'un des cotés de la plaquette, puis l'échantillon a été gravé chimiquement.

L'échantillon de SiN_x a été acheté chez *Silson*. Le film, déposé sur une plaquette de silicium, a une épaisseur de 250 nm et l'ouverture de la fenêtre est de 3 mm.

Les essais se déroulent à température ambiante. La membrane est collée à chaud (60°C) sur un porte-échantillon en utilisant une cire transparente qui se dissout facilement dans l'acétone. Le reste de l'essai suit la procédure décrite dans le *chapitre 2*.

III.1.1. Reproductibilité de l'expérience

Comme le nitrure de silicium a un comportement élastique à température ambiante, nous avons testé plusieurs fois le même échantillon pour démontrer la reproductibilité des mesures pendant la mise sous pression. Les résultats obtenus pour le chargement d'une membrane carrée de demi-largeur égale à 2 mm sont présentés figure III.1. Les deux courbes pression-déflexion sont similaires ce qui prouve la reproductibilité de la méthode pendant la charge. L'absence de déplacement entre les deux courbes met bien en évidence le comportement élastique du nitrure de silicium à température ambiante.

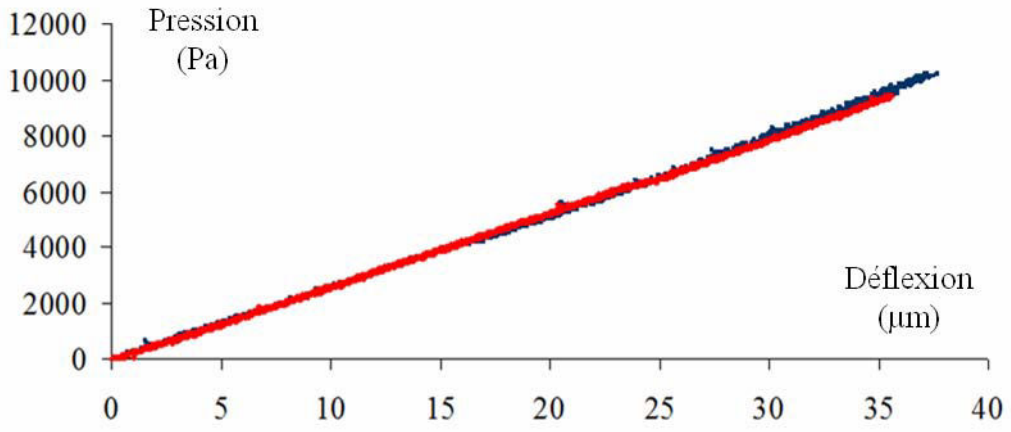


Figure III.1. Courbe pression-déflexion pour le même échantillon.

III.1.2. Courbe charge-décharge

La courbe présentée figure III.2 est un exemple de courbe pression-déflexion obtenue à partir d'une membrane rectangulaire pour un cycle de charge-décharge. Nous supposons que le décalage observé entre les deux courbes est une conséquence de l'utilisation d'une pièce intermédiaire dans le dispositif de mesure par interférométrie 1D. L'écart dans la mesure de déflexion entre la partie charge et décharge peut être dû à :

- une diminution ou d'une perte de signal de l'interféromètre pendant l'essai provoquant une légère dérive de la mesure de *h*,
- un déplacement de la tige de graphite sur la membrane, ainsi on ne mesure plus la déflexion au même endroit,
- à la friction entre la tige de graphite et le guide.

Une ou plusieurs de ces raisons ont pu provoquer un décalage entre les deux courbes. Dans tous les cas, il n'est pas envisageable dans cette configuration de faire des cycles de charge-décharge sur nos membranes.

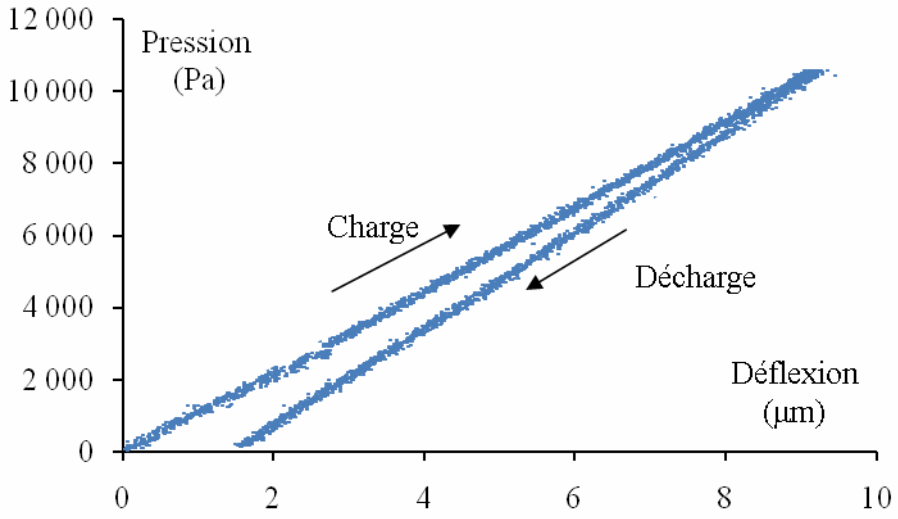


Figure III.2. Cycle de charge et de décharge à température ambiante pour une membrane de nitrure de silicium rectangulaire.

III.1.3. Fiabilité des mesures

Afin de justifier la fiabilité de nos mesures, il est nécessaire de comparer les résultats avec les données de la littérature. Ainsi, plusieurs courbes pression - déflexion ont été mesurées et exploitées pour des échantillons de Si_3N_4, SiN_x, et Si (fig.III.1).

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe *II.3.11*, les courbes pression - déflexion et les courbes p/h = f (h²) sont analysées à partir des relations suivantes :

$$\frac{p}{h} = C_1 \frac{Et}{a^4(1-\nu)} h^2 + C_2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} \qquad \text{(III.1)}$$

$$E = pente \times \frac{a^4(1-\upsilon)}{C_1 t} \text{ et } \sigma_0 = origine \times \frac{a^2}{C_2 t} \qquad \text{(III.2)}$$

où *a* est la demi largeur de la membrane, t l'épaisseur du film, la pression *p* et la déflexion *h* sont les deux grandeurs mesurées pendant l'essai de gonflement ; les constantes C_1 et C_2 sont déterminées par le calcul décrit dans l'*annexe 1*.

On rappelle également les relations entre E, M (module de déformation plane) et Y (module biaxial) :

$$M = \frac{E}{1-\nu^2} \text{ et } Y = \frac{E}{1-\nu}$$

Les résultats sont détaillés dans les paragraphes suivants.

III.2. Matériaux fragiles

Nous présentons ici les résultats obtenus pour des membranes de nitrure de silicium et de silicium prélever sur différentes plaquettes. Les valeurs de E et σ_0 calculées à partir des courbes pression-déflexion seront données puis discutées.

III.2.1. Nitrure de silicium

III.2.1.1. Géométrie et microstructure des échantillons

Dans un premier temps, l'examen en microscopie électronique en transmission d'une coupe transverse d'un revêtement de Si_3N_4 a mis en évidence l'existence d'une bicouche comportant deux films d'une épaisseur de 200 nm chacun (fig.III.3.a). Ce dépôt est d'origine commerciale. Le fait que le dépôt soit effectué en deux étapes se comprend en considérant les fortes contraintes résiduelles de tractions présentes dans le film. Ainsi pour obtenir un dépôt de 400 nm, il faut tout d'abord déposer 200 nm de chaque coté du substrat (la courbure du substrat pourra ainsi être compensée) puis une deuxième pour atteindre 400 nm.

En faisant diffracter cette zone, on obtient une série d'anneaux diffus caractéristiques de l'état amorphe (fig.III.3.b).

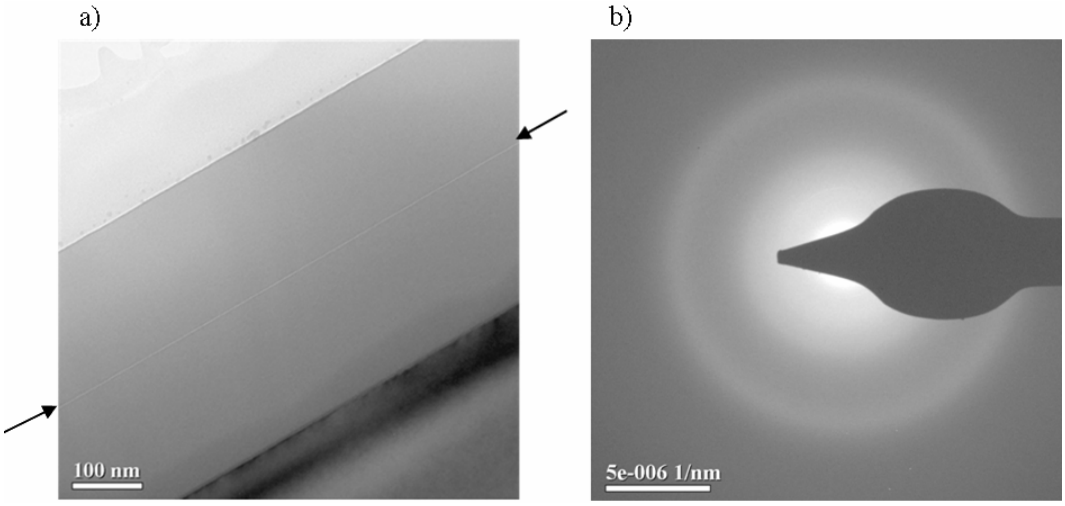


Figure III.3.a) Micrographie électronique d'une coupe transverse d'un film de nitrure de silicium déposé sur un substrat de silicium b) Cliché de diffraction du film de nitrure de silicium.

Afin de mesurer les dimensions et d'observer la régularité de la géométrie de la membrane, les faces avant et arrière de l'échantillon sont observées au microscope optique après attaque chimique (fig.III.4)). Cette technique nous permet de mesurer l'extension de la gravure (2*a*) avec une précision de 0,1 mm.

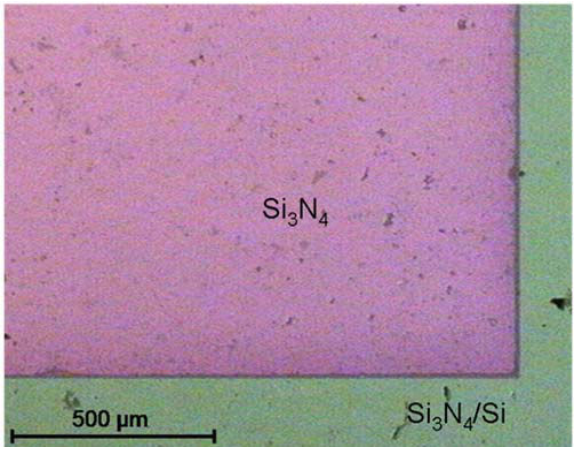


Figure III.4. Micrographie optique d'une membrane de nitrure de silicium après attaque en vue de dessus.

La géométrie de la membrane est définie par les dimensions du masque. Dans notre cas deux types de membranes ont été usinés. Les dimensions théoriques et mesurées par microscopie optique (*§II.2.3.*1) sont reportées dans le tableau suivant :

Type de membrane	Dimensions Du masque (*mm*)	Dimensions *2a* calculées après attaque (*mm*)	Extension de gravure (*2a*) mesurés (*mm*)
Carrée	5	4.464	4.4
Rectangulaire	7 x 2	1.464	1.3

Tableau III.1. Dimension de la fenêtre avant et après attaque

La différence entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées peut être attribuée à :

- la difficulté de définir le bord de la membrane,
- les irrégularités de la plaquette de silicium (épaisseur) qui du fait de la nature anisotrope de l'attaque modifie les dimensions de la fenêtre,
- les imperfections de gravure par KOH.

Concernant la membrane de SiN_x, le film est composé d'une monocouche de 250 nm d'épaisseur, également amorphe.

Afin de mesurer les valeurs de module d'Young et de contrainte résiduelle à partir des courbes brutes de pression-déflexion, nous utilisons un coefficient de Poisson égal à 0,25 **[II.1]**. Cette valeur a été choisi de façon à minimiser l'erreur entre la courbe simulée et la courbe calculée (*§II.3.11*). Pour étudier la reproductibilité des résultats, nous avons testé des membranes de géométrie différentes.

III.2.1.2. Courbe p/h = f (h^2)

Les données brutes à la charge sont transformées en courbe p/h = f (h^2). La figure III.5 est un exemple obtenue à partir des données enregistrées pour une membrane rectangulaire de demi-largeur *a* égale à 0.65 mm. Une pression maximale de 10500 Pa a été appliquée sur l'échantillon, ce qui correspondant à une déflexion maximale de 9.41 µm.

On constate que la courbe est pratiquement linéaire, ce qui correspond bien à un comportement élastique sauf pour les très petites déformations (proche de $h = 0$). En effet, au début de l'essai, on observe des fluctuations au niveau du signal de l'interféromètre. Le bruit mesuré est à peu prêt constant et de l'ordre de 100 nm. Il introduit une dispersion des mesures pour les petites déflections mais devient ensuite négligeable pour des hauteurs de membrane de quelques microns. Une erreur, petite mais systématique, ne peut pas être exclue, à cause du

poids de la tige et du miroir. Ces observations montrent bien la sensibilité des mesures aux bruits ambiants pour les très petites déflexions.

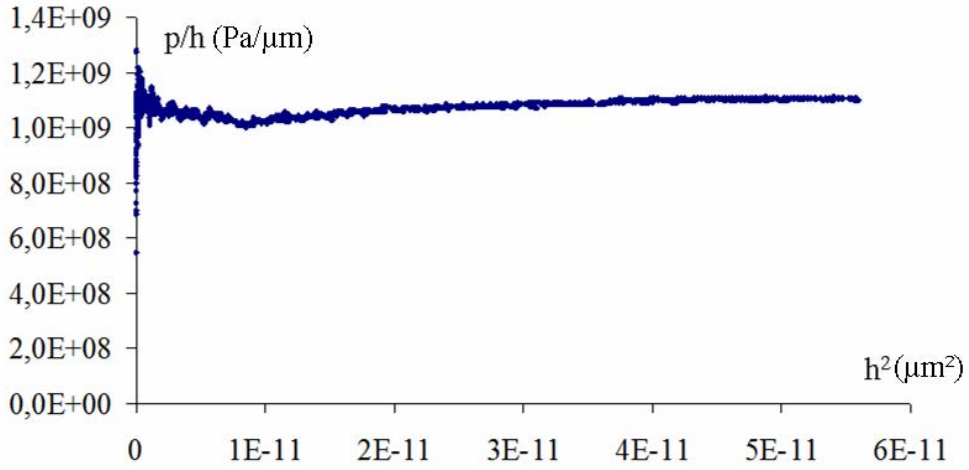


Figure III.5. Courbe p/h = f (h^2) pour une membrane rectangulaire de nitrure de silicium.

III.2.1.3. Influence et mesure des contraintes internes

a) Courbes brutes

Les courbes pression-déflexion ci-dessous, obtenues pour des membranes de nitrure de silicium, illustrent bien l'influence que peuvent avoir les contraintes sur celles-ci.

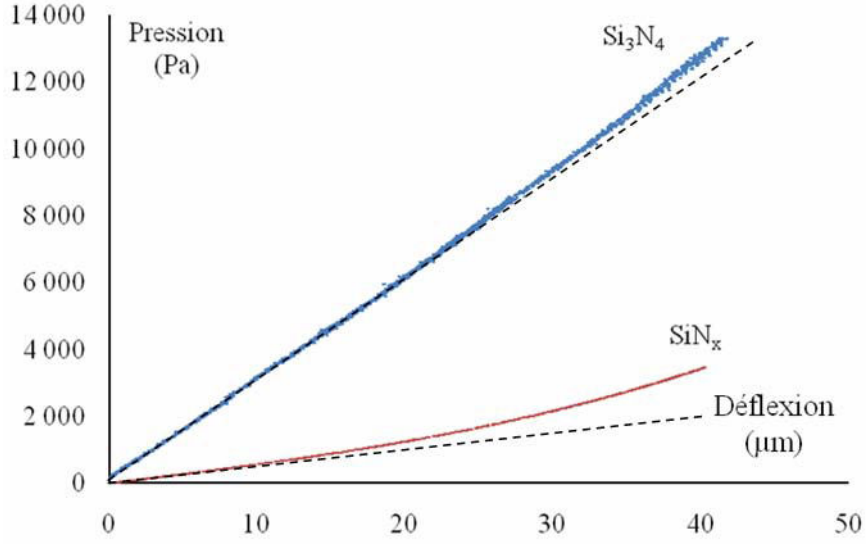


Figure III.6. Courbe pression déflexion pour des films de nitrure de silicium.

Dans le cas d'un film de Si_3N_4, la courbe est quasiment rectiligne comme nous l'avons soulignée dans les paragraphes précédents. En revanche pour le film de SiN_x, la courbure est beaucoup plus prononcée.

b) Mesures de σ_0

En transformant les courbes pression - déflexion (fig.III.6) en courbes p/h = f (h²), on détermine la valeur de σ_0, en utilisant les formules (III.2).

Le tableau III.2 répertorie les valeurs mesurées pour les différents échantillons. La contrainte résiduelle mesurée varie de 500 MPa à 1 GPa.

La contrainte résiduelle pour le film de SiN_x est d'environ 145 +/- 9 MPa soit de 5 à 10 fois inférieur aux membranes de Si_3N_4.

Echantillon	**Demi-largeur a (mm)**	**σ_0 (MPa)**
1	0.65	$451^{\pm 73}$
2	0.65	$549^{\pm 89}$
3	2	$704^{\pm 121}$
4	2	$739^{\pm 127}$
5	2.2	$973^{\pm 167}$
6	2.5	$1430^{\pm 245}$
7	2.75	$1060^{\pm 182}$
SiN_x	1.5	$145^{\pm 9}$

Tableau III.2. Contraintes résiduelles mesurées.

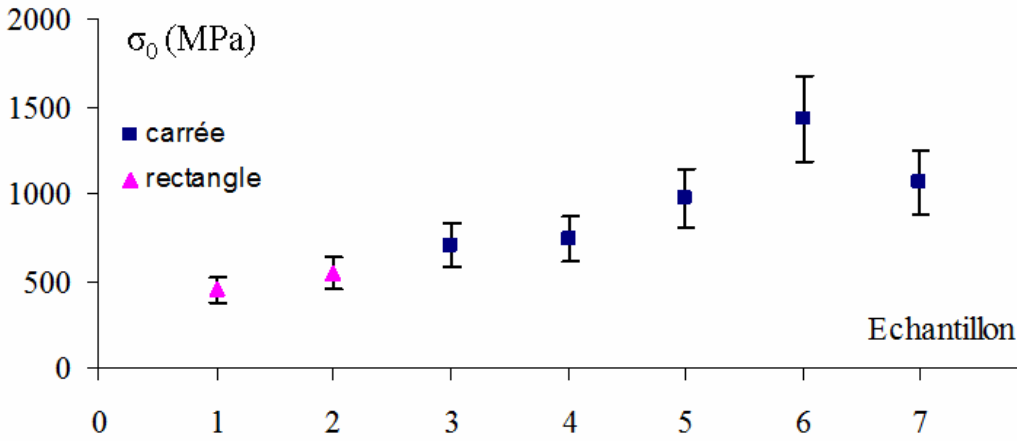


Figure III.7. Contrainte résiduelle avec la barre d'erreur calculée (§ II.3.12) sur les échantillons de Si_3N_4.

Pour les films de Si_3N_4, on remarque que les variations entre les valeurs mesurées sont largement supérieures aux barres d'erreurs calculées (fig.III.7). On note également une différence systématique en fonction de la géométrie de la membrane. Ces points seront discutés ultérieurement dans la partie *§ III.2.3.1*.

III.2.1.4. Module d'Young

Le module d'Young a été calculé de la même manière que la contrainte résiduelle. Les films de Si_3N_4 ont un module d'Young compris entre 278 et 381 GPa tandis que la valeur de *E* pour le revêtement de SiN_x est de 164 GPa (tableau III.3). Les variations observées respectent la barre d'erreur calculée (*§ II.3.12*) excepté pour les échantillons 6 et 7 où le module est plus faible (fig.III.8).

Echantillon	Demi-largeur a (mm)	E (GPa)
1	0.65	381^{+44}_{-}
2	0.65	369^{+42}_{-}
SiN_x	1.5	164^{+5}_{-}
3	2	350^{+43}_{-}
4	2	341^{+42}_{-}
5	2.2	356^{+44}_{-}
6	2.5	278^{+34}_{-}
7	2.75	307^{+38}_{-}

Tableau III.3. Modules d'Young mesurés pour différents types de membranes.

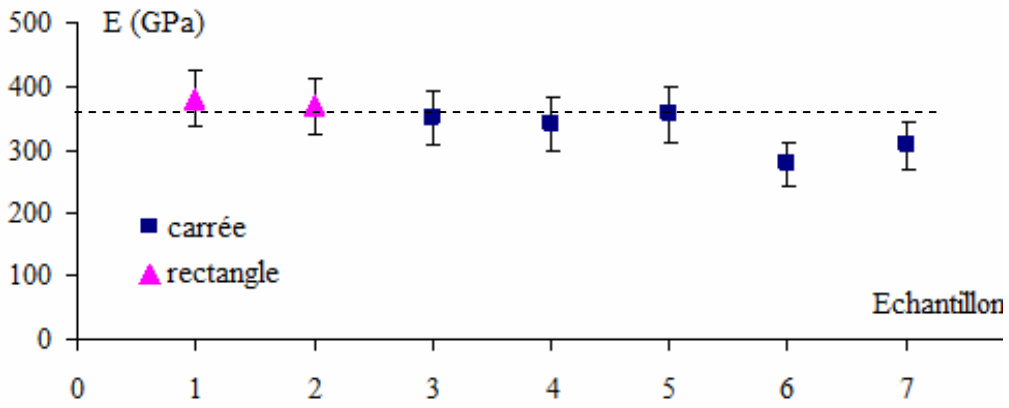


Figure III.8. Module d'Young avec les barres d'erreur calculées (*§ II.3.12*) pour les échantillons de Si_3N_4. Le trait en pointillé représente la valeur moyenne de *E*.

III.2.2. Silicium

Des membranes de silicium monocristallin ont été achetées chez *Norcada* (*réf. SM10460D*). Les films ont une épaisseur de 280 nm et une géométrie carrée. La demi largeur *a* vaut 2.3 mm. L'orientation cristalline du substrat et du film de silicium est suivant la direction <100> perpendiculaire à la surface. La figure III.9 présente les données brutes obtenues pendant un cycle de charge. En comparaison avec le nitrure de silicium, la parabole

cubique est visible. Le tableau III.4 résume les résultats obtenus avec ce type de membranes, comparés à un échantillon massif de silicium de même orientation.

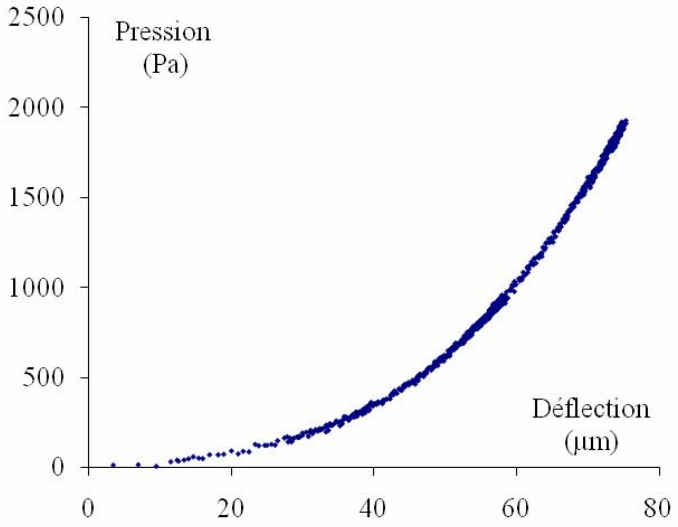


Figure.III.9. Courbe pression déflexion d'une membrane de silicium.

Échantillon	Contrainte résiduelle (MPa)	Module d'Young (GPa)
Membrane (t = 280 nm)	$13^{+}/_{-}0.2$	$151^{+}/_{-}3$
Massif (100)	-	164 **[II.4]**

Tableau III.4. Valeur de σ_0 et de E pour une membrane de silicium (100).

III.2.3. Discussion

III.2.3.1. Analyse des résultats- Contrainte résiduelle

Une contrainte résiduelle de traction est souvent présente dans les films de nitrure de silicium (*§I.2*). Les essais de gonflement ont permis de l'estimer en analysant les courbes pression - déflexion. Le tableau III.2 montre une grande dispersion des valeurs de contraintes résiduelles selon leur géométrie (valeurs comprises entre 549 et 1430 MPa). Néanmoins la tendance reste la même, avec des contraintes de traction avoisinant parfois le GPa. Ces valeurs sont tout de même du même ordre de grandeur que celles reportées dans la littérature tableau III.5.

Contrainte résiduelle (MPa)	Procédés de dépôt	Référence
1224	LPCVD	**[III.2]**
2500-4000	PVD	**[III.3]**
217-282	LPCVD	**[III.4]**
690	LPCVD	**[III.5]**
248	IBM Microelectronics	**[III.6]**
98	DF PECVD	**[III.7]**
500-1000	Evaporation	**[III.8]**

Tableau III.5. Contrainte résiduelle relevée dans la littérature pour un dépôt de nitrure de silicium.

Les valeurs élevées de contraintes résiduelles peuvent être liées à :

- une sous estimation de la barre d'erreur concernant l'incertitude (*§ II.3.12*) de mesure de la pente et de l'origine,
- les erreurs systématiques qui proviennent d'un décalage de zéro de l'interféromètre et du capteur de pression,
- une erreur aléatoire introduite par la position du miroir qui n'est pas exactement au centre de l'échantillon et diffère d'un essai à l'autre,
- le collage de l'échantillon peut introduire des contraintes résiduelles supplémentaires,
- la méthode et les paramètres de dépôt. En effet, pour un même procédé l'état de contrainte ainsi que l'épaisseur du revêtement peuvent varier d'un échantillon à l'autre, prélevé sur une même plaquette, ou d'une plaquette à l'autre **[II.23, II.1, III.7, III.1, III.2]**.

III.2.3.2. Analyse des résultats - Module d'Young

L'analyse des courbes pression - déflexion aboutit à un module d'Young compris entre 278 et 381 GPa pour les échantillons de Si_3N_4. La dispersion des mesures dans le cas de Si_3N_4 peut s'expliquer tout d'abord par la valeur élevée de la contrainte résiduelle. Dans le cas d'une forte contrainte de traction la courbe pression - déflexion présente un aspect quasiment linéaire (fig.III.3), ce qui rend l'ajustement de la courbe plus délicat, diminuant la précision

des mesures (échantillons 6 et 7). Cet effet se comprend en considérant la formule reliant la pression et la déflexion **[III.1]**. En effet, la partie linéaire de la courbe est due au second terme de l'équation proportionnelle aux contraintes internes (*§II.3.11)*. Ainsi pour avoir de bonnes mesures de *E*, il est préférable d'avoir des échantillons sous faible contrainte interne comme nous avons pu le constater pour l'échantillon de silicium. Dans ce cas, la contrainte résiduelle étant très faible (environ 13 MPa), le module d'Young mesuré est très proche du massif pour une même orientation.

Un autre fait qui peut influencer les valeurs du module d'Young des films de nitrure de silicium peut provenir du procédé de fabrication du dépôt. En effet, il est très difficile d'obtenir une stœchiométrie homogène sur une même plaquette et entre plaquettes différentes, ce qui engendre des variations dans les valeurs de module d'Young. L'influence de la stœchiométrie a été observée pour le film de SiN_x puisqu'un module élastique de 164 GPa a été mesuré. Néanmoins, les valeurs mesurées pour les membranes de nitrure de silicium restent du même ordre de grandeur que celles relevées dans la littérature (tableau.III.6) pour des procédés de dépôt et des techniques de mesures différentes.

Module d'Young (GPa)	Méthode de caractérisation	Référence
210	Load deplacement	**[III.4]**
356	Bulge test	**[II.21]**
184-243	Indentation	**[III.5]**
304	Indentation	**[III.6]**
200-340	Bulge test	**[II.3]**
262	Bulge test	**[II.1]**
360	Bulge test	**[III.8]**

Tableau III.6. Module d'Young relevé dans la littérature pour des revêtements de nitrure de silicium.

III.2.3.3. Limitations de l'essai de gonflement

Les premiers essais effectués sur des membranes de nitrure de silicium et de silicium ont permis de mettre en évidence certaines limites et améliorations à apporter à l'essai de gonflement.

- la fixation de l'échantillon (*§III.2.3.1*). On a donc choisi pour la suite des essais d'utiliser un écrou en graphite qui permet entre autres de diminuer les risques

d'endommagement du film. Ce système a été décrit dans le chapitre précédent (*§II.3.1*).

- la mesure de la déflexion. L'une des solutions est l'utilisation d'un interféromètre 3D permettant de s'affranchir de la présence d'une pièce intermédiaire. Cette technique est l'objet du *chapitre 4*.
- l'analyse des résultats. Nous avons choisi de faire une hypothèse sur le coefficient de Poisson. Cette hypothèse influence les mesures puisque l'une des constantes (C_1) de l'équation reliant la pression à la déflexion dépend du coefficient de Poisson (*Annexe 1*). Or rien n'assure que le dépôt est homogène et que la steochiométrie est bien respectée sur toute la surface.
- La précision des mesures sur le module d'Young est affectée par la contrainte résiduelle (§*III.2.3.2*). Il est donc indispensable de minimiser l'effet de la contrainte résiduelle sur la dispersion des mesures. On peut diminuer cet effet en effectuant des traitements thermiques ou encore utiliser des multicouches pour contrôler les valeurs des contraintes.

III.3. Films minces d'or

III.3.1. Déroulement des essais

Comme nous l'avons décrit dans le chapitre I (§*I.3.2*), les propriétés mécaniques des films minces polycritallins sont influencées par :

- la taille de grains,
- la texture,
- la porosité.

Nous avons choisi de caractériser plusieurs membranes d'or rectangulaires, d'épaisseurs différentes (100, 200 et 300 nm), avec et sans recuit, pour étudier le comportement élastique et plastique des revêtements (§*II.2.1*). Un des échantillons de 300 nm a été recuit pendant 24 h à 260°C pour faire évoluer la taille de grains.

Pour ces essais, l'échantillon est testé à l'envers et fixé à l'aide d'un écrou sur le porte échantillon (*§II.3.1*). Comme dans le cas précédent, les essais sont effectués à température ambiante avec l'interféromètre 1D.

Remarque : la température de recuit a été choisie en fonction du diagramme binaire or - silicium. Elle ne peut excéder 300 °C à cause de la formation d'un eutectique à cette température.

III.3.2. Caractérisation mécanique

III.3.2.1. Courbe contrainte - déformation

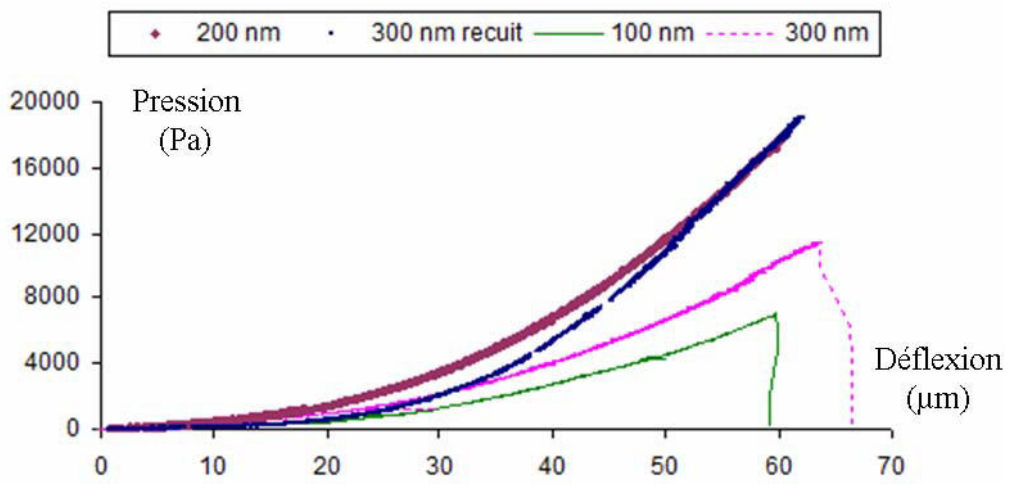


Fig.III.10. Courbes pression déflexion pour les échantillons d'or d'épaisseurs différentes.

La figure ci dessus présente les courbes pression - déflexion obtenues pour différentes épaisseurs de film d'or. Leur allure suit bien un comportement linéaire pour les petites déflexions (comportement influencé par la contrainte résiduelle) puis un comportement en h^3 (comportement régit par le module d'Young). Les échantillons ont été déformés à une pression avoisinant 20000 Pa pour les films de 200 et 300 nm recuit, 6000 Pa pour h = 100 nm et 10000 pour le film de 300 nm. Néanmoins la déflexion mesurée pour les différentes éprouvettes est comprise entre 59 et 65 µm. La transformation de ces courbes en courbe contrainte - déformation peut être faite grâce aux relations décrites dans le *chapitre 1*.

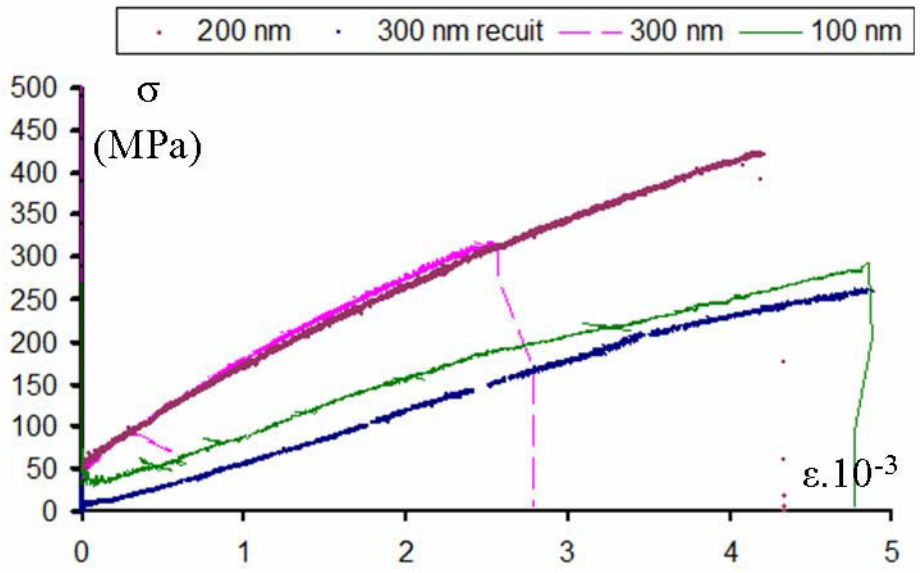


Figure III.11. Courbes contraintes - déformations pour des films minces d'or de 300, 200 100 nm et 300 nm recuit.

Pendant les essais tous les échantillons ont été déformés jusqu'à rupture sauf pour le film de 300 nm recuit (courbe bleu) qui n'a pu être déformé au-delà de 20000 Pa à cause d'une fuite au niveau du porte échantillon. On remarque également que les courbes de 300 et 200 nm sont similaires. En effet ces 2 courbes sont quasiment superposées jusqu'à ce que le film de 300 nm se rompt au alentour de 0.03% de déformation. On peut supposer que les valeurs de module d'Young vont être proches, ce qui est confirmées par les valeurs répertoriées dans le tableau III.7.

Les courbes contraintes - déformations montrent une diminution graduelle de la pente, c'est à dire une transition progressive du domaine élastique vers le domaine plastique. Pour le film recuit, on observe un changement de pente en début de courbe (partie élastique).

Avant recuit, la contrainte résiduelle est de l'ordre de 50 MPa, et devient négative (- 2 MPa) pour le film recuit.

Le module de déformation plane *M* est déterminé à partir de la partie élastique de la courbe.

Echantillon	300 nm	200 nm	100 nm	300 nm recuit	E<111> Dans le plan	E<111> Suivant la normale	Polycristal
Module de déformation plane M (GPa)	$138^{+}/_{-}5$	$122^{+}/_{-}6$	$90^{+}/_{-}9$	$60^{+}/_{-}2{,}5$	108	145	
Module d'Young E (GPa)	85	79	73	49	89	117	78

Tableau III.7. Valeurs de *M* et *E*.

Avant recuit, les valeurs de module d'Young diminuent de 85 GPa (300 nm) à 73 GPa (100 nm), valeur proche du massif. Pour le film recuit, le module d'Young chute brutalement à 49 GPa.

On remarque que le module élastique mesuré avant recuit est compris entre le module d'Young de l'état massif et le module pour une texture <111> normale à la surface de l'échantillon mesuré dans le plan. Après recuit, la valeur obtenue peut être attribuée à un changement de texture (§*I.3.2*). Il serait donc intéressant par la suite de caractériser ce changement d'orientation des grains dans nos échantillons pour expliquer ces résultats.

Remarque : Il serait préférable de mesurer le module élastique à partir d'une courbe de décharge. Dans notre cas les problèmes de friction entre le guide et le miroir ne nous ont pas permis d'effectuer ses mesures (§III.1.2).

III.3.2.2. Courbe contrainte-déformation plastique

En enlevant la partie élastique de la courbe contrainte - déformation (fig.III.12 à gauche), on obtient une courbe contrainte-déformation plastique (fig.III.12 à droite).

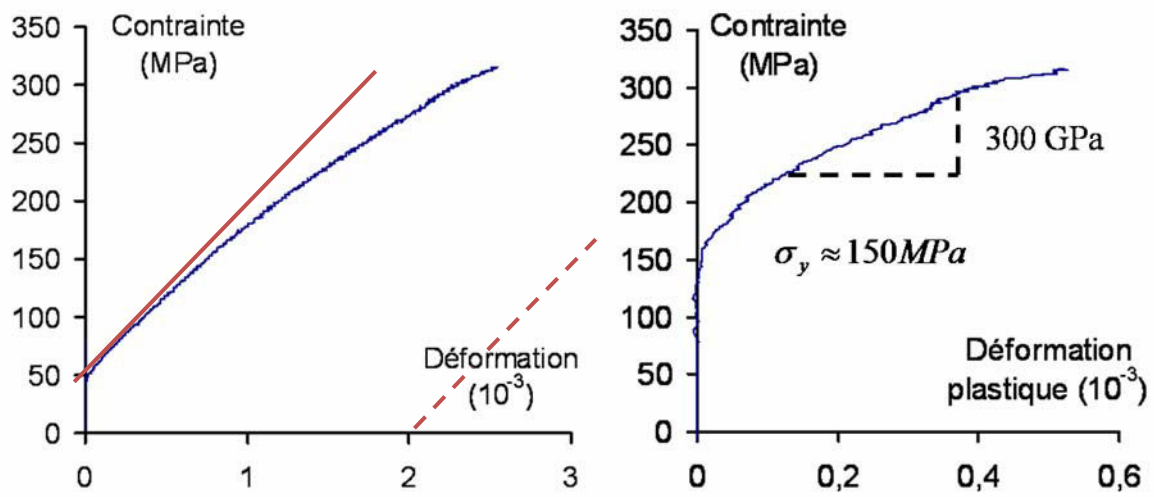


Figure III.12. A gauche : en bleu courbe contrainte déformation pour un film d'or de 300 nm d'épaisseur, le trait rouge représentant la pente élastique tandis que le trait en pointillé représente la limite d'élasticité conventionnelle. A droite, la courbe contrainte déformation plastique correspondante.

La pente de la courbe est défini par :

$$\frac{d\sigma}{\varepsilon_t - (\sigma / M)} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon_p}$$

Avec σ la contrainte, ε_t la déformation totale, σ/M la déformation élastique, ε_p la déformation plastique, et M le module de déformation plane. Lorsque le film est déformé élastiquement, $\varepsilon_p = 0$, donc la pente infinie. Une fois que la déformation plastique a lieu, la pente diminue progressivement jusqu'à devenir constante pour les grandes déformations.

Ainsi, l'origine de la courbe nous permet d'évaluer le début de la plasticité. Le durcissement de l'échantillon est défini par la pente de la tangente à la courbe.

Nos mesures ont montré que les différents échantillons présentent un début de déformation plastique à partir d'environ 150 MPa. Il faut noter que la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2 % n'a pu être mesurée parce que les échantillons se sont rompus avant d'atteindre cette valeur avec un taux de déformation plastique très faible (de l'ordre de $0{,}5.10^{-3}$). Il serait donc plus convenable de parler de début de plasticité ou de microplasticité.

Concernant le durcissement de l'échantillon, la valeur reste très élevée pour l'ensemble des éprouvettes (environ 300 GPa).

Pour expliquer l'ensemble de ces résultats nous allons donc caractériser la microstructure de nos échantillons.

III.3.3. Caractérisation microstructurale

Pour caractériser la microstructure des éprouvettes nous avons utilisé la microscopie électronique (MET, MEB) et la diffraction des rayons X.

III.3.3.1. Taille de grains

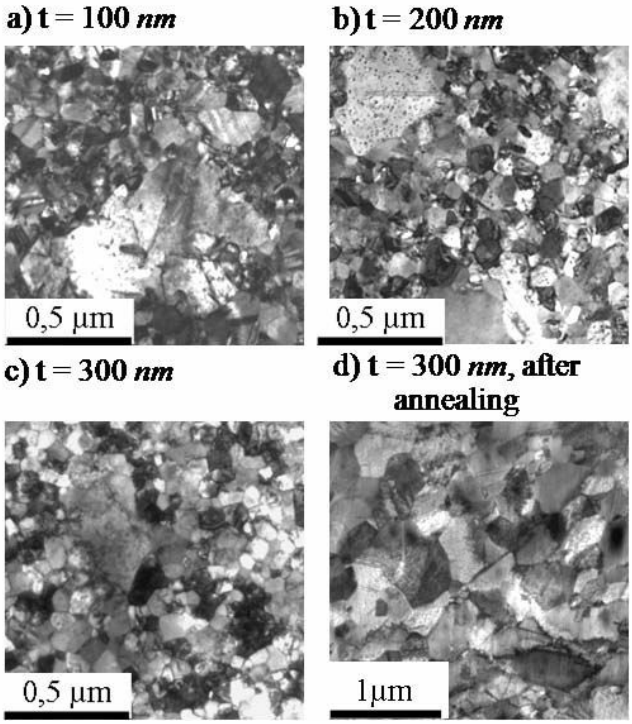


Figure III.13. Micrographies électroniques en transmission obtenues pour des films d'or déposés sur silicium par évaporation. On observe une distribution de taille de grains bimodale ainsi que la présence de défauts au sein du film.

Les observations au microscope électronique en transmission avant recuit ont révélé une microstructure hétérogène. Les échantillons observés en vue plane sont composés de gros grains (~ 1 µm) entourés de petit grains (~ 10 nm). Pendant le dépôt, des défauts tels que des dislocations (fig.III.13.a) ou des macles de croissance (fig.III.13.b) se sont développées dans les plus gros grains. Après un recuit de 24 heures à 260°C, la microstructure du film a évolué.

De plus gros grains se sont développés aux dépens de plus petits augmentant ainsi la taille moyenne des grains (fig.III.13).

La morphologie des grains a été observée au MET pour différentes épaisseurs de films (fig.III.13 et III.14). La figure ci-dessous est l'exemple d'un film de 100 nm d'épaisseur observé en coupe transverse.

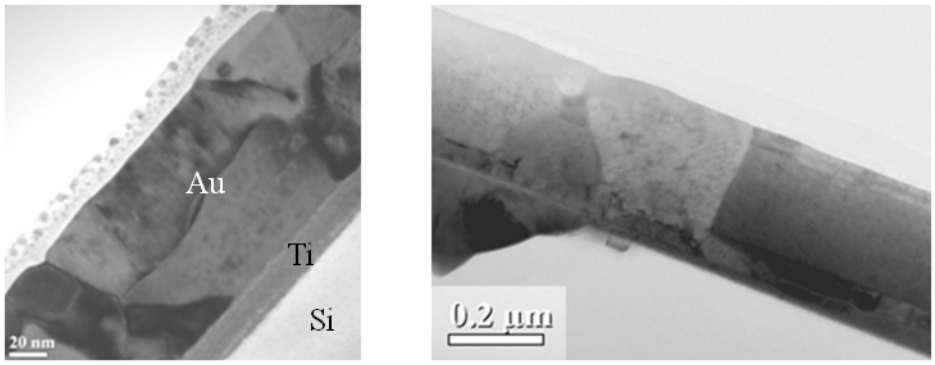


Figure III.14. Observation d'un film d'or en coupe transverse. A gauche le film à une épaisseur de 100 nm, à droite de 300 nm.

On distingue en gris clair le substrat de silicium, en gris foncé la couche d'accrochage de titane nécessaire pour permettre l'adhérence du film sur la plaquette de silicium et enfin le film d'or. Les grains ont développé pendant le dépôt une morphologie colonnaire avec dans ce cas au moins un grain compris dans l'épaisseur du film. Pour le film de 300 nm la taille de grain avoisine l'épaisseur du film. Des macles de croissance et des dislocations ont également été observées.

En utilisant la méthode des interceptes, nous avons pu évaluer la taille moyenne de grains (Tableau III.8) ainsi que leur distribution de tailles sur la surface des échantillons en prenant en compte les macles présentes dans les plus gros grains (fig.III.15). Les valeurs moyennes de taille de grains obtenues sont comprises entre 32 et 91 nm pour les films minces avant recuit et de 212 nm après recuit (Tableau III.8).

Film	300 nm recuit	300 nm	200 nm	100 nm
Taille moyenne des grains (nm)	212	91	53	32
Dispersion (nm)	130-790	61-490	27-220	19-180

Tableau III.8. Valeurs moyennes et dispersion de la taille moyenne de grains.

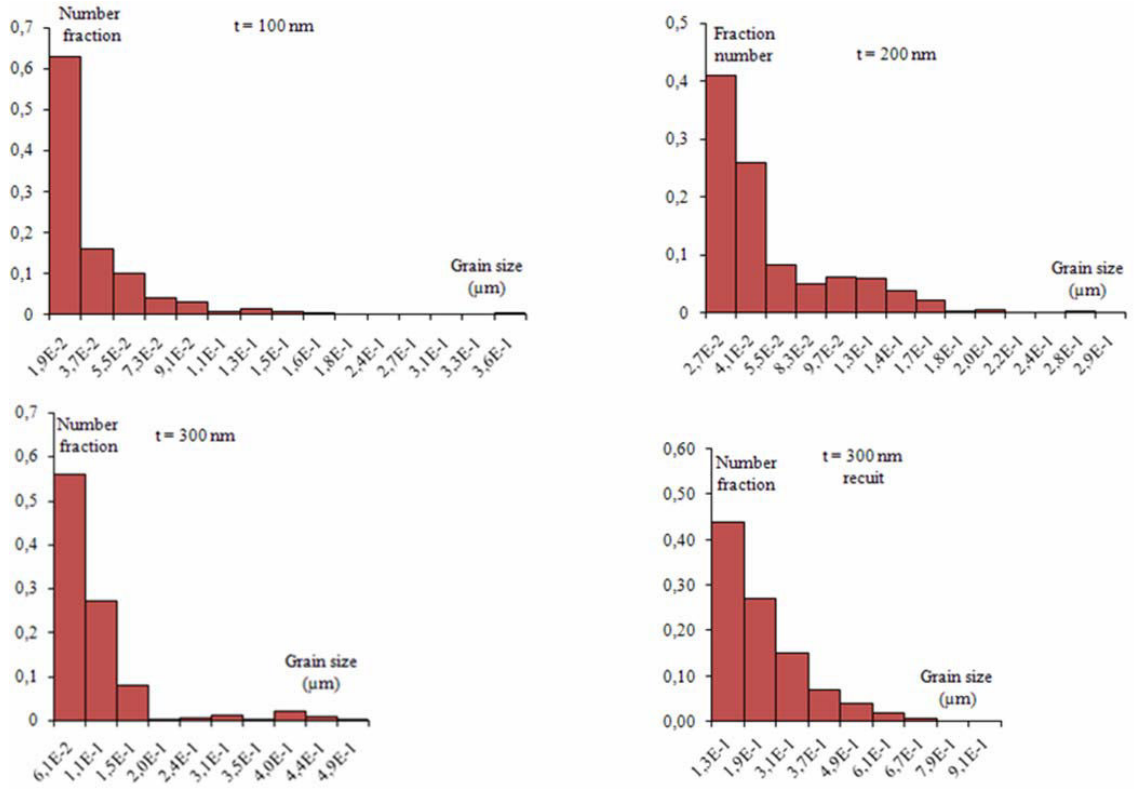


Figure III.15. Distributions de la taille de grains pour les différents films mesurées par la méthode des interceptes.

Malgré une microstructure hétérogène, on remarque que (fig.III.15) :

- la taille des petits et gros grains ainsi que leur taille moyenne diminuent avec l'épaisseur du film,
- après recuit la taille moyenne ainsi que la taille des petits et gros grains augmentent,
- dans tous les cas, il y a plus de petits grains que de gros.

III.3.3.2 Texture

Nous avons déterminé la texture des revêtements en utilisant deux méthodes. Tous d'abord la microscopie électronique à balayage par le biais de l'EBSD (§*II.2.3.3*) puis, la diffraction des rayons X (*§II.2.3.2*)

a) EBSD

La figure III.16 est une série de figures de pôles obtenues pour un film de 200 nm (en haut) et de 300 nm (en bas) par EBSD.

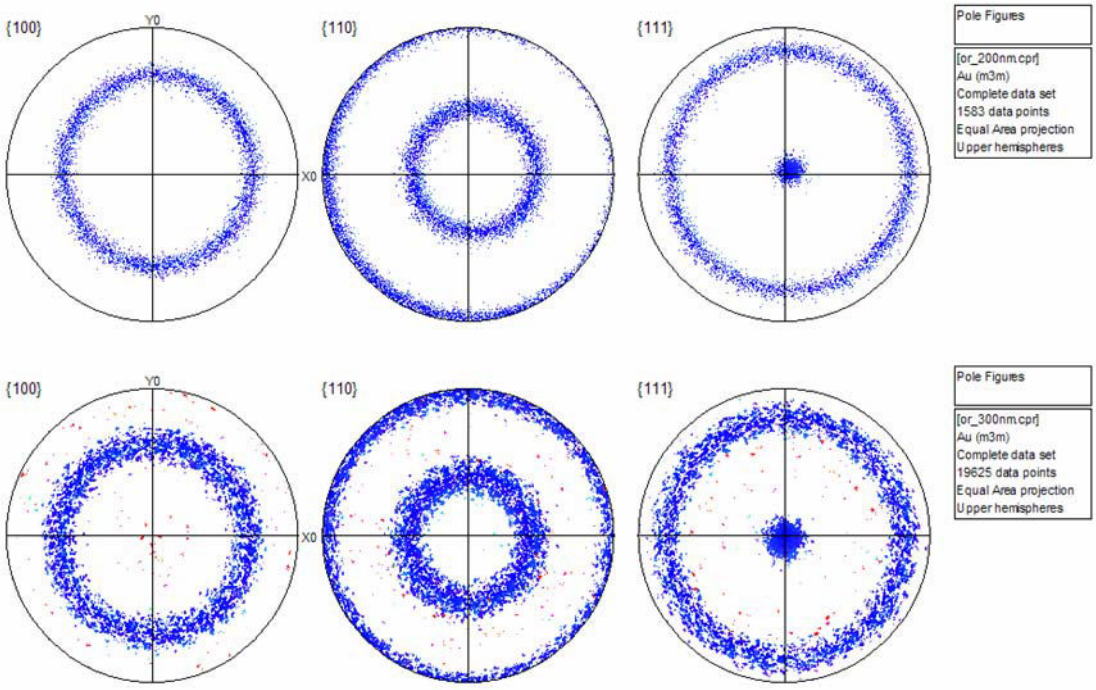


Figure III.16. Figures de pole obtenues par EBSD pour un film de 200 nm (haut) et 300 nm (bas) d'épaisseur.

Les figures de pôle <100> (à gauche) sont composées d'un cercle à 54.7°, tandis que les figures de pôle <111> (à droite) possèdent un pic intense à 0° ainsi qu'un anneau à 71°. Ces deux exemples sont typiques d'une texture <111>. Les quelques points observés en dehors de ces zones correspondent à des orientations de grains différentes, présentes dans le film. Dans les deux cas, elles montrent une texture <111> fortement marquée avec une légère désorientation par rapport au centre.

Les films d'épaisseurs 100 nm et 300 nm recuit ont également été caractérisés (fig.III.14). Cependant dans les deux cas, nous avons eu des problèmes de dérive dus à la contamination de la surface de l'échantillon dans le microscope électronique provenant du craquage de l'huile de la pompe à diffusion. Pendant l'analyse, les clichés des lignes de *Kikuchi* deviennent au fur et à mesure illisibles, ce qui limite la durée des mesures à quelques heures.

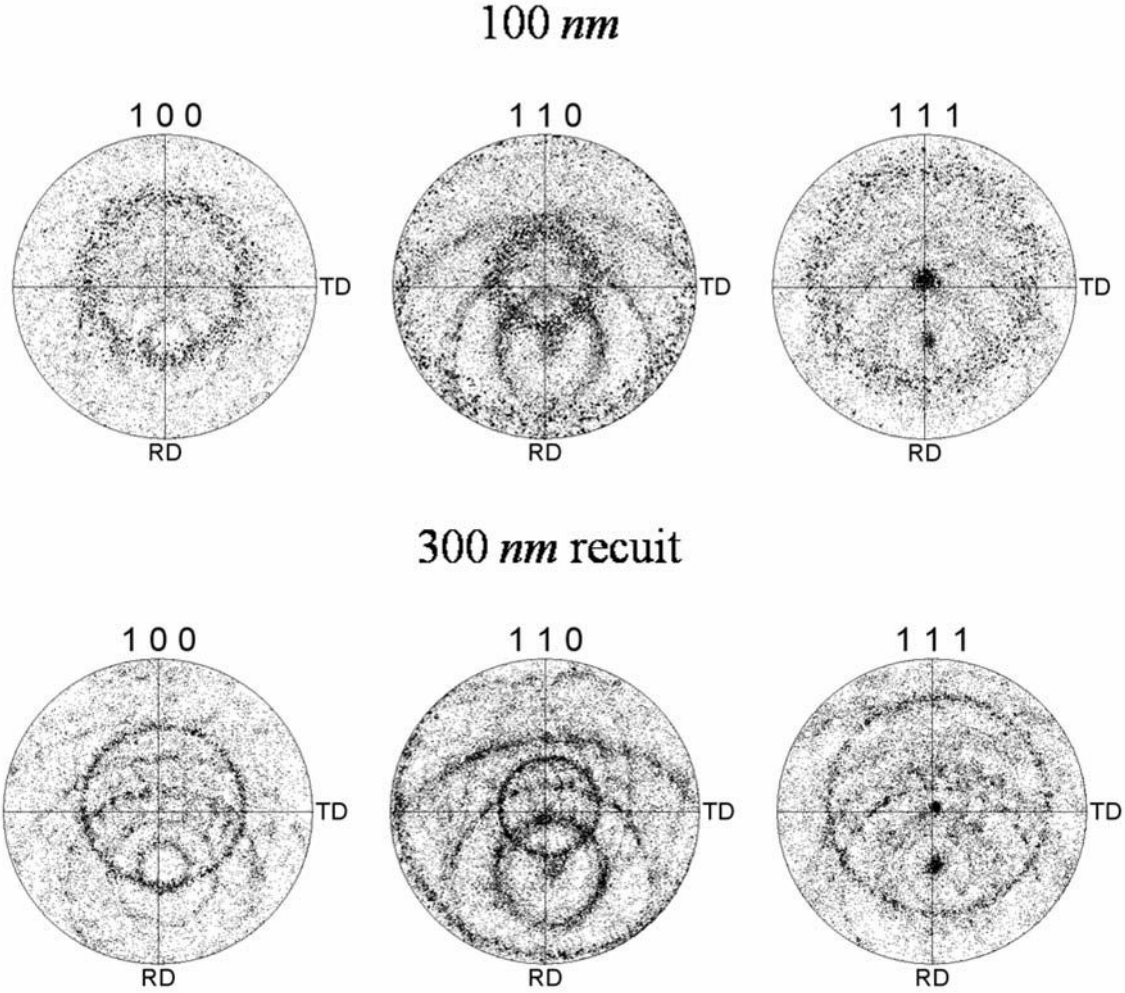


Figure III.17. Figures de pole obtenues par EBSD pour un film de 200 nm (haut) et 300 nm (bas) d'épaisseur.

On peut tout de même constater la présence d'un pic à 0° sur la figure de pôle <111> ainsi qu'un anneau à environ 71° (fig.III.17 à droite) avec une désorientation de quelques degrés par rapport au centre. Les différentes figures de pôle, obtenues pour des temps longs, présentent également des anneaux concentriques fortement décentrés (centrés apparemment à -45° sur l'axe RD). L'aspect des anneaux varie d'une figure de pôle à l'autre mais reste sensiblement identique entre échantillons. Ceci est observé quelle que soit l'orientation des échantillons

dans le microscope. Il s'agit à l'évidence d'un artefact de mesure survenu pendant l'essai. Les échantillons n'ont pas pu être caractérisés une seconde fois puisqu'ils ont été fortement contaminés par l'appareil. On peut tout de même observer une tendance qui sera ensuite confortée par la diffraction des rayons X.

Nous n'avons pas pu déterminer les fractions volumiques de chaque composante notamment à cause de la petite taille des grains composant le film. En effet la taille de sonde et le pas utilisés sont du même ordre de grandeur que les plus petits grains qui constituent le film (*§ II.3.3.3.a*).

b) Diffraction des rayons X

Dans un premier temps la diffraction des rayons X est utilisée pour caractériser la nature du film en utilisant le diffractomètre *D8 advance* (*§II.2.3.2*). Cette étude préliminaire nous a permis de vérifier :

- la position des pics de diffraction de l'or,
- une possible texture,
- la présence de contraintes résiduelles.

La figure III.17 représente les résultats obtenus pour des films de différentes épaisseurs.

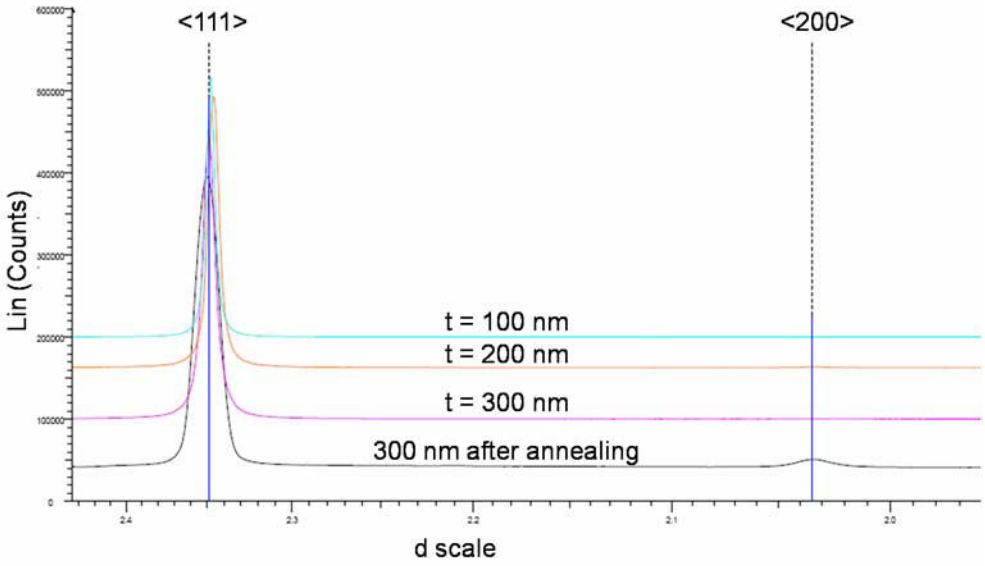


Figure III.18. Diffractogramme $\theta/2\theta$ obtenu à partir de couches d'or déposées sur substrat de silicium.

Les échantillons présentent un pic <111> très intense révélant une texture <111> fortement marquée. On observe également une augmentation de l'intensité du pic <200> après

recuit, ce qui montre que le recuit favorise la croissance des grains orientés <200> au détriment des grains orientés <111> (*§.I.1.3.3*). La fraction volumique de texture <111> devrait donc être moins importante après recuit.

Pour compléter l'information sur la texture de nos films, les figures de pôles suivant la direction <111> ont été mesurées (fig.III.19).

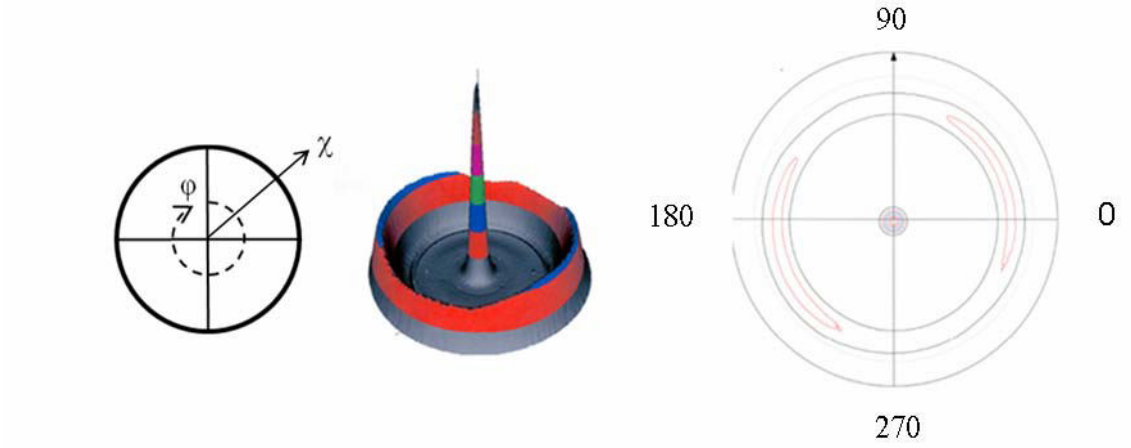


Figure III.19. Figures de pôle pour un film de 200 nm d'épaisseur avant et après recuit obtenues par diffraction des rayons X avec à gauche la représentation 2D, à droite la représentation 3D

La figure ci dessus représente de deux manières une cartographie des intensités autour du pic <111> perpendiculaire à la membrane. L'absence d'intensités en dehors du pic de diffraction du plan {111} est une signature d'une forte texture <111> des échantillons. L'anneau à environ 71° est dû aux autres directions des plans de la famille {111}. L'uniformité de cet anneau montre qu'il n'y a pas d'orientation préférentielle dans les plans du film. Des figures de pôle similaires ont été obtenues pour les autres échantillons.

Une légère désorientation est observée pour les films de 300, 200 et 100 nm. Cet écart est dû à la méthode de dépôt utilisée pour le film d'or. L'orientation du flux d'or par rapport à l'échantillon va dépendre de la position de ce dernier dans le bâti. Dans le cas où le film ne se trouve pas au dessus du creuset, le flux d'or ne sera pas perpendiculaire à la surface, ce qui introduit une légère désorientation dans la texture du film.

Ces mesures sont bien en accord avec les observations faites à partir des diffractogrammes et des figures de pôle obtenues par EBSD avant recuit (fig.III.16, 17 et 18). En revanche, nous n'avons pas observé de pic correspondant aux grains <100>.

III.3.3.3. Contrainte interne

La diffraction des rayons X a également permis de confirmer la présence de contraintes résiduelles dans les revêtements. Les diffractogrammes $\theta/2\theta$ (fig.III.17) montrent effectivement un déplacement du pic <111> par rapport au massif. Nous avons donc effectué des mesures de contraintes par la méthode $\sin^2\psi$ (*§II.2.3.1*) pour observer la tendance. Il faut noter que cette méthode n'est pas appropriée pour mesurer les contraintes résiduelles pour des échantillons texturés. Néanmoins, il nous donne la nature de la contrainte (compression ou traction). Les résultats obtenus ne tiennent compte que de la position du pic à $\chi = 0$ et $\chi = 71.57$:

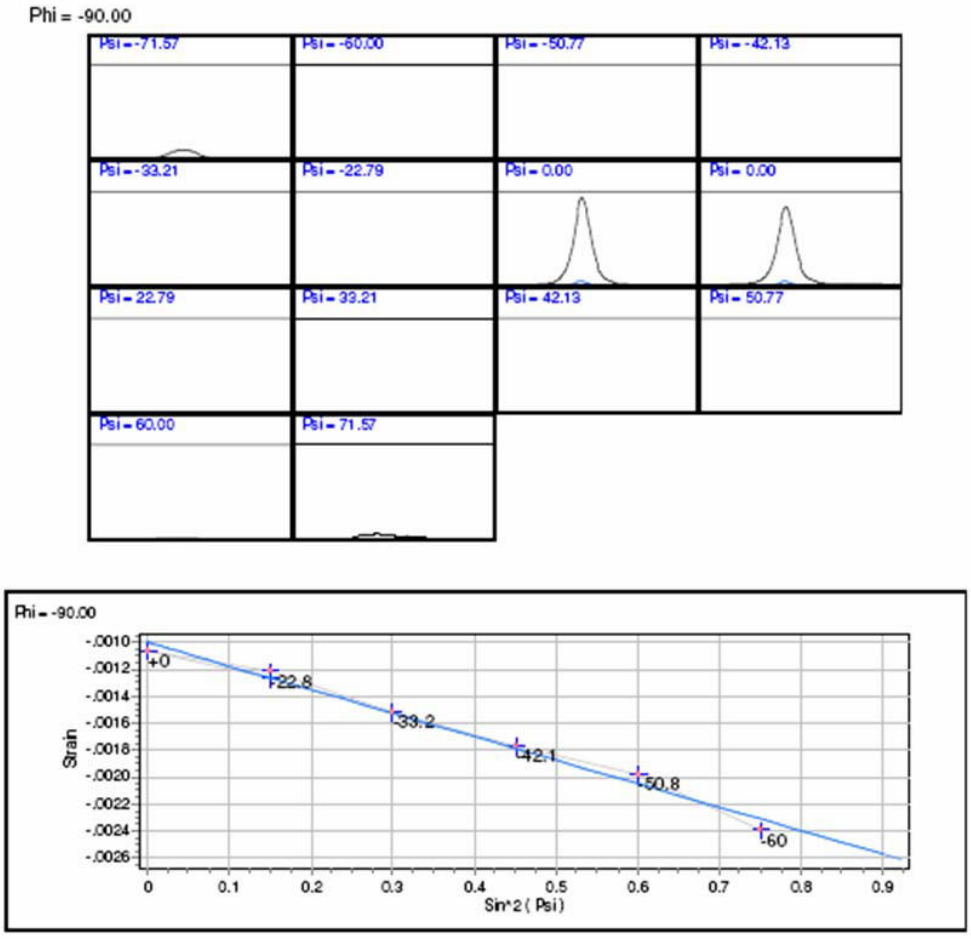


Fig.III. 20: En haut, mesure obtenu pour φ = -90° et 0° <χ < 80°, en bas, courbe déformation en fonction de sin² (ψ) pour φ = -90°

Echantillon	Massif	300 nm	100 nm	200 nm	300 nm recuit
$\sigma_0\,(MPa)$	-	$-168.4^{+}/_{-}\,34$	$-110^{+}/_{-}\,57$	$-73^{+}/_{-}\,20$	$-27.6^{+}/_{-}\,18$
Essai de gonflement $\sigma_0\,(MPa)$	-	~ 50	~ 50	~ 50	~ - 2

Tableau III.9. Valeurs de contrainte résiduelle mesurées par diffraction des rayons X.

Les films après dépôt sont sous une légère contrainte de compression variant avec l'épaisseur du film : la valeur absolue de la contrainte augmente avec l'épaisseur du film.

Elle reste très faible pour le film de 100 nm et il est difficile de conclure sur la présence de contrainte résiduelle en compression dans ce cas compte tenu de la barre d'erreur. Néanmoins elle donne une idée sur la nature des contraintes présentes dans le film.

Contrairement au nitrure de silicium (Tableau III.2), les contraintes sont beaucoup plus faibles en valeur absolue et suivent bien le comportement de type II décrit dans le *chapitre 1* (*§I.2.3*). On peut également noter une différence avec les mesures obtenues à partir de l'essai de gonflement causée par la fixation de l'échantillon (*II.3.1)*.

III.3.4. Discussion

III.3.4.1. Courbe contrainte - déformation.

Les mesures de contraintes à partir des courbes contraintes - déformation ne sont pas représentatives de la contrainte résiduelle réelle présente dans le film. Elle est induite par le serrage du porte échantillon (*§II.3.1*) ce qui est confirmée par les mesures de contraintes effectuées par diffraction des rayons X (*§III.3.3.3*).

Après recuit par contre, le serrage n'a pas compensé la contrainte en compression de l'échantillon, confirmée par la présence de rides visibles sur l'échantillon (fig.III.21). Le flambage de l'échantillon (fig.III.18) peut expliquer le changement de pente observé au début de la déformation de l'échantillon (*§III.3.2.1*), entrainant l'instabilité de la tige et du miroir pendant la mesure.

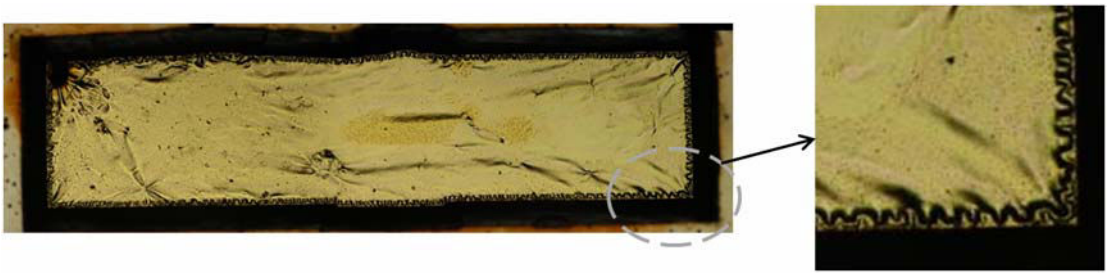


Figure III.21. Micrographie optique d'une membrane d'or rectangulaire après recuit. On constate sur les bords des rides très étroites ainsi que des rides plus larges sur le reste de la membrane.

Remarque : Dans le cas de films sous contrainte résiduelle de compression, il est difficile de déterminer l'origine de la courbe. Une des manières de s'affranchir de ce problème est de caractériser l'ensemble de la membrane par interférométrie (Chap.IV).

La transition progressive entre le comportement élastique et plastique peut s'expliquer en considérant la microstructure de nos échantillons. Nous avons décrit dans les paragraphes précédents une distribution de taille de grain bimodal (*§III.3.3.1*). Par conséquent, les plus petits grains ayant une limite d'élasticité plus élevés, se sont les gros grains qui se déforment en premier.

Une deuxième caractéristique microstructurale à considérer est la texture (*§III.3.3.2*). Les grains se déforment alors plus ou moins facilement en fonction de leur orientation.

Et enfin la contrainte résiduelle présente dans le film. Phillips *et al* **[III.7]** ont montré en étudiant des films polycristallins par micro-diffraction que l'état de contrainte résiduelle peut varier de façon très importante d'un grain à l'autre.

L'ensemble de ces facteurs fait en sorte que tous les grains ne se déforment pas en même temps ce qui explique l'aspect de la courbe.

III.3.4.2. Module d'Young

a) Avant recuit

Les valeurs reportées dans le tableau III.7 sont comprise entre les valeurs de module élastique pour une texture <111> et un polycristal.

Avant recuit, l'évolution du module d'Young peut être attribuée à un changement de texture ou de fraction volumique des différents constituants. On a pu constater grâce à l'étude

de diffraction des rayons X que les films présentent une forte texture <111> avec une légère désorientation par rapport à la normale du substrat de silicium. L'intensité des pics a montré que les échantillons de 200 nm et 300 nm ont une texture <111> similaire, ce qui se traduit effectivement par des modules d'Young proches. En revanche la texture est beaucoup moins marquée pour le film de 100 nm, ce qui explique la chute de *E* mesurée par essai de gonflement. Cependant d'autre mesure sont nécessaire pour étayer cette hypothèse.

b) Après recuit

Pour le film après recuit, la chute de module peut s'expliquer par l'apparition de sillons aux joints de grain pendant le recuit. Cependant d'après **[III.10, II.5]** la baisse engendrée par ce phénomène ne peut dépasser 2% de la valeur, ce qui n'est pas suffisant. Une autre hypothèse serait de considérer la présence de décohésion aux niveaux des joints de grains pendant l'évaporation du métal. Cependant, dans nos échantillons aucune décohésion n'a été observée en Microscopie Electronique à Transmission ou à Balayage.

Les raisons les plus probables sont donc :

- le changement de texture pendant le recuit ; avec une évolution de la texture <111> vers une texture <100> après recuit **[I.11]**. Nos résultats obtenus à partir de la diffraction des rayons X nous ont permis de constater la présence d'un pic <200> plus intense après recuit mais beaucoup trop faible pour expliquer la valeur mesurée. Pour observer un changement d'orientation de texture, il est donc nécessaire de faire un recuit beaucoup plus long.
- le flambage du film. Dans ce cas on surestime la valeur de la déflexion ce qui entraine une sous estimation du module d'élasticité, ce qui semble être le plus probable dans notre cas.

III.3.4.3. Limite d'élasticité.

Pour les différents échantillons, le début de la déformation plastique se produit aux environs 150 MPa. Il y a donc aucun effet de l'épaisseur du film ou de la taille de grain, ce qui peut s'expliquer par le caractère bimodal de la microstructure du film et la présence avant déformation, observé en MET, de défauts dans les grains de plus grande taille (*§III.3.3.1*).

Les valeurs de durcissement $\frac{d\sigma}{d\varepsilon_p}$ sont obtenues à partir de la pente de la courbe contrainte - déformation plastique. Elles sont très élevées (de l'ordre de 300 GPa), et sont largement supérieure au module d'Young : nous sommes très loin d'un comportement plastique macroscopique. (*§III.3.2.2*).

III.3.4.4.Rupture

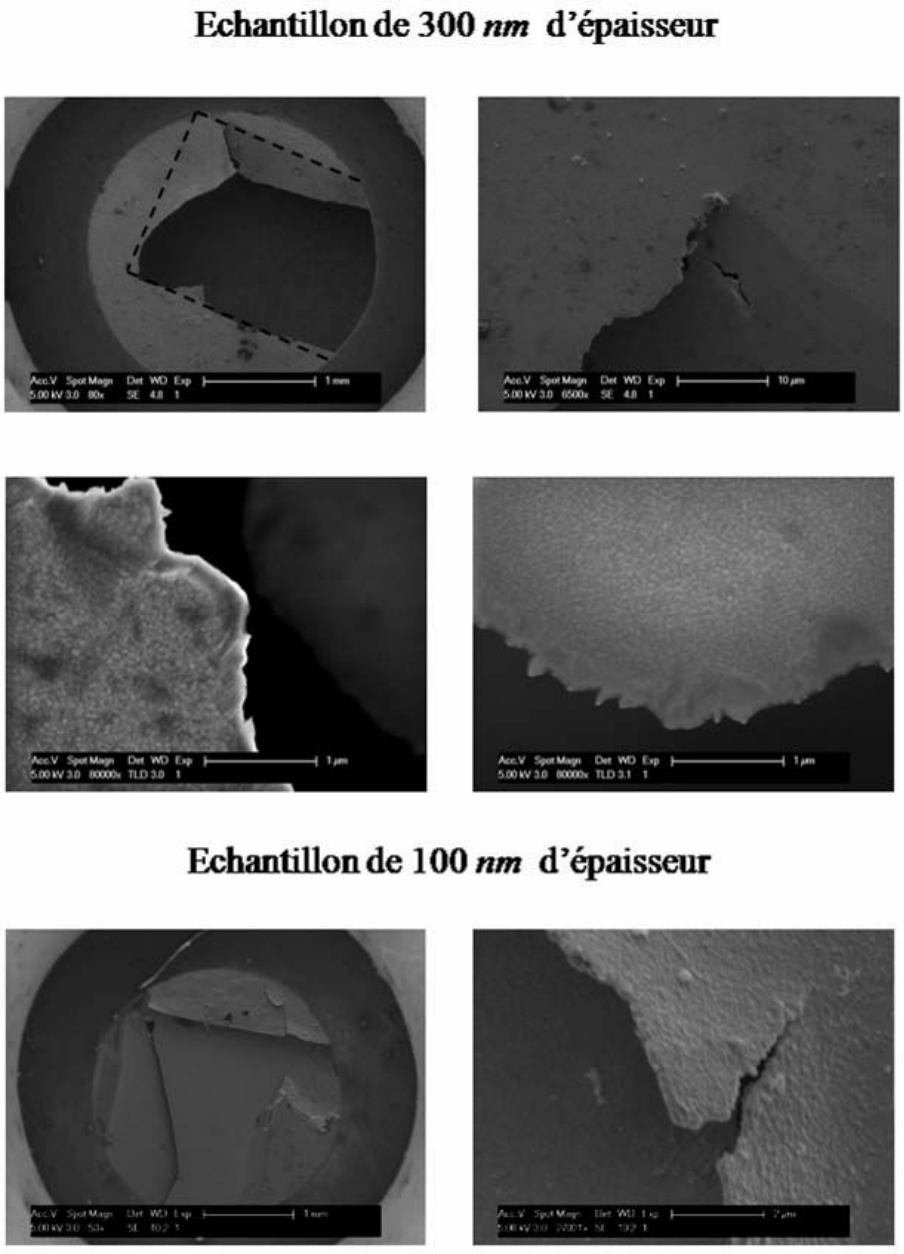


Figure III.22. Micrographies électroniques à balayage de faciès de rupture pour un film de 300 nm d'épaisseur (haut) et pour un film de 100 nm d'épaisseur (bas).

En observant les faciès de rupture d'éprouvettes rectangulaires (fig.III.22), on remarque que la rupture débute dans des coins de la membrane et se propage jusqu'à l'extrémité opposée de l'échantillon.

Ces observations peuvent s'expliquer en considérant la rigidité en flexion dans le cas d'une membrane encastrée. En effet dans l'analyse des résultats, la rigidité en flexion est négligée puisqu'on ne s'intéresse qu'à la partie centrale du film. Cependant, dans les coins de la membrane ce terme devient très important et doit être très largement supérieur à la contrainte imposée par la pression appliquée. Par conséquent, la déformation plastique en réponse à la rigidité en flexion dans les coins de l'échantillon se produit avant la déformation plastique au centre de l'échantillon.

Il pourrait être plus correct d'incorporer dans l'analyse l'effet de la flexion sur les mesures, mais il a été démontré que ce terme est important uniquement près des bords **[II.2]**. On peut donc se contenter d'utiliser cette approximation pour étudier la plasticité des films minces au centre de l'échantillon par essai de gonflement.

Dans certains cas l'observation des faciès de rupture permet de mettre en évidence les mécanismes de la déformation plastique. Néanmoins, cette première étude ne permet pas de conclure sur le mécanisme de déformation des films d'or.

III.4. Conclusion.

Dans ce chapitre des films de nitrure de silicium et d'or ont été utilisés pour tester la fiabilité du banc d'essai de gonflement que nous avons développé, pour définir ses limites d'application et ainsi proposer des améliorations à apporter pour les essais à venir.

Les premiers essais réalisés sur des membranes de silicium ont permis de valider la méthode pour des membranes en traction ainsi que d'apporter à terme quelques améliorations (fixation de l'échantillon, mesure interférométrique 3D). Bien que les premiers essais aient été très encourageants, il demeure néanmoins certains problèmes d'interprétation liés à l'ajustement des données, notamment dans le cas d'un film mince sous forte contrainte résiduelles de traction dépassant le GPa. Ils ont également permis de mettre en évidence les premiers facteurs importants dans l'interprétation des données obtenues par essai de gonflement (mesure précise de la demi largeur *a* de la membrane).

Dans un second temps, des revêtements d'or ont été caractérisés dans le but d'observer l'influence de l'épaisseur du film et de la microstructure sur les propriétés mécaniques. Une

variation du module de déformation plane *M* a été observée. Cette variation est le résultat de l'anisotropie des propriétés élastique de l'or (texture). Cependant une étude complémentaire sur la texture doit être faite pour confirmer cette observation. Aucune variation du seuil de plasticité en fonction de l'épaisseur du film et de la taille de grains n'a été observée. L'allure des courbes indique une déformation inhomogène liée à une distribution de taille de grain bimodale et à la présence d'une contrainte interne variant d'un grain à l'autre. La rupture débute aux coins de la membrane là ou la rigidité en flexion est la plus importante.

Pour caractériser les propriétés mécaniques des revêtements par essai de gonflement, quelques précautions sont donc à prendre :

- La microstructure et les contraintes internes doivent être homogènes,
- Il faut éviter les fortes contraintes internes : les contraintes internes de traction entrainent une dispersion importante des mesures et les contraintes mécaniques de compression induisent le flambage du film.

Néanmoins les premiers essais ont été concluants puisqu'ils sont en accord avec les données reportées dans la littérature.

Chapitre IV : Interférométrie 3D

Les premières mesures de déflexion ont été effectuées par interférométrie laser obtenues par l'intermédiaire d'un miroir plan collé sur une tige de graphite (*chapitre 2*). Déterminer la déflexion par une pièce intermédiaire présente certains inconvénients dont notamment la perte de signal pendant l'essai lorsque le miroir se déplace ou encore des problèmes de friction entre le guide et la tige en graphite.

Les mesures obtenues par un capteur ponctuel sont faites - en principe - uniquement au centre de l'échantillon : si la forme de la membrane gonflée s'écarte de celle définie (IV.12), les expressions utilisées pour calculer la contrainte et la déformation de l'échantillon ne seront plus valides. En pratique, ceci peut arriver dès le début de la déformation plastique, qui ne sera pas forcément homogène. Reste le problème de la flèche initiale de la membrane, en particulier dans le cas d'un film sous forte contrainte résiduelle de compression.

Pour surmonter de ces difficultés et permettre une meilleure caractérisation du comportement de l'échantillon, un interféromètre 3 D de type Twyman Green a été ajouté au montage. Le principe de l'appareil a été décrit dans le chapitre 2(§ II.4.6.3) : à partir d'une figure d'interférence, on peut calculer le déphasage du faisceau réfléchi, et donc la hauteur de la membrane en tous points. La mesure se fait sans contact, ce qui permet de s'affranchir des problèmes de positionnement et de friction rencontrés avec le montage optique précédent.

Deux difficultés étaient néanmoins prévisibles : avec un montage laser standard, la densité des franges d'interférences sur les bords de l'échantillon sera très vite trop élevée pour qu'une caméra CCD puisse les distinguer, si toutefois le faisceau réfléchi par l'échantillon entre bien dans la pupille d'entrée du montage. Les opticiens, qui ont besoin de vérifier la qualité optique de surfaces sphériques (miroirs, lentilles...) utilisent une surface de référence sphérique : une lentille convergente est placée à l'entrée de l'interféromètre. Les figures d'interférence mesurées ne correspondent plus à la différence de marche du faisceau entre une sphère et un plan, mais entre deux sphères : la lentille mesurée et la surface de référence **[IV.1]**. Cette différence peut être aussi petite que possible, voire nulle si le centre de courbure de l'objet étudié est placé au foyer de la surface de référence.

Comme on pourra le vérifier ci –dessous, la situation est moins idyllique dans le cas d'une surface asphérique : l'image observée par la caméra CCD de l'interféromètre est distordue. Les interférogrammes présentés ci dessous sont un exemple de distorsions observées pendant les

mesures. Ici deux lentilles sphérique ont été utilisées : au début de la déformation on utilise une lentille avec une distance focale importante (R = 500 mm) (fig.IV.1.a) par la suite la référence est adaptée en fonction du rayon de courbure de l'échantillon en utilisant des lentilles avec une distance focale de plus en plus courte (fig.VI.1.b).

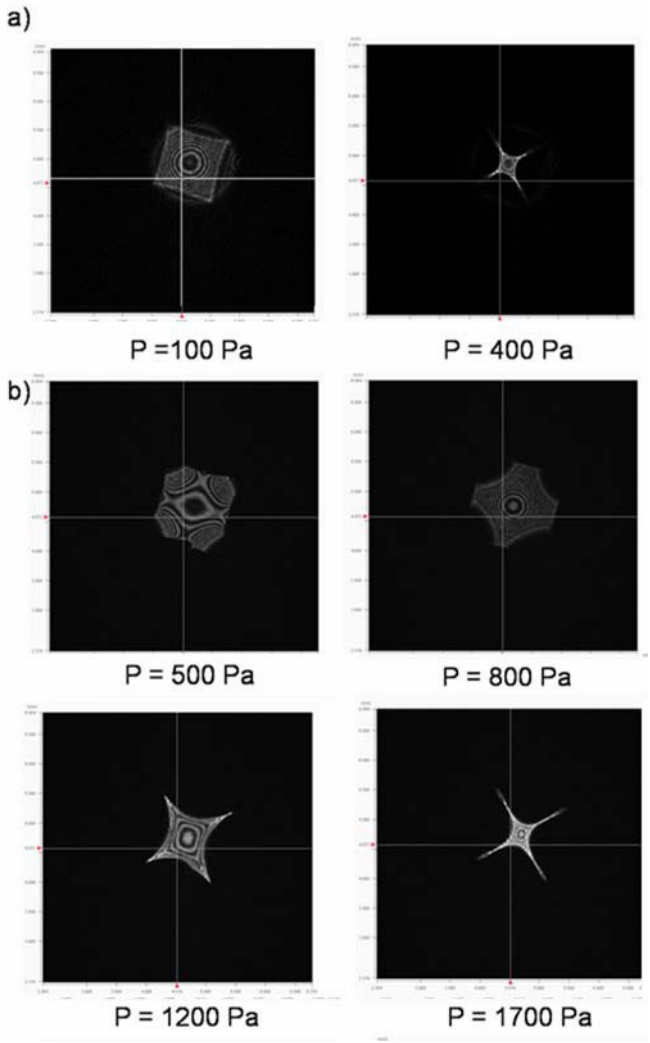


Figure IV.1. Interférogrammes d'une membrane de nitrure de silicium sous pression différentielle mesuré à partir d'une référence sphérique, a) L = 500 mm, b) L = 211 mm.

L'une des difficultés d'interprétation de ces images et donc de savoir à quel point X, Y, Z de l'interférogramme correspond un point x, y, z de la membrane. Pour ce faire, il est indispensable de comprendre comment se forment les images dans notre montage (ce qui n'est pas à priori trivial, le constructeur gardant les caractéristiques de celui ci secrètes). Il sera alors possible de définir une stratégie d'utilisation de l'interféromètre.

Dans ce chapitre, nous aborderons successivement le fonctionnement du système optique et la détermination de ses caractéristiques de base, la formation de l'image d'une surface asphérique (membrane déformée), sa luminosité et sa visibilité, puis le calcul du déphasage entre objet et référence, dans le cas d'une surface asphérique. Nous nous intéresserons ensuite à la mesure du signal par une caméra CCD, qui introduit des perturbations spécifiques. Nous aboutirons enfin à une proposition de procédure d'utilisation du montage en ligne (pendant l'essai) puis après essai, pour l'analyse fine des résultats.

IV.1. Description du dispositif

L'interféromètre est monté sur une platine de translation (*chapitre 2(§ II.4.6.3)*). L'ensemble du système optique, lentille, caméra et diaphragme, se trouve à l'intérieur d'un boitier (fig. IV.2). A l'extérieur se trouve l'*expandeur* de faisceau (cône bleu) ainsi que l'une des lentilles interchangeable L_1. Parmi les différents systèmes testés (Trioptics, zygo,...), ce montage est le seul qui permette d'observer une membrane mince de silicium. Il présente un avantage supplémentaire : sa masse réduite, qui a permis son montage direct sur une platine de translation verticale.

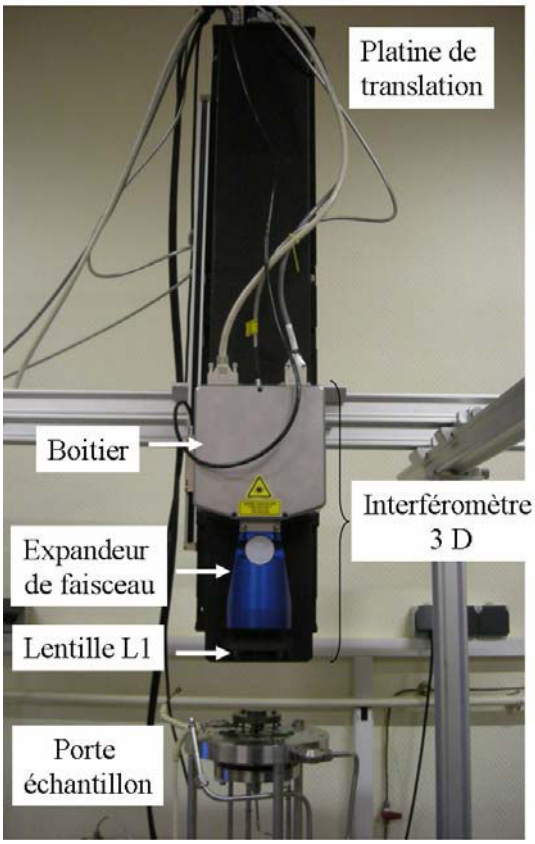


Figure IV.2. Photographie de l'interféromètre monté sur la platine de translation

Comme nous l'avons vu dans le *chapitre 2*, l'interféromètre comporte plusieurs composants dont des lentilles, des miroirs, ou encore des polariseurs. Pour comprendre la formation de l'image au sein du dispositif et appréhender les problèmes de mesure, on considèrera que le système optique est simplement composé de deux lentilles convergentes L_1 et L_2, d'un diaphragme placé au foyer de L_2, et d'une caméra CCD (fig.IV.2).

La première lentille convergente L_1 a une distance focale f_1 connue (Tableau IV.1). Elle est suivie d'une seconde lentille notée L_2 située à une distance l de la première. Sa longueur focale f_2 reste inconnue puisqu'elle dépend du réglage de la mise au point. Un diaphragme (*pinhole*) de diamètre D est situé devant la caméra CCD placée à une distance d' du foyer F'_2. C'est sur cet écran qu'on observe l'image de l'échantillon.

Distance focale de la lentille (mm)	**Rayons de courbure mesurés (mm)**
700	609-374
500	413-226
350	269-128
211.5	132-55
135	55-25

Tableau IV.1. Utilisation des lentilles en fonction du rayon de courbure de l'échantillon.

La figure IV.3 schématise la formation de l'image M_2N_2 à partir d'un objet MN qui sera décrite dans les paragraphes suivants. On définit :

- F_1, F'_1, F_2, F'_2 : foyers des lentilles L_1 et L_2.
- Z : la distance entre l'objet MN et le point focal F_1.

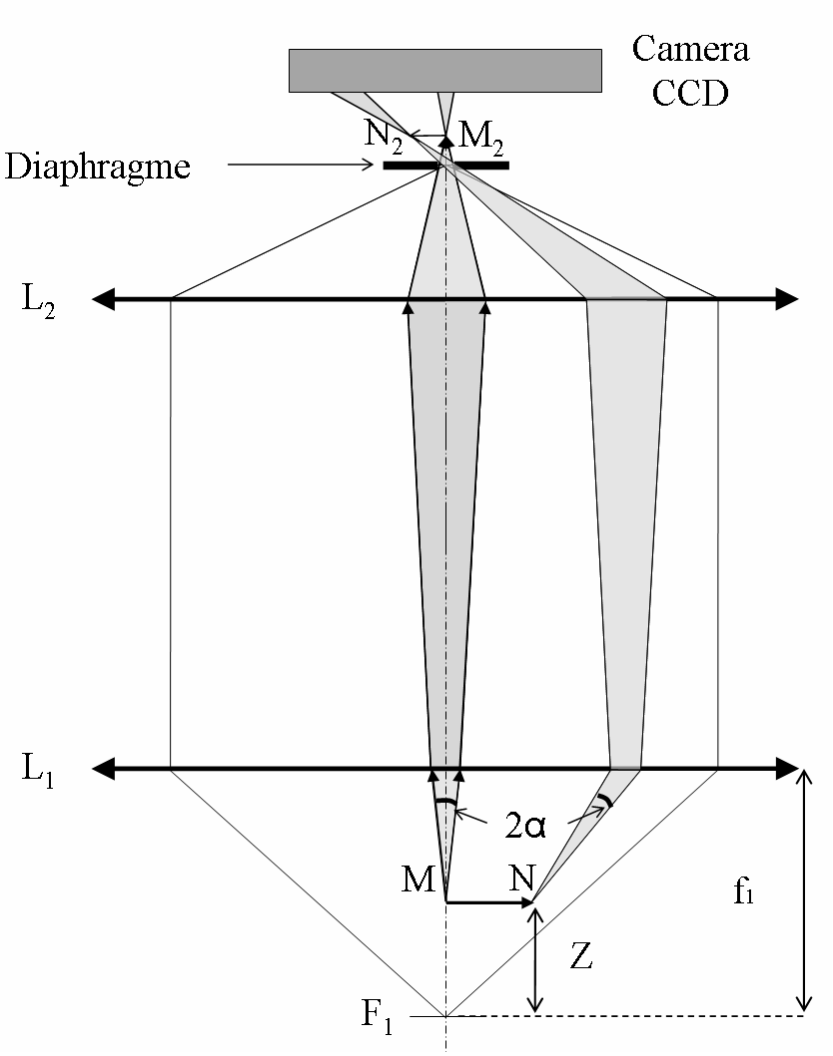


Figure IV.3. Représentation schématique de l'interféromètre.

Lorsque le rayon de courbure augmente sous l'action de la pression, il est nécessaire de changer la sphère de référence pendant l'essai. On utilise par la suite des références sphériques avec différents rayons de courbure (tableau IV.1), chacune d'elles permettant de mesurer une gamme de rayons de courbure.

IV.1.1. Formation de l'image

IV.1.1.1. Construction géométrique de l'image

Considérons l'objet MN situé à une distance Z du point focal F. La lentille L_1 en donne une image virtuelle M_1N_1 qui sert d'objet réel pour la lentille L_2 (traits rouges). M_2N_2 est l'image réelle crée par la lentille L_2 (traits verts) à partir de l'objet réel M_1N_1.

A partir de cette construction on remarque que :

- La taille de l'image M_2N_2 obtenue sur l'écran dépend de la position de l'objet MN. On peut déterminer le grandissement de l'image en calculant le rapport M_2N_2 sur MN.
- La mise au point de l'image dépend de la position de l'objet MN.

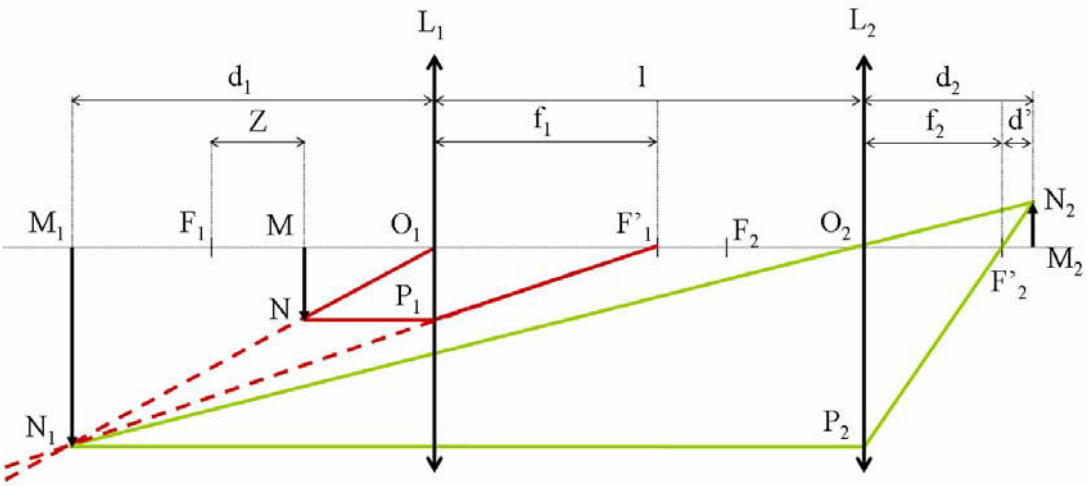


Figure IV.4. Formation de l'image M_2N_2

Pour connaitre le grandissement de l'image mais également déterminer les conditions de travail permettant d'acquérir un profil complet et au point de la membrane, il est important de définir certaines inconnues du dispositif. Nous commencerons par exprimer le grandissement de l'image soit $\frac{M_2N_2}{MN}$ puis les distances d_1, d_2 et d' (fig.IV.4) pour enfin définir l'angle 2α (fig.IV.3).

IV.1.1.2. Grandissement

A partir des figures ci-dessous nous pouvons déterminer le grandissement de l'image en fonction des distances focales f_1 et f_2, et de la position de MN par rapport à F_1 que nous avons noté Z.

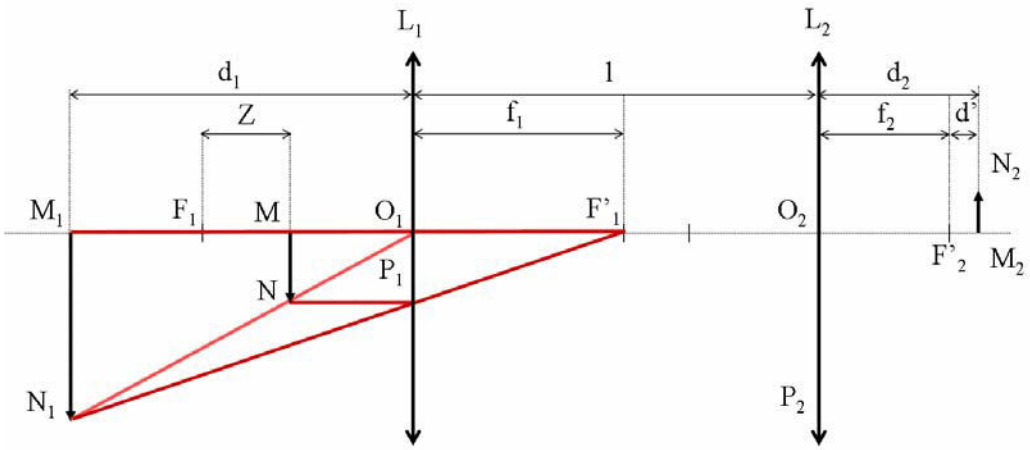


Figure IV.5. Représentation schématique de l'interféromètre avec en rouges les distances utilisées pour le calcul de d_1 et de $\frac{M_1N_1}{MN}$.

En considérant les triangles $O_1M_1N_1$, O_1MN d'une part et $F'_1M_1N_1$, $F'_1O_1P_1$ on aboutit aux relations suivantes :

$$M_1N_1 = MN\frac{d_1}{f_1 - Z} \qquad \text{et} \qquad M_1N_1 = MN\frac{d_1 + f_1}{f_1}$$

On peut ainsi exprimer la distance entre M_1N_1 et la lentille L_1soit la distance d_1:

$$d_1 = \frac{f_1^2 - Zf_1}{Z} \tag{IV.1}$$

Et également le rapport entre M_1N_1 et MN :

$$\frac{M_1N_1}{MN} = \frac{d_1 + f_1}{f_1} \tag{IV.2}$$

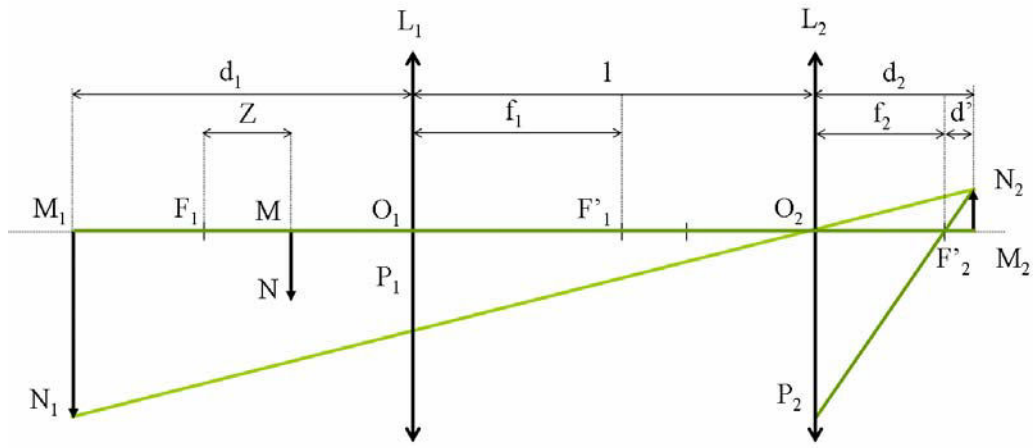


Figure IV.6. Représentation schématique de l'interféromètre avec en rouge les distances utilisées pour le calcul de d_2 et de $\frac{M_2N_2}{MN}$.

Considérons maintenant les triangles $O_2M_1N_1$, $O_2M_2N_2$ et $F'_2O_2P_2$, $F'_2M_2N_2$ (fig.IV.6). On obtient les relations suivantes :

$$\frac{M_1N_1}{M_2N_2} = \frac{f_2}{d_2 - f_2} \quad \text{et} \quad \frac{M_1N_1}{M_2N_2} = \frac{d_1 + l}{d_2} \tag{IV.3}$$

Ce qui nous permet d'exprimer la distance d_2 entre la position de l'image M_2N_2 et la lentille L_2 :

$$d_2 = \frac{f_2\left(f_1^2 - Zf_1 + Zl\right)}{f_1^2 - Z\left(f_1 - l + f_2\right)} \tag{IV.4}$$

En introduisant la relation (IV. 2) dans l'une des relations (IV. 3) on obtient le résultat suivant :

$$\frac{M_2N_2}{MN} = \frac{\left(d_2 - f_2\right)\left(d_1 + f_1\right)}{f_1 f_2} \tag{IV.5}$$

Cette relation définit le grandissement de l'image M_2N_2 par rapport à l'objet réel MN en fonction des distances focales f_1 et f_2, et des distances d_1 et d_2. On peut également remplacer d_1 et d_2 par les relations (IV.1) et (IV.4) établies ci dessus. Le grandissement devient :

$$\frac{M_2N_2}{MN} = \frac{f_2 f_1}{f_1^2 - Z\left(f_1 - l + f_2\right)} \tag{IV.6}$$

Grâce à ces expressions nous pouvons également exprimer d', la distance entre la position de l'image M_2N_2 et le foyer (F_2) de la lentille L_2. Soit :

$$d' = d_2 - f_2$$

$$d' = \frac{-f_2^2 Z}{f_1^2 - Z\left(f_1 - l + f_2\right)} \tag{IV.7}$$

IV.1.2. Diaphragme

Pour éliminer une partie des réflexions parasites un diaphragme de diamètre D est positionné au foyer de la lentille L_2, devant la caméra. Il permet de définir l'ensemble des faisceaux qui participeront à la formation de l'image. Ainsi comme le montre la figure IV.6,

les rayons qui contribuent à la formation de l'image en N_2 sont contenus dans le cône de sommet N_2, d'axe F'_2N_2 et d'ouverture :

$$2\delta \leq 2\delta_{max} \approx \frac{D}{d'}$$

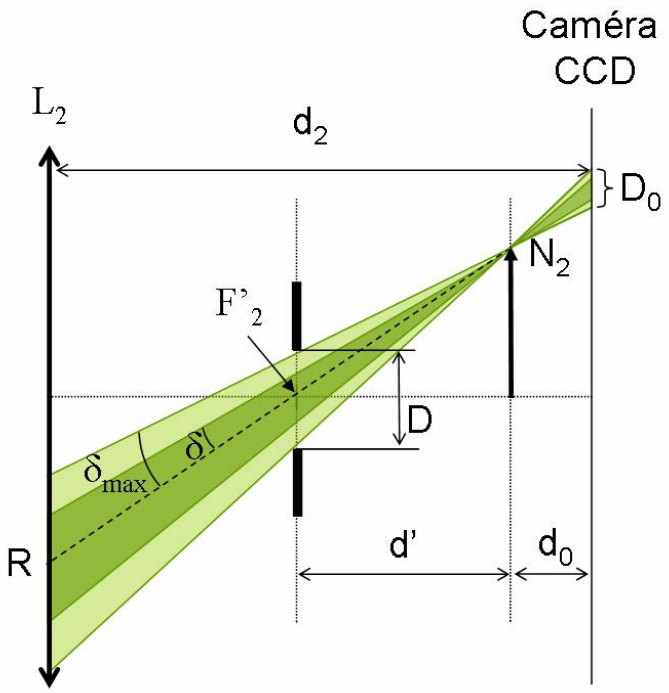


Figure IV.7. Définition de l'angle δ_{max}.

L'angle δ est donc limité par l'ouverture du diaphragme D, mais aussi par l'angle α (fig.IV.8), angle du cône d'émission des rayons à partir de N (cône de sommet N (ou M) et d'axe NQ parallèle à l'axe F_1N), rayons qui participeront à la formation de l'image virtuelle N_1.

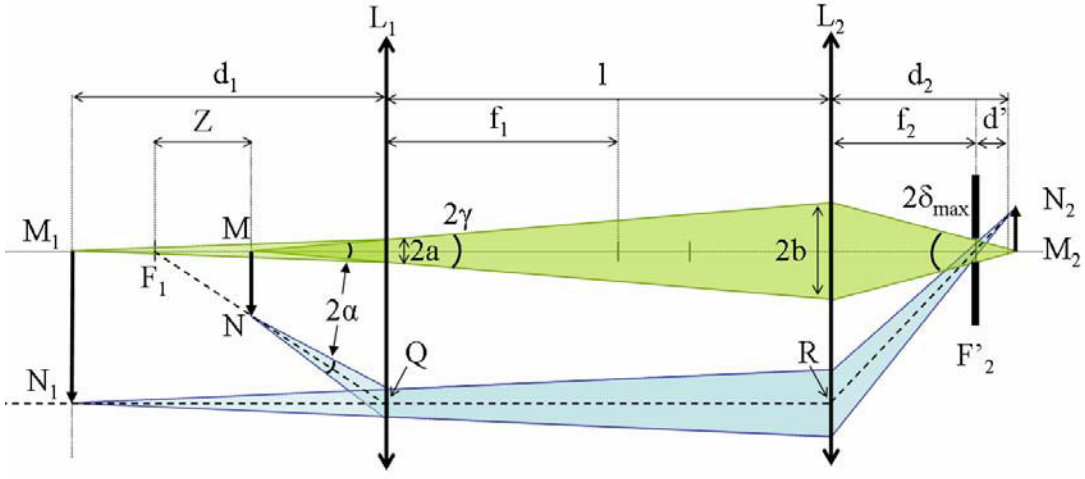


Figure IV.8. Définition des angles α_{max} et δ_{max}.

Les rayons issus de L_1 qui proviennent de ce cône d'ouverture 2α et qui participeront à la formation du point N_2 semblent provenir d'un cône de sommet N_1, d'axe RQ parallèle à l'axe optique et d'ouverture 2 γ. Ainsi le cône qui délimite les rayons qui participent à la formation de l'image N_2 a un angle γ de :

$$\gamma = \frac{\alpha(f_1 - z)}{d_1} \text{ et } b = \gamma(l + d_1)$$

Arrivés à la lentille L_2 ces rayons sont focalisés en N_2 formant le cône d'ouverture 2δ. (< δ_{max}) et d'axe F'_2N_2. Si on omet l'effet du diaphragme, l'angle δ est définit par :

$$\delta = \frac{\gamma(l + d_1)}{d_2}$$

Ainsi les angles α et δ sont reliés par la relation suivante :

$$\delta = \frac{\alpha(f_1 - z)(l + d_1)}{d_1 d_2} \quad \text{(IV.8)}$$

IV.1.3. Position de la caméra

La caméra CCD placée à une distance d_2 de L_2 enregistre l'intensité lumineuse transmise par le système optique. Si on a $d_2 = f'_2+d_0$, l'image est un point. Dans le cas contraire, la caméra détectera une tache centrée sur le point N', et de diamètre :

$$D_0 = d_0\delta \quad \text{(IV.9)}$$

La distance M'N' de N' avec l'axe optique sera :

$$M'N' = M_2N_2.\frac{d'+d_0}{d'}$$

Soit en remplaçant M_2N_2 par l'expression 6 qui relie M_2N_2 à MN, on obtient :

$$M'N' = MN.\frac{(d'+d_0)f_1}{f_2 Z}$$

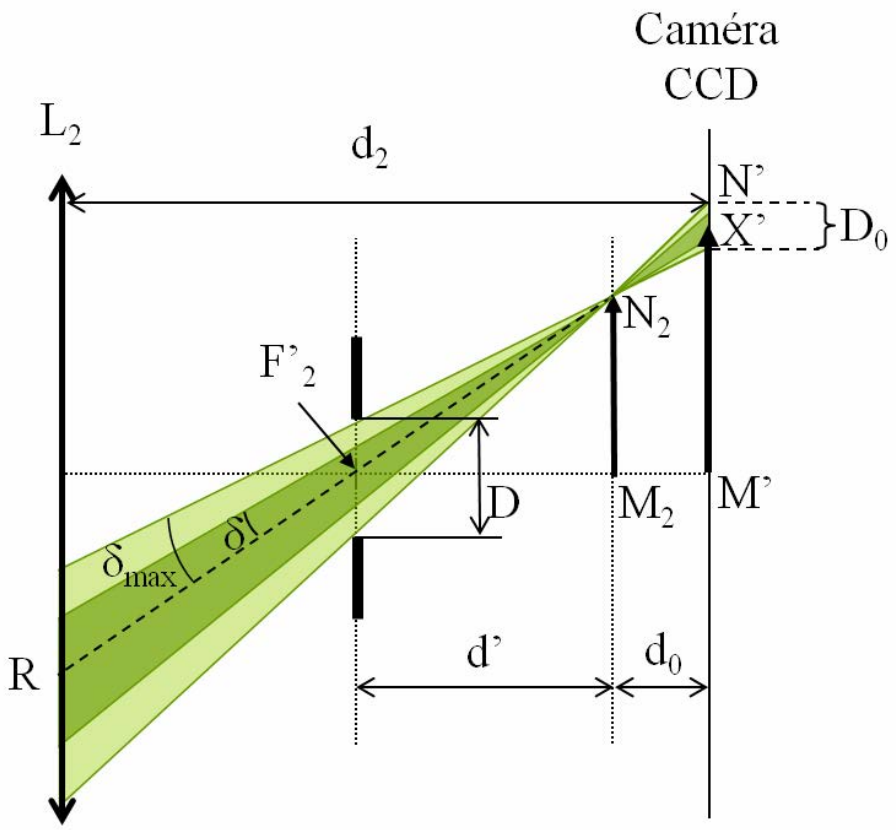


Figure IV.9. Limite géométrique imposée par le diaphragme

IV.1.4. Image d'un miroir plan par le système optique

Dans notre cas, la membrane peut être assimilée à un miroir plan ou déformé si des contraintes résiduelles sont initialement présentent (fig. IV.10a)).

Considérons à présent le cas simple d'un miroir plan placé en M_0 à une distance d du foyer de la lentille L_1. On pose ici :

$$2d = Z$$

Pour observer l'image d'un miroir plan nous avons utilisé un miroir de silicium. Les mesures ont été effectuées en plaçant l'interféromètre à différentes distances d de l'échantillon par translation du système optique. Les mesures ont débuté en d (ou Z) pour laquelle tous les faisceaux sont focalisés issus de L_1 sur le miroir, appelé position "cat's eye" (fig.IV.10). Dans ce cas, le miroir est placé en F_1. L'image observée sur la caméra est un disque de diamètre D_0.

a) b)

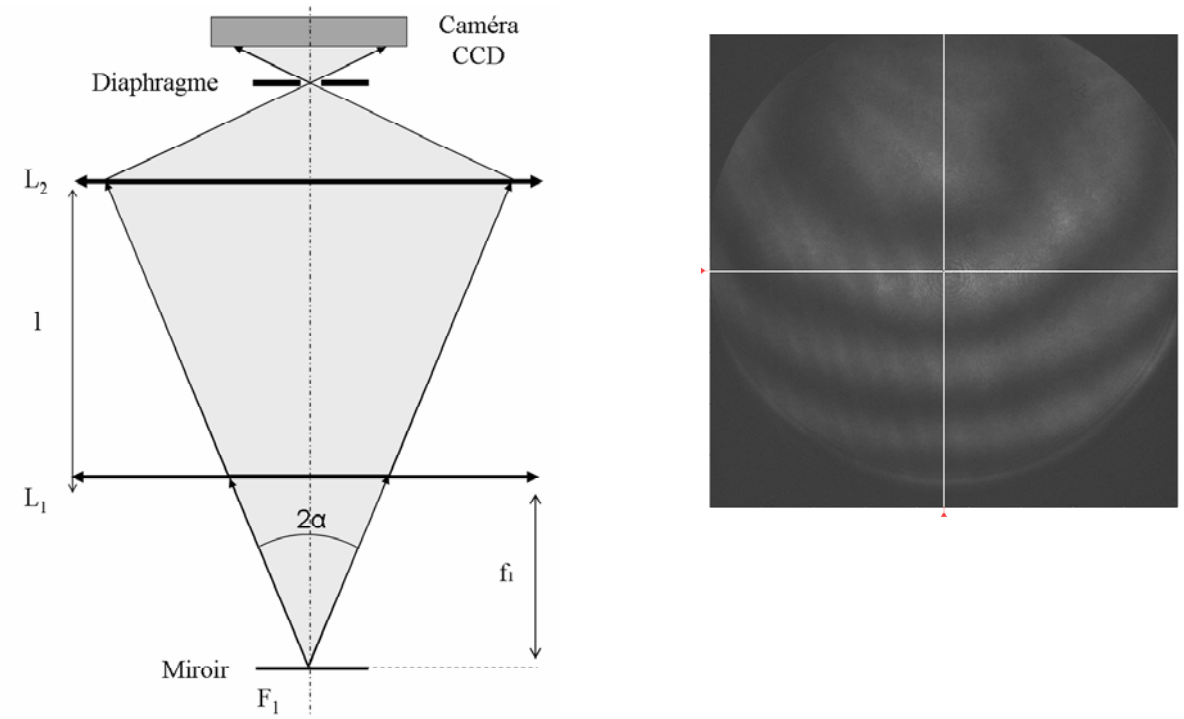


Figure IV.10.a) Définition de la position cat's eye, b) Image de la position cat's eye pour un miroir plan de silicium. Ici L_1 = 211 mm et d= 159.9 mm.

L'interféromètre est ensuite déplacé à différentes distances d de F_1. Il est déplacé grâce à la platine de translation. Dans ce cas l'image de F_1 par le miroir placé en M_0 est un point M qui se situe sur l'axe optique aux coordonnées (0, 0, Z). Les rayons provenant apparemment de M, sont ensuite émis sous un angle α_{max} (fig.IV.10) :

$$\alpha_{\max} = \frac{D_l}{2 f_1}$$

Avec D_l le diamètre de la lentille L_1. L'ensemble du système optique forme en M_2 une image du point M. La figure ci dessous représente le cas où tous les rayons émis participent à la formation de l'image (ils ne sont pas bloqués par la présence du diaphragme). Dans notre cas il faudra prendre en compte la présence du diaphragme en F'_2. Il sera abordé plus tard dans le paragraphe *§ IV.2.3* portant sur la visibilité de l'image.

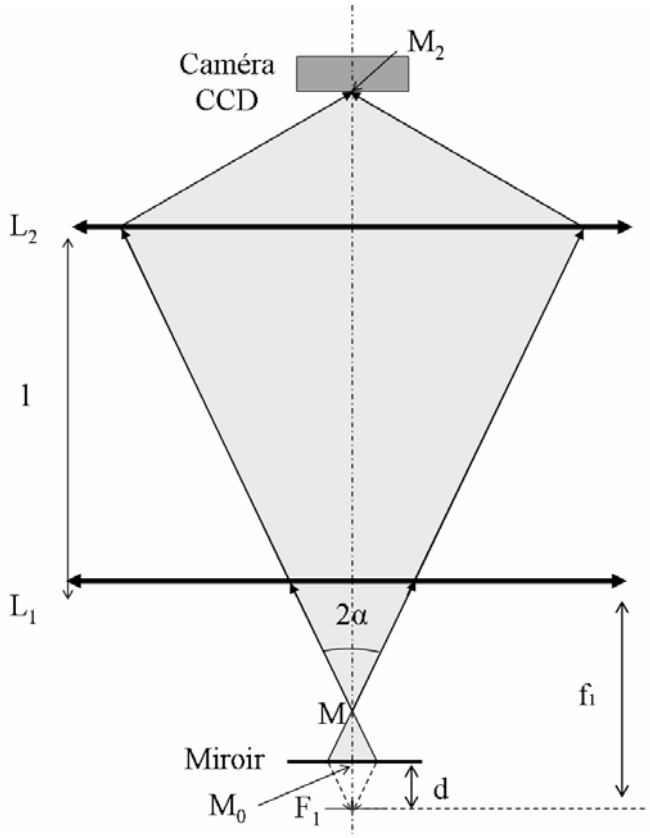


Figure IV.11. Image d'un miroir plan placé en M_0 en l'absence de diaphragme.

La figure IV.12 est une série d'interférogrammes obtenus à partir d'un miroir plan de silicium en fonction de sa position par rapport au cat's eye (pour des distances d différentes). Ces mesures ont été faites pour une longueur focale f_1 de 0.211 m.

Dans cette configuration, la position du cat's eye a été déterminée à une distance de 0.159 m sur l'échelle de translation. Au voisinage de la position cat's eye le diamètre du disque est grand puisque M_2 est proche de F'_2 et les faisceaux sont focalisés en F'_2 et ne sont donc pas limités par le diaphragme. On observe des anneaux concentriques (appelé anneaux de Newton, mais ils ne seront pas abordés dans ce chapitre). Au fur et à mesure que d augmente le diamètre du disque diminue pour ne devenir qu'un point à environ 0.06 m de la position cat's eye. C'est à cette distance que l'image du miroir est focalisée sur le capteur CCD. Au delà de cette distance le diamètre du disque augmente à nouveau puisque l'image se forme après le capteur.

Des mesures similaires ont été effectuées pour différentes longueur focale F_1. Grâce à ces mesures, nous avons pu observer l'évolution du grandissement de l'image en fonction de la distance d (fig.IV.13). Le diamètre moyen de l'image est déterminé en prenant la moyenne des diamètres horizontaux et verticaux des disques sur les images. La figure IV.13 représente le

diamètre du disque observé en fonction de la distance d par rapport à la position cat's eye. Les points des différentes courbes ont été obtenus expérimentalement tandis que les résultats représentés en trait plein sont issus de simulation. Ces dernières ont été ajustées sur les points expérimentaux en jouant sur les paramètres *l*, *D* et f_2.

Les mesures ainsi que les calculs ont été effectuées pour quatre lentilles de longueurs focales f_1 différentes (135, 211, 351 et 700 mm)

Ainsi, ces mesures nous ont permis de mettre en évidence les distances de travail d optimales pour les essais mais également de déterminer la distance l entre les deux lentilles L_1 et L_2 à l'aide de simulations présentées figure IV.13.

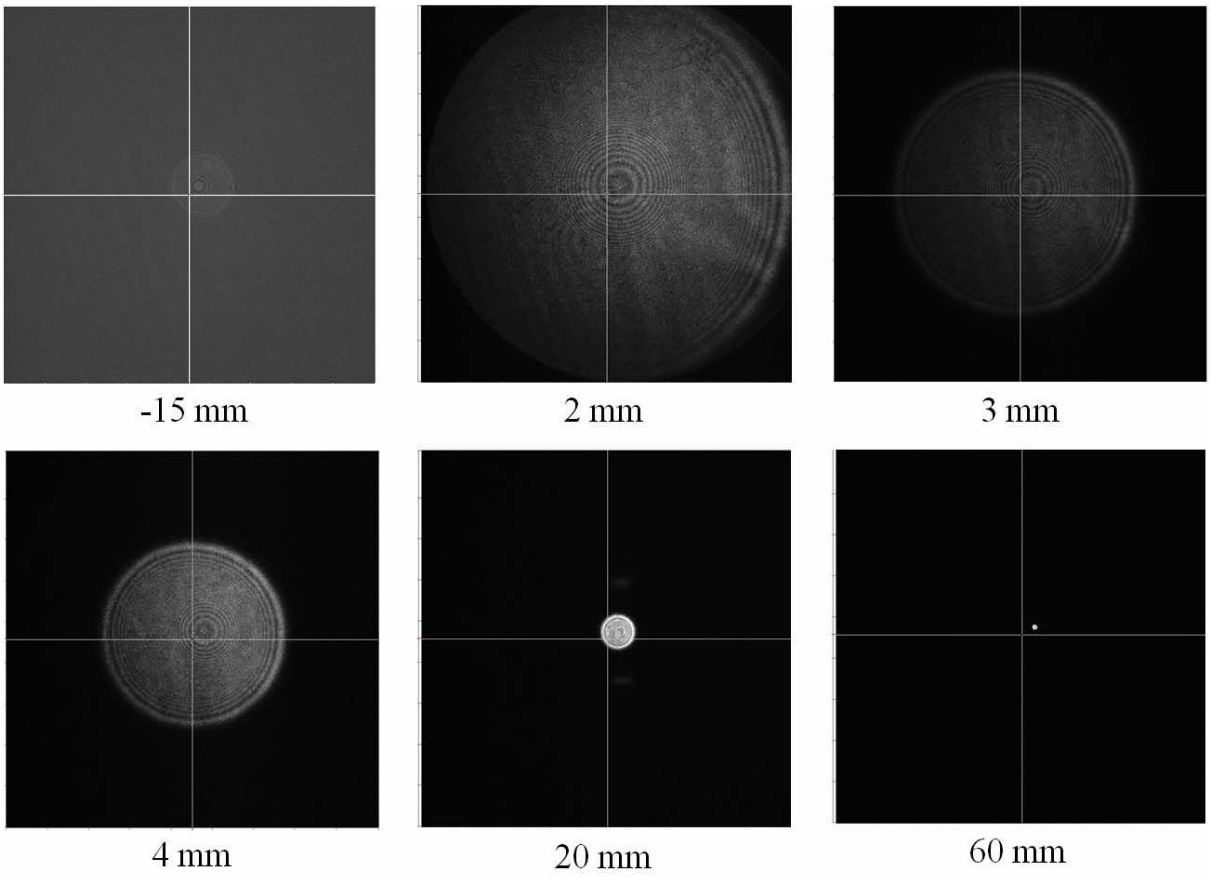


Figure IV.12. Interférogramme d'un miroir plan de silicium pour différentes d. Elles sont obtenues pour une lentille L_1 de distance focale f_1 = 0.211 m.

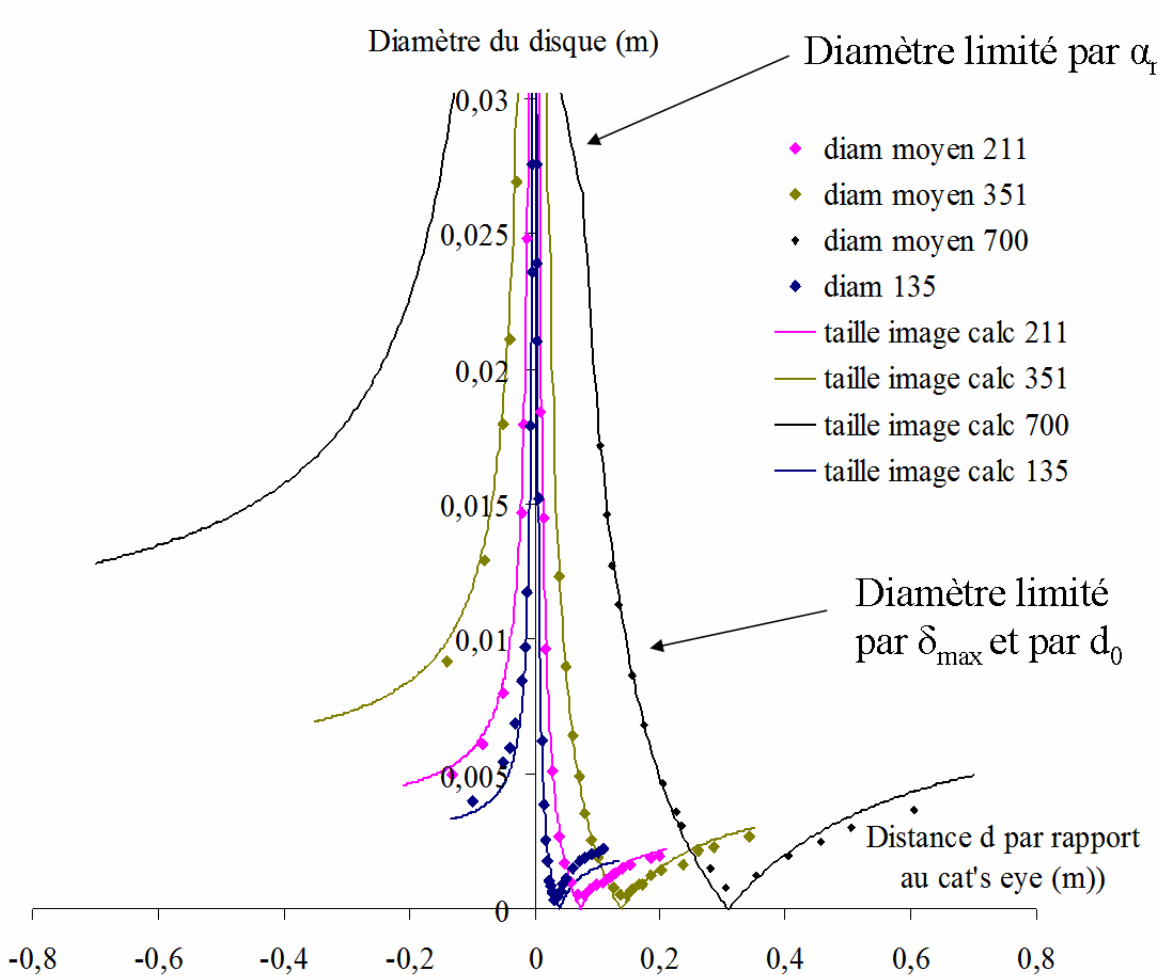


Figure IV.13. Courbe représentant le grandissement de l'image en fonction de la distance au cat's eye. En vert les résultats obtenus pour la lentille f = 351 mm, en rose f = 211 mm.

Prenons pour exemple la lentille f_1=700 mm (courbe noire), le diamètre de l'image diminue rapidement avec l'augmentation de d (jusqu'à d = 0.308 m). On observe en début de courbe un léger changement de pente plus ou moins important en fonction de la lentille. Ce changement de pente s'explique si on tient compte des angles α et δ définit dans le paragraphe *IV.1.3*. Dans le cas où la distance d est proche du cat's eye, tous les rayons passant par le foyer F_2 et participant à la formation de l'image ne sont pas limités par le diamètre du diaphragme mais par l'angle α_{max}. En revanche, si l'on s'éloigne de la position cat's eye, les rayons sont limités par le diaphragme et l'angle δ_{max}.

Les courbes atteignent un minimum pour D_0 = 0 (ici à d = 0.308 m) pour ensuite augmenter et se stabiliser pour un grandissement de 0.005 m.

Dans le cas de cette lentille, la position optimale correspond à la position où le point M est au point sur le capteur c'est à dire lorsque $d = h_{cat's\ eye} + 0.308$ m. Les valeurs de d mesurées pour les différentes lentilles sont répertoriées dans le tableau suivant.

Lentille L_1 (m)	***d* (m)**
0.700	0.308
0.351	0.138
0.211	0.073
0.135	0.0705

Tableau IV.2. Distances de travail optimal d par rapport au cat's eye déduites à partir de la figure IV 13.

IV.2. Cas d'une membrane déformée

IV.2.1. Construction de l'image du foyer par une membrane déformée

Lorsqu'une pression est appliquée sur la membrane, celle ci devient un miroir distordu. Dans ce cas l'image du foyer F par le miroir n'est plus un point, mais une surface tridimensionnelle appelée orthotomique **[IV.2]** ou antisurface orthotomique de la membrane. Cette surface est l'ensemble des points images de F par un élément de surface de la membrane.

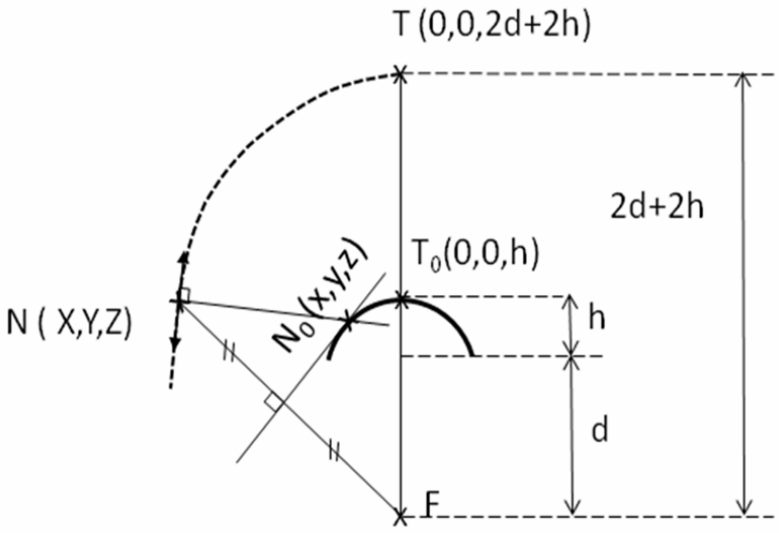


Figure IV.14. Construction de l'image du point focal F par le miroir déformé.

La figure IV.14 illustre la construction de l'image du foyer de la lentille L_1, c'est à dire de la surface orthotomique. L'échantillon est positionné à une distance d du point focal F. Un point N_0 (x, y, z) de la membrane donne une image de F à N (X, Y, Z). Quant au centre de l'échantillon, le point T_0 aux coordonnés (0, 0, d+h) donne une image du point focal en T (0, 0, 2d+2h).

Les relations entre les coordonnées X, Y, Z de la surface orthotomique et x, y, z de la membrane peuvent être calculées à partir de la figure suivante en considérant le vecteur $\vec{n}$ normal à la surface de la membrane au point N_0. L'objectif étant d'exprimer la distance FN en fonction de x, y et z.

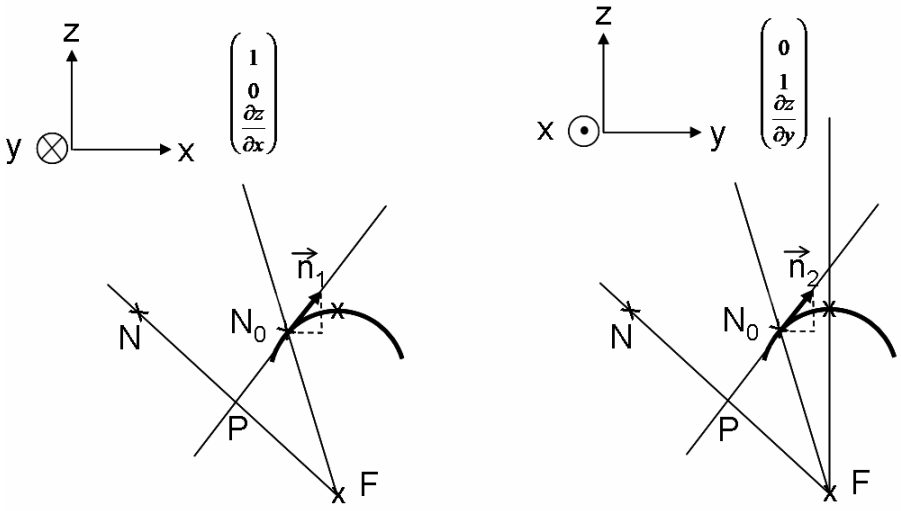


Figure IV.15. Coordonnées des vecteurs $\vec{n}_1$ et $\vec{n}_2$.

La première étape consiste à déterminer les coordonnées du vecteur $\vec{n}$ en le projetant dans le plan (0, Ox, Oz) et (0, Ox, Oz). Sachant que $\vec{n}$ est perpendiculaire au vecteur $\vec{n}_1$ et $\vec{n}_2$ on obtient :

$$\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial z}{\partial y}\right)^2 + 1}} \begin{pmatrix}1\\0\\\frac{\partial z}{\partial x}\end{pmatrix} \otimes \begin{pmatrix}0\\1\\\frac{\partial z}{\partial y}\end{pmatrix}$$

Pour la suite des calculs on pose : $B = \left(\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial z}{\partial y}\right)^2 + 1\right)$

$$\vec{n} = \frac{1}{B^{\frac{1}{2}}} \begin{pmatrix} -\frac{\partial z}{\partial x} \\ -\frac{\partial z}{\partial y} \\ 1 \end{pmatrix}$$

D'après la figure le vecteur $\vec{FP}$ s'exprime de la manière suivante :

$$\vec{FP} = \vec{n} \cdot \left(\vec{n} \cdot \vec{FN}_0 \right)$$

Avec $\vec{FN}_0$ = (x, y, z) et en remplaçant $\vec{n}$ par ses coordonnées $\vec{FP}$ devient:

$$\vec{FP} = \frac{1}{B^{\frac{1}{2}}} \begin{pmatrix} -\frac{\partial z}{\partial x} \\ -\frac{\partial z}{\partial y} \\ 1 \end{pmatrix} . \frac{1}{B^{\frac{1}{2}}} \left(-\frac{\partial z}{\partial x} x - \frac{\partial z}{\partial y} y + z \right)$$

Et comme :

$$\overrightarrow{FP} = \frac{1}{2} \vec{FN} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} X \\ Y \\ Z \end{pmatrix}$$

On peut ainsi identifier et trouver les relations entre X, Y et Z (point de la surface orthotomique) et x, y et z (point de l'échantillon) :

$$X = -Z \frac{\partial z}{\partial x}, \quad Y = -Z \frac{\partial z}{\partial y} \tag{IV.10}$$

$$Z = \frac{2}{B} \left(-x \frac{\partial z}{\partial x} - x \frac{\partial z}{\partial y} + z \right) \tag{IV.11}$$

Si le point N_0 subit un déplacement infinitésimal $\overrightarrow{N_0 N'_0}$ sur la membrane, la normale devient: $\vec{n}' = \vec{n} + d\vec{n}$, et le point N passe à N'. On a alors:

$$\overrightarrow{FN'} = \overrightarrow{FN} + 2d\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot \vec{n} \right) + 2\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{N_0 N'_0} \cdot \vec{n} \right) + 2\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot d\vec{n} \right)$$

Le terme $\left(\overrightarrow{N_0 N'_0} \cdot \vec{n} \right)$ est nul, et on obtient:

$$\overrightarrow{NN'} = 2d\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot \vec{n} \right) + 2\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot d\vec{n} \right)$$

On peut remarquer que le produit scalaire:

$$\overrightarrow{N_0 N} \cdot \overrightarrow{NN'} = \left(-\overrightarrow{FN_0} + 2\vec{n} \cdot \left(\vec{n} \cdot \overrightarrow{FN_0} \right) \right) \cdot \left(2d\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot \vec{n} \right) + 2\vec{n} \cdot \left(\overrightarrow{FN_0} \cdot d\vec{n} \right) \right)$$

$$\overrightarrow{N_0N} \cdot \overrightarrow{NN'} = \left(2\vec{n} \cdot d\vec{n}\right) \cdot \left(\vec{n} \cdot \overrightarrow{FN_0}\right) = 0$$

Est toujours nul, et que le vecteur $\overrightarrow{N_0N}$ est donc normal à la surface orthotomique. (D'où le nom de cette surface). N_0 est un point du plan médiateur du segment FN, et les distances FN_0 et N_0N sont égales. Les rayons convergeant en F y ont tous la même phase. En conséquence, la surface orthotomique est une surface équiphase, et donc normale aux rayons lumineux réfléchis qui la traversent.

Nous avons choisit de définir la forme de la membrane par l'expression approximative suivante :

$$z = d + h.\left(1 - \frac{x^2}{a^2}\right).\left(1 - \frac{y^2}{a^2}\right).\left(1 + R\frac{x^2}{a^2} + R\frac{y^2}{a^2}\right) \qquad \text{(IV.12)}$$

Où h est la déflexion de la membrane, a la demi-largeur de l'échantillon et R un paramètre prenant ses valeurs entre -1 et 1.

En intégrant la relation (IV.12) dans les expressions (IV.10) et (IV.11), on obtient les expressions de X, Y, Z en fonction de x, y, z. Elles sont présentées dans l'*annexe 4*.

IV.2.2. Construction de la surface orthotomique

En raison de l'importance de cette surface pour l'analyse des résultats expérimentaux, une compréhension minimale de ses propriétés est malheureusement nécessaire. On va ici s'intéresser successivement à la position de l'image (X, Y, Z) des points (x, y, z), aux limites de la surface, au rapport entre l'aire d'un élément de surface de la membrane et de son image, aux méthodes permettant de remonter à la forme de la membrane en partant de la forme de la surface orthotomique supposée connue, et enfin à la surface visible de cette même surface orthotomique.

IV.2.2.1. Forme de la surface

La surface orthotomique de la membrane est une surface tridimensionnelle fermée, formée de deux domaines accolés. Sa projection sur le plan OXY est très proche d'une astroïde :

$$X^{2/3} + Y^{2/3} = a^{2/3}$$

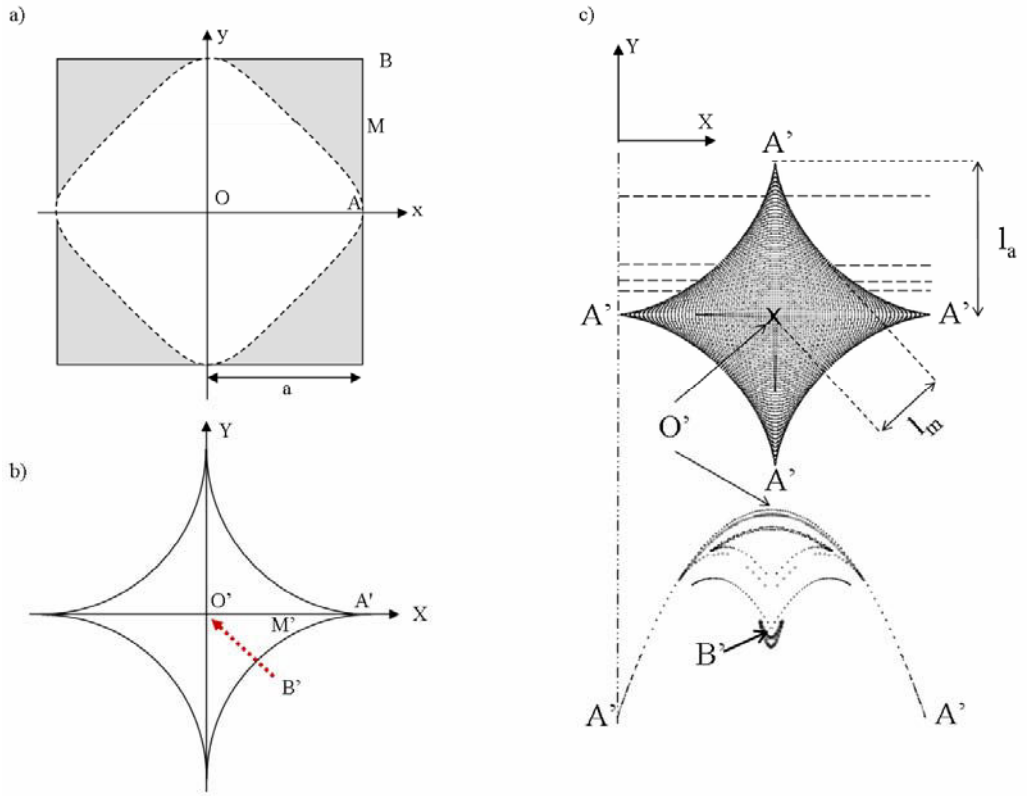


Figure IV.16. Membrane et sa surface orthotomique. La partie claire de la membrane (a) participe à la formation de la partie supérieure de la surface (b). c) vues en coupe.

Un calcul de la longueur l_a des bras A'A', calculée à l'aide de l'expression approximative (IV.) donne :

$$l_a = \frac{2hd}{a}(1+R) \qquad \text{(IV.13)}$$

On définit également la longueur $l_{m,}$ prise sur la diagonale, par :

$$l_m \approx 0.782\frac{2dh}{a} \qquad \text{(IV.14)}$$

Si on effectue une coupe suivant A'-A' (intersection avec le plan Y = 0), le profil est formé deux courbes :

- La courbe supérieure représente le profil A'-A', avec au sommet le point T qui correspond à l'image du centre de la membrane et aux extrémités les points A' soit l'image du milieu des coins.
- La courbe inférieure est l'image des coins de la membrane soit les segments [A'B'] de l'échantillon.

Ainsi, l'image du sommet O du dôme, de coordonnées (0, 0, h), est au point O' à (0, 0, 2d+2h), au centre de la figure. Les extrémités des bras notées A' sont les images des points de la membrane de coordonnées A ($\pm$a, 0, 0) et (0, $\pm$a, 0) c'est à dire du milieu de chaque arrête de l'échantillon. C'est à ces points que la pente est la plus importante, ce qui correspond à une valeur de X maximum. Les quatre coins de la membrane de coordonnées B ($\pm$a, $\pm$a, 0) ont pour image les points B' (0, 0, 2d). Les images des points (x, y, z) de la zone grisée, figure IV.15, forment la partie inférieure, cachée, de la surface tridimensionnelle. En particulier, les points M, situés sur le segment AB, ont leur image M' dans la courbe A'B'.

IV.2.2.2. Image sur la surface de droites de la membrane

Pour mieux comprendre la forme d'une surface orthotomique, et connaître la relation avec les points de la membrane, nous avons simulé la forme d'une surface orthotomique en 2D pour une membrane carrée. La figure IV.17 présente l'image de la surface de plusieurs lignes à y = cste régulièrement espacées sur la membrane. La courbe en pointillée noire représente l'enveloppe de la surface orthotomique.

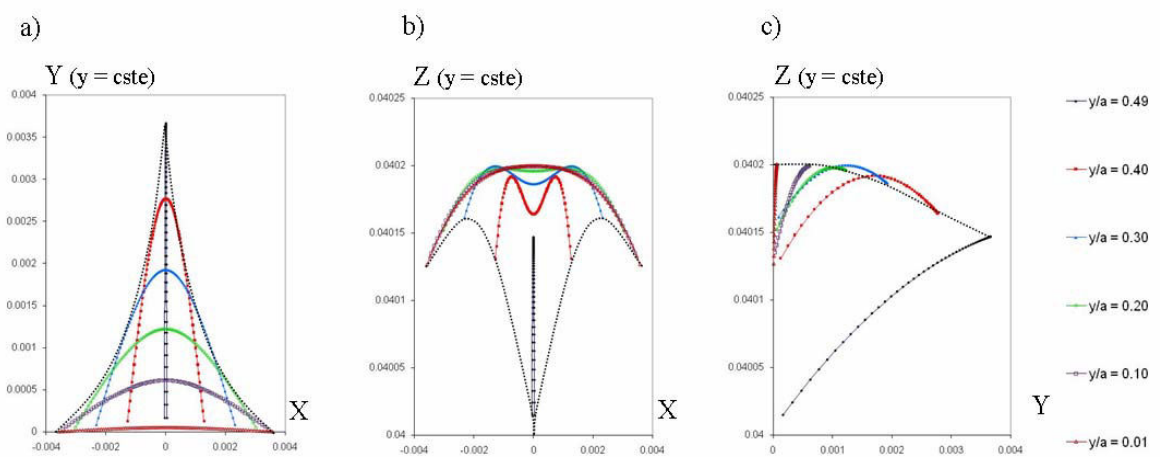


Figure IV.17. Lignes de la surface orthotomique images de lignes y = cste sur la membrane (a = 8 mm) : profil projeté a) dans le plan OXY, b) dans le plan OZX, c) dans le plan OZY.

La figure IV.17.a) représente Y en fonction de X. Proche de y = 0 on observe une droite légèrement incurvée. Au fur et à mesure que l'on s'éloigne de y = 0, le profil ressemble de plus en plus à une parabole avec un maximum pour X = 0. Les figures IV.17.b) et c), représentent les variations de Z en fonction de X et de Y. Dans le premier cas illustré fig.

IV.17.b), la forme de la courbe s'explique en considérant le profil précédent, soit Y en fonction de X pour y = cste :

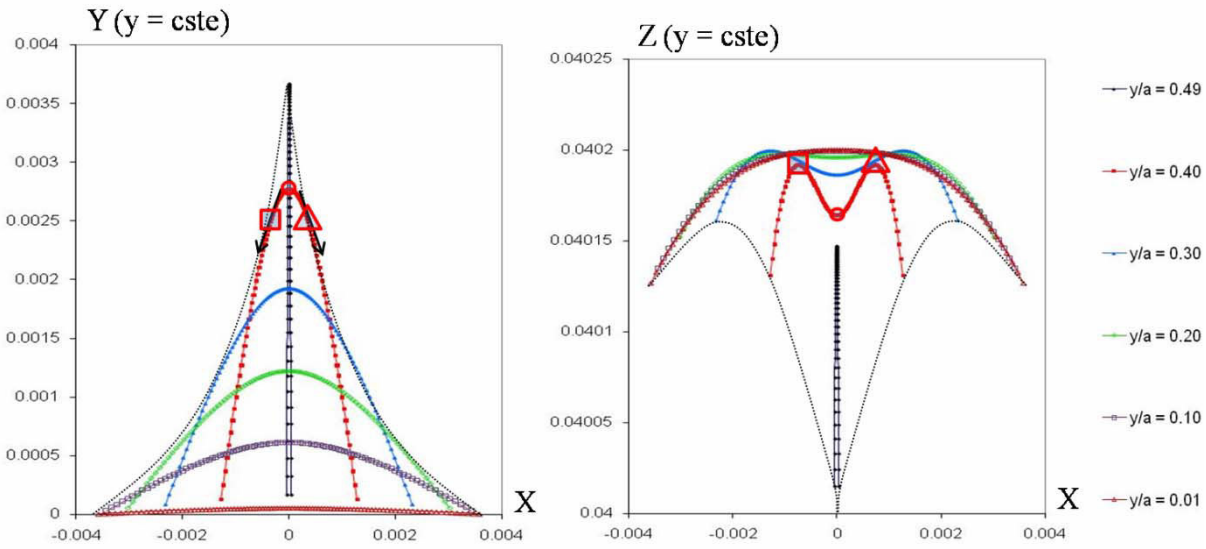


Figure IV.18. Variation de Z en fonction de X pour une valeur de y sur la membrane.

Pour les petites valeurs de y, Z augmentent avec X jusqu'à atteindre un maximum en X = 0 puis diminue. Pour les y plus élevés, le profil de Z devient plus complexe. Si on considère le profile rouge (y/a = 0.4) obtenu figure IV. 18, on remarque que chaque changement de pente (représenté par un carré, un triangle et un cercle) de la fonction Y = f(X) est associé à un extremum dans le profil de Z (fig.IV.18 à droite).

Dans le second cas illustré figure IV.17.c), la forme de la courbe s'explique en considérant le même profil de départ soit Y en fonction de X :

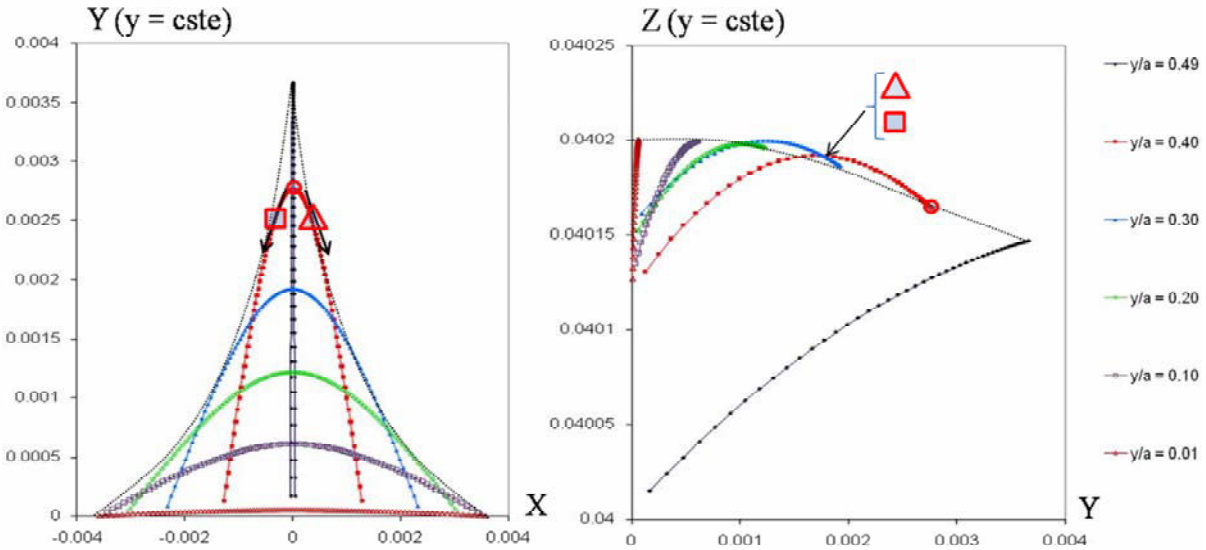


Figure IV.19. Variation de Z en fonction de Y pour une valeur de y sur la membrane.

Pour y petit, les valeurs de Z augmentent avec Y jusqu'à ce que la valeur Y_{max} soit atteinte, puis diminuent en suivant le même chemin Z (Y). Lorsqu'on s'éloigne de cette valeur, le profil de Z devient également plus complexe. Si on considère le profil rouge obtenu figure IV.17.a) et repris figure IV.19, on remarque que la valeur de Z augmente avec Y jusqu'à atteindre un maximum (carré rouge) pour ensuite diminuer jusqu'à ce que la valeur Y_{max} (cercle rouge) soit atteinte.

IV.2.2.3. Bord de la surface orthotomique

Pour pouvoir interpréter les images, il est important de connaître les bords de la surface orthotomique. Une des solutions est de considérer une ligne Y = Constante sur la surface orthotomique, et de rechercher les valeurs minimales et maximales de X. (fig.IV.20)
Lorsqu'on se déplace sur une ligne Y = constante :

$$dY = \left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right)dx + \left(\frac{\partial Y}{\partial y}\right)dy = 0 \qquad \text{(IV.15)}$$

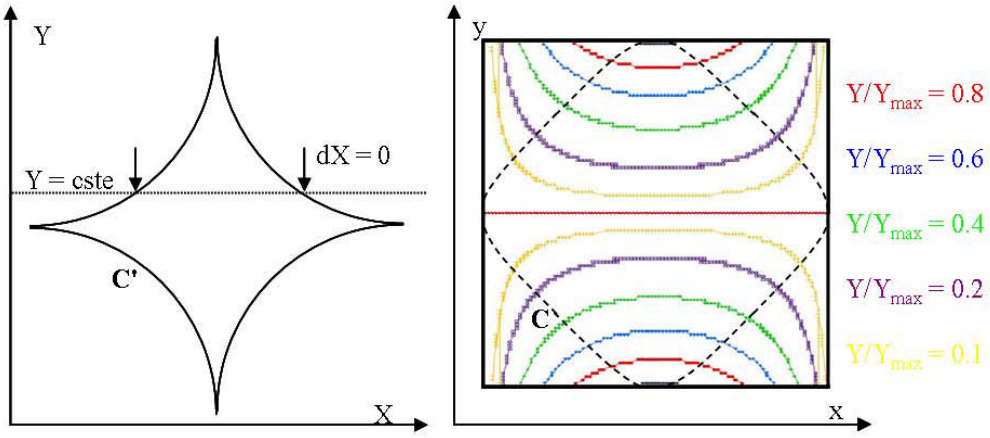


Figure IV.20. Intersection de la surface orthotomique et du plan Y = cste (à gauche) , et son antécédent sur la membrane (à droite).

A la valeur maximale (et minimale) de X, on aura :

$$dX = \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)dx + \left(\frac{\partial X}{\partial y}\right)dy = 0 \qquad \text{(IV.16)}$$

En prenant dx dans (IV.15) et en remplaçant dans (IV.16) on obtient :

$$dX = \left[-\left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial Y}{\partial y}\right)\left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right)^{-1} + \left(\frac{\partial X}{\partial y}\right)\right] dy = -J\left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right)^{-1} dy = 0$$

où J est le Jacobien:

$$J = \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial Y}{\partial y}\right) - \left(\frac{\partial X}{\partial y}\right)\left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right)$$

Le calcul formel de J est lourd, et on choisit ici de calculer explicitement dX et dY :

$$dX = d\left(-Z\frac{\partial z}{\partial x}\right) = -dZ\cdot\frac{\partial z}{\partial x} - Zd\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right) = 0$$

$$dY = d\left(-Z\frac{\partial z}{\partial y}\right) = -dZ\cdot\frac{\partial z}{\partial y} - Zd\left(\frac{\partial z}{\partial y}\right) = 0$$

Ces deux équations sont simultanément vérifiées, pour Z et dZ non nuls, si et seulement si le déterminant est nul :

$$\frac{\partial z}{\partial y} d\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right) - \frac{\partial z}{\partial x} d\left(\frac{\partial z}{\partial y}\right) = 0$$

Ou:

$$\frac{\partial z}{\partial y}\left[\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}dx + \frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}dy\right)\right] - \frac{\partial z}{\partial x}\left[\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}dx + \frac{\partial^2 z}{\partial y^2}dy\right)\right] = 0$$

$$\left[\left(\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} - \frac{\partial z}{\partial x}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}\right)\right]dx + \left[\left(\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y} - \frac{\partial z}{\partial x}\frac{\partial^2 z}{\partial y^2}\right)dy\right] = 0$$

Quels que soient dx et dy. Il faut donc simultanément :

$$\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} - \frac{\partial z}{\partial x}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y} = 0 \qquad \text{(IV.17)}$$

$$\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y} - \frac{\partial z}{\partial x}\frac{\partial^2 z}{\partial y^2} = 0 \qquad \text{(IV.18)}$$

En prenant $\frac{\partial z}{\partial x}$ dans l'équation (IV.17) et en remplaçant dans la deuxième(IV.18) :

$$\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y} - \left(\frac{\partial z}{\partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}\right)\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}\right)^{-1}\frac{\partial^2 z}{\partial y^2} = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y}\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}\right)^{-1}\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}-\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}\frac{\partial^2 z}{\partial y^2}\right)=0$$

Hormis au sommet de la membrane, cette expression ne s'annule que si:

$$J_1=\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}\frac{\partial^2 z}{\partial y^2}-\left(\frac{\partial^2 z}{\partial x \partial y}\right)^2=0$$

Les points (X, Y), images des points de la courbe C (x, y) respectant cette condition (courbe en pointillé figure IV.19) sont au bord de la surface orthotomique.

On peut donc remarquer que: $J_1 = 0 \Leftrightarrow J = 0$

IV.2.2.4. Aire dX*dY

Pour interpréter l'intensité de la surface orthotomique, on considère initialement un rectangle ABCD d'aire $a = dx.dy$ défini sur la membrane. Ce quadrilatère a pour image sur la surface orthotomique le quadrilatère A'B'C'D' d'aire a' (fig.IV.21). Le flux lumineux étant conservé sur le trajet des rayons, si la membrane est uniformément éclairée, l'intensité lumineuse traversant A'B'C'D' variera comme a/a'.

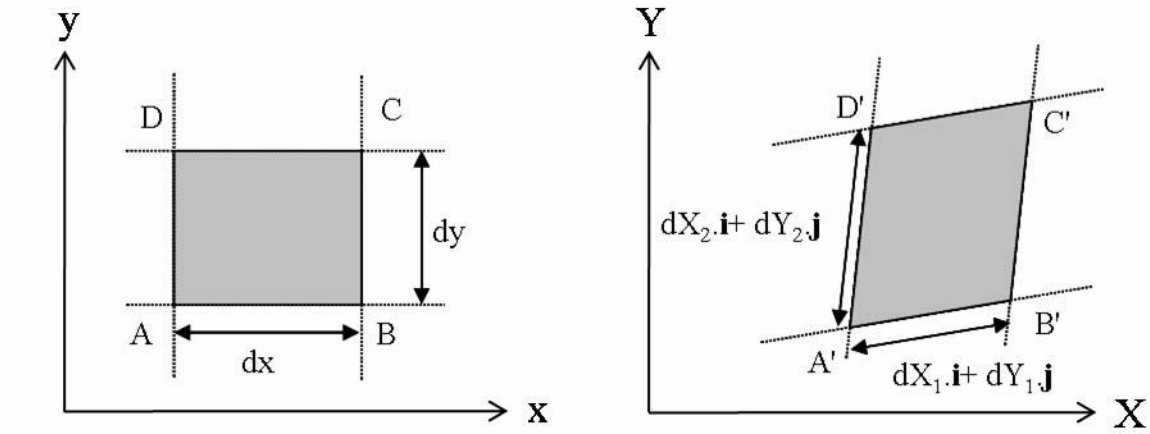


Figure IV.21. A gauche rectangle ABCD définit sur l'échantillon. A droite, l'image correspondante sur la surface orthotomique : A'B'C'D'.

La valeur de l'aire da' de l'image d'un élément de surface da = dx.dy permet de calculer l'intensité lumineuse émise par un point de la surface orthotomique, en supposant la membrane uniformément éclairée.

Un quadrilatère ABCD, basé sur le point A(x, y) a pour image un quadrilatère A'B'C'D' basé sur A'(X, Y). On a :

$$\text{A'B'} = d\vec{u} = dX_1 \cdot \vec{i} + dY_1 \cdot \vec{j} = \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right) dx \cdot \vec{i} + \left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right) dx \cdot \vec{j}$$

$$\text{A'D'} = d\vec{v} = dX_2 \cdot \vec{i} + dY_2 \cdot \vec{j} = \left(\frac{\partial X}{\partial y}\right) dy \cdot \vec{i} + \left(\frac{\partial Y}{\partial y}\right) dy \cdot \vec{j}$$

L'aire de A'B'C'D' est :

$$\left| d\vec{u} \otimes d\vec{v} \right| = \left[\left(\frac{\partial X}{\partial y}\right)\left(\frac{\partial Y}{\partial y}\right) - \left(\frac{\partial Y}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial X}{\partial y}\right) \right] dxdy = J$$

L'intensité lumineuse émise est donc maximale au bord de la surface orthotomique.

IV.2.2.5. Comportement de Z au bord de la surface orthotomique

Sur la même droite Y = cste, Z va varier avec x et y, et donc X. Au point d'abscisse X minimale ou maximale, la forme de la surface orthotomique va dépendre de $\frac{dZ}{dX}$. Selon que cette dérivée est finie ou non, la courbe Z (X) (intersection de la surface orthotomique et du plan Y = Constante) aura un point de rebroussement où aura une tangente verticale.

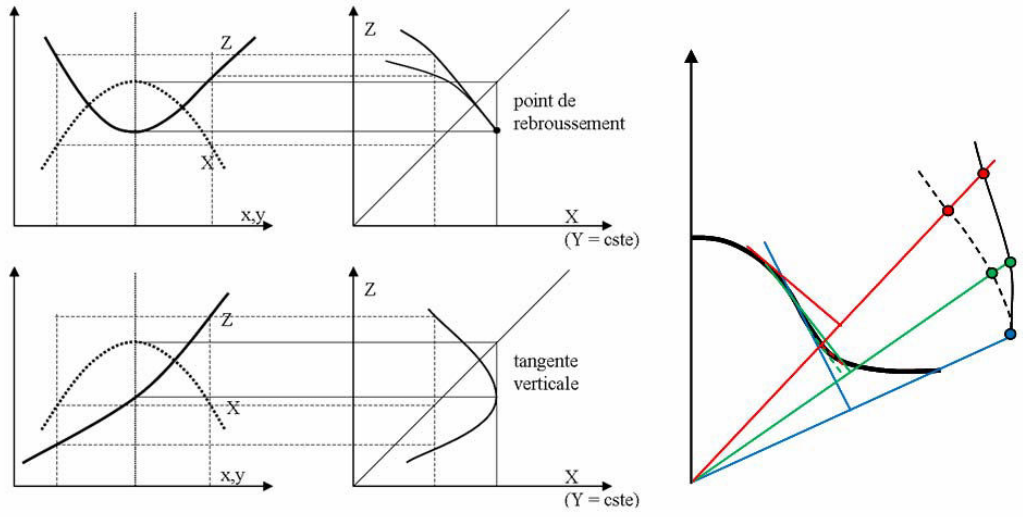


Figure IV.22. Comportements possibles de Z(X) au bord de la surface: point de rebroussement ou tangente verticale. A 2D, le point de rebroussement correspond à un point d'inflexion sur la membrane.

On a vu que:

$$Z = \frac{2}{B}\left(-x\frac{\partial z}{\partial x} - y\frac{\partial z}{\partial y} + z\right) \tag{IV.19}$$

$$Z = \frac{2}{\left(1+\left(\frac{X}{Z}\right)^2+\left(\frac{Y}{Z}\right)^2\right)}\left(x\frac{X}{Z}+y\frac{Y}{Z}+z\right)$$

$$Z = \frac{2Z^2}{\left(Z^2+X^2+Y^2\right)}\left(x\frac{X}{Z}+y\frac{Y}{Z}+z\right)$$

$$Z^2+X^2+Y^2 = 2\left(xX+yY+zZ\right)$$

On dérive :

$$2ZdZ + 2XdX + 2YdY = 2Xdx + 2xdX + 2Ydy + 2ydY + 2Zdz + 2zdZ$$

Avec dY = 0 :

$$2ZdZ + 2XdX = 2Xdx + 2xdX + 2Ydy + 2Zdz + 2zdZ$$

On a:

$$dz = \left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)\cdot dx + \left(\frac{\partial z}{\partial y}\right)\cdot dy = -\frac{X}{Z}\cdot dx - \frac{Y}{Z}\cdot dy$$

On remplace

$$2ZdZ + 2XdX = 2Xdx + 2xdX + 2Ydy + 2Z\left(-\frac{X}{Z}\cdot dx - \frac{Y}{Z}\cdot dy\right) + 2zdZ$$

$$2ZdZ + 2XdX = 2xdX + 2zdZ + 2Xdx + 2Ydy + 2Z\left(-\frac{X}{Z}\cdot dx - \frac{Y}{Z}\cdot dy\right)$$

$$2ZdZ + 2XdX = 2xdX + 2zdZ$$

$$\left(Z-z\right)dZ + \left(X-x\right)dX = 0$$

$$\frac{dZ}{dX} = -\frac{\left(X-x\right)}{\left(Z-z\right)}$$

La condition Z = z n'étant qu'exceptionnellement vérifiée, les dérivées $\frac{dZ}{dX}$ et $\frac{dZ}{dY}$ sont toujours finies. L'intersection entre la surface orthotomique et un plan Y = constante présente donc un point de rebroussement aux abscisses X maximale et minimale.

IV.2.2.6. Inversion (x, y, z) = f^{-1}(X, Y, Z)

Notre ambition est d'utiliser le système optique pour reconstituer la forme de la membrane déformée, c'est à dire la fonction z (x, y). Le résultat expérimental tiré des mesures de phase (voir ci-dessous) étant la fonction Z (X, Y), nous devons inverser les relations (IV.10) et (IV.11) ci-dessus.

On a vu que le vecteur $\overrightarrow{N_0N}$ est normal à la surface orthotomique. Par ailleurs, N_0 appartient au plan médian du segment FN. On peut donc écrire simultanément:

$$\overrightarrow{FN_0} = \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = \overrightarrow{FN} + \lambda \cdot \vec{n}' = \begin{pmatrix} X \\ Y \\ Z \end{pmatrix} + \lambda \cdot \begin{pmatrix} -\partial Z/\partial X \\ -\partial Z/\partial Y \\ 1 \end{pmatrix}$$

$$Xx + Yy + Zz = \frac{1}{2}\left(X^2 + Y^2 + Z^2\right)$$

En résolvant, on obtient :

$$\lambda = -\frac{1}{2}\frac{X^2 + Y^2 + Z^2}{Z - X\left(\partial Z/\partial X\right) - Y\left(\partial Z/\partial Y\right)}$$

Et donc :

$$z = Z - \frac{1}{2}\frac{X^2 + Y^2 + Z^2}{Z - X\left(\partial Z/\partial X\right) - Y\left(\partial Z/\partial Y\right)}$$

$$x = X + \left(Z - z\right)\frac{\partial Z}{\partial X} = X + \frac{1}{2}\frac{\partial Z}{\partial X}\frac{X^2 + Y^2 + Z^2}{Z - X\left(\partial Z/\partial X\right) - Y\left(\partial Z/\partial Y\right)}$$

$$y = Y + \left(Z - z\right)\frac{\partial Z}{\partial Y} = Y + \frac{1}{2}\frac{\partial Z}{\partial Y}\frac{X^2 + Y^2 + Z^2}{Z - X\left(\partial Z/\partial X\right) - Y\left(\partial Z/\partial Y\right)}$$

Le dénominateur de λ correspond au produit scalaire de $\overrightarrow{FN}$ et de la normale à la surface orthotomique en ce point. Cette situation, qui correspondrait à un point N_0 à l'infini, ne peut se produire dans notre géométrie.

IV.2.3. Visibilité de l'image

Pour qu'un faisceau réfléchi par la membrane passe par le système optique et contribue à l'image, il doit être contenu dans le cône de sommet N, d'axe FN et d'angle au sommet 2α, où α dépend de la lentille L_1 utilisée (*§4.1.3*). Un rayon incident faisant un angle θ (fig.IV.23) avec la normale à la membrane sera réfléchi dans la direction $\overrightarrow{N_0N}$, normale à la surface orthotomique, et fera un angle θ avec $\overrightarrow{N_0N}$. Les seuls rayons participant à l'image seront tels que θ < α.

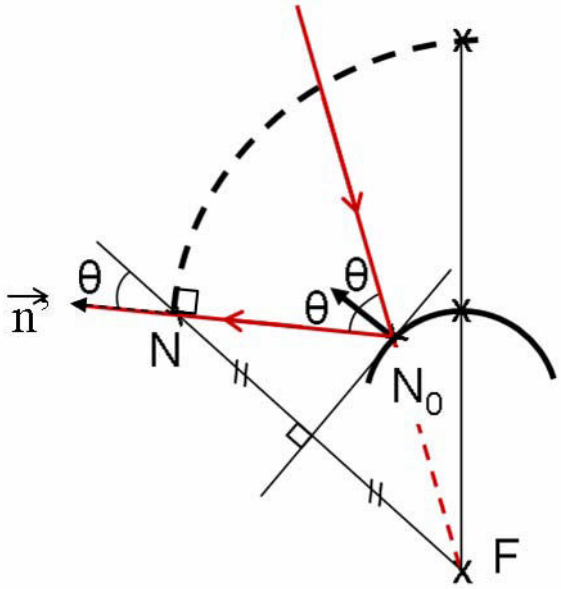


Figure IV.23. Définition de l'angle θ. Il représente l'angle entre la normale au plan tangent au point N_0 et le faisceau incident N_0F, ou entre la normale et le faisceau réfléchit N_0N.

On a:

$$\cos(\theta) = \frac{Z - X(\partial Z/\partial X) - Y(\partial Z/\partial Y)}{\left(X^2+Y^2+Z^2\right)^{1/2}\left(1+(\partial Z/\partial X)^2+(\partial Z/\partial Y)^2\right)^{1/2}}$$

$$1-\cos^2(\theta) = \frac{(X(Y-y)-Y(X-x))^2+\left(X(Z-z)^2-2Z(X-x)\right)^2+(Y(Z-z)-2Z(Y-y))^2}{\left(X^2+Y^2+Z^2\right)^{1/2}\left((X-x)^2+(Y-y)^2+(Z-z)^2\right)^{1/2}}$$

En résumé, la visibilité de la surface orthotomique sur la caméra dépend de (fig.IV.24) :

- la hauteur de la membrane
- la distance de travail par rapport au cat's eye
- l'angle θ entre la normale de la membrane au point N_0 et le vecteur FN_0.

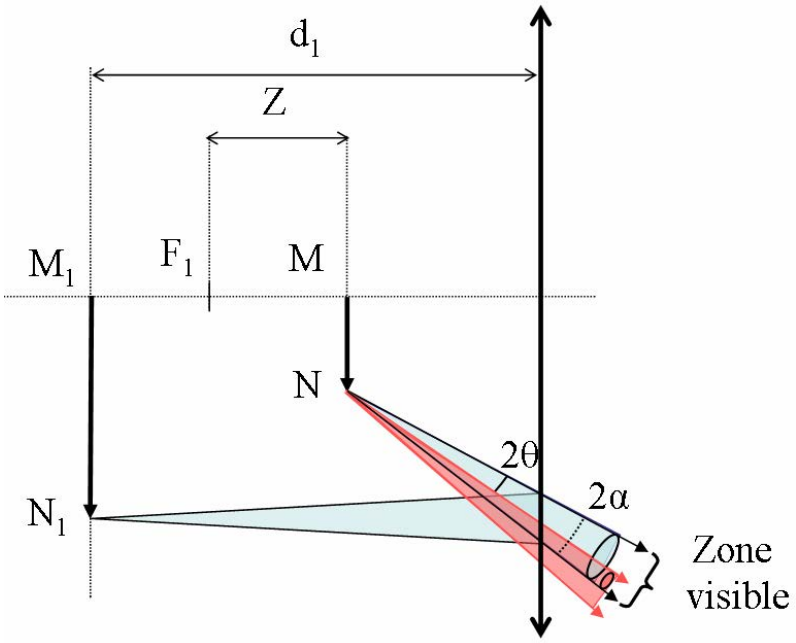


Figure IV.24. Intensité de la surface orthotomique en fonction de l'angle θ.

La figure IV.25 montre quelques exemples de surfaces orthotomiques enregistrées à partir d'une membrane carrée sous différentes pression. Elles ont été obtenues en utilisant une lentille L_1 de longueur focale de 0.351 m et une distance d de 0.140 m.

En comparant les deux séries, on constate que pour les différentes pressions les images expérimentales sont distordues dues à un défaut d'alignement de la membrane par rapport à l'axe optique de l'interféromètre.

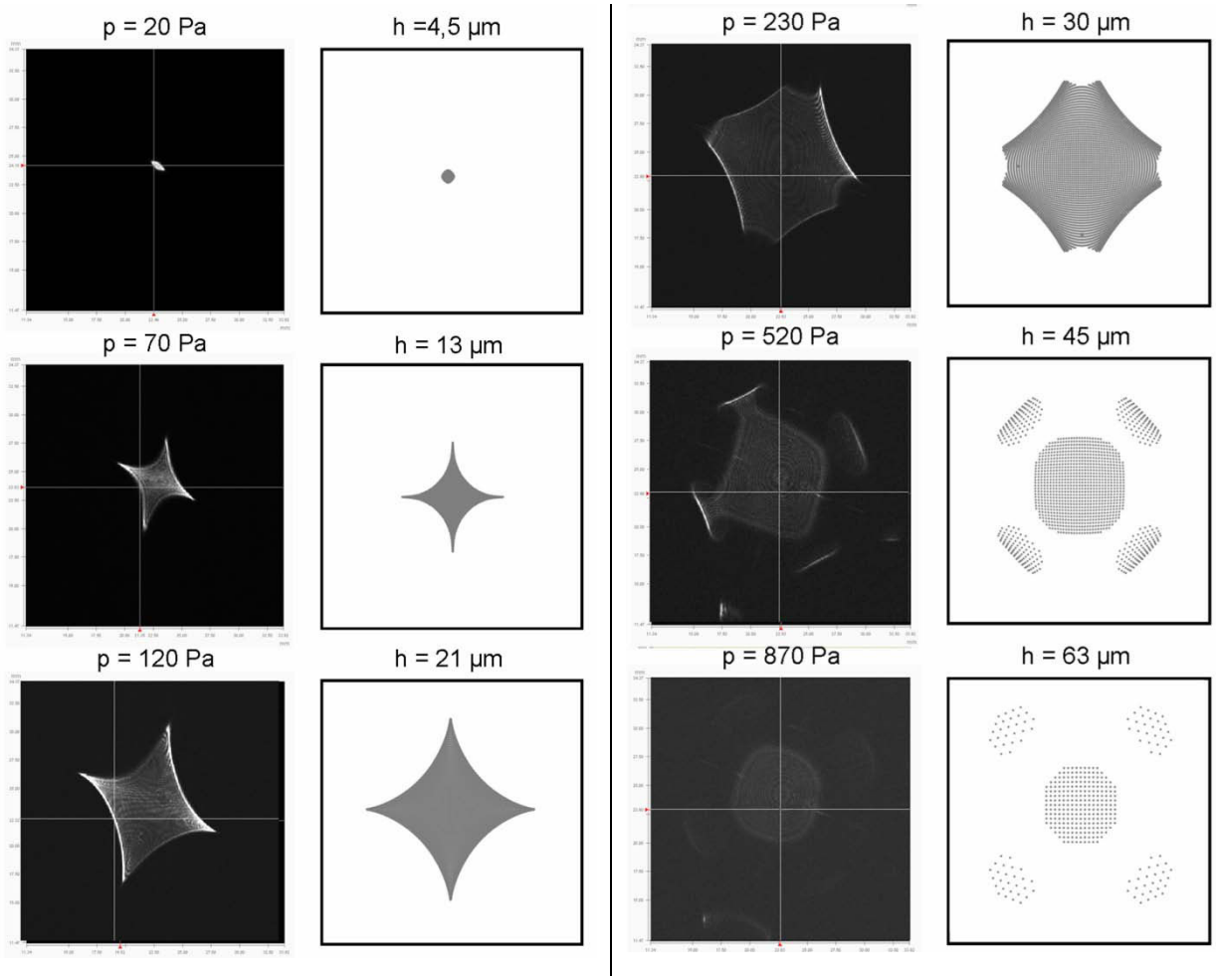


Figure IV.25. Interférogrammes mesurés et simulés pour une membrane carrée de silicium sous pression. La référence sphérique est de 0.351 *m* et l'angle critique 2α est de 0.01 rad.

P (Pa)	20	70	120	230	520	870
h (µm)	7	19	25	33	47	57

Tableau IV.3. Valeur de pression et déflexion reportés pour un essai de gonflement sur une membrane carrée de silicium de 280 µm d'épaisseur testée avec un interféromètre 1D.

A basse pression, la membrane est quasiment plate. Elle peut être considérée comme un miroir plan. On observe un point. Puis au fur et à mesure que la pression croît le point devient une surface dont le diamètre augmente avec la hauteur de la membrane. Les bras de la surface orthotomique commencent à apparaitre petit à petit (70 Pa) pour devenir entièrement visible à 120 Pa. A 230 Pa, les bras commencent à disparaitre tandis que le centre lui reste visible.

En créant un programme sous *Excel*, ces interférogrammes ont été comparés à la taille des profils de surface orthotomique simulés. Ce traitement nous permet de prévoir la forme de la

surface orthotomique en fonction de la déflexion de la membrane. Pour ce faire il est nécessaire de calculer les différents paramètres décrit précédemment soit : $z\ (x, y)$, $\frac{\partial z}{\partial x}$, $\frac{\partial z}{\partial y}$, A, Z, X, Y et θ.

Il est ensuite possible de simuler une surface orthotomique en variant le paramètre h soit la hauteur de la déflexion de la membrane. Les profils simulés présentés figure IV.25 ont été obtenus de cette manière : en ajustant la forme et la longueur l_m (fig.IV.16) de la surface orthotomique simulée sur les profils mesurés en faisant varier h.

Ces mesures ont permis également de comparer les longueurs des bras l_m en fonction de la pression appliquée et de déterminer les meilleures conditions de travail.

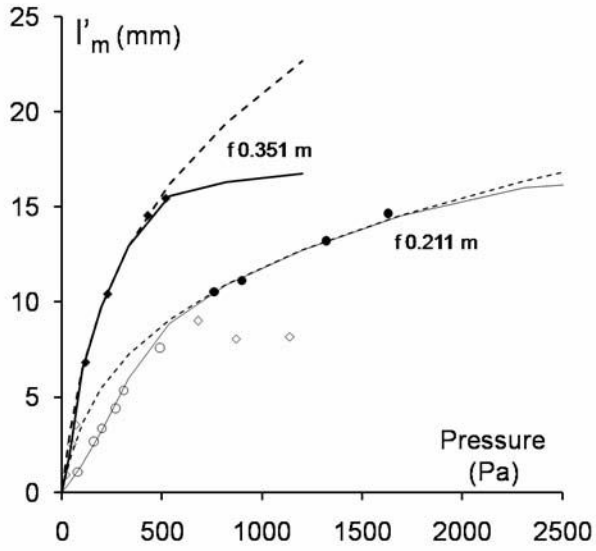


Figure IV.26. Valeurs expérimentales et simulées de la longueur l_m en fonction de la pression appliquée pour les lentilles $f_1 = 0.211$ m et $f_1 = 0.351$ m. les distance d sont respectivement de 0.149 m et de 0.0872 m.

La courbe ci-dessus compare les longueurs l_m et fonction de la pression appliquée. Elles ont été tracées pour deux longueurs focales f_1 et pour des distances d différentes. Les mesures expérimentales sont représentées par des points et les longueurs calculées représentées par les lignes : En trait pointillé les longueurs l_m calculés, en trait plein les longueurs visibles de la surface orthotomique. Ici les valeurs de l_m ont été multipliées par une constante notée B tel que :

$$l'_m = Bl_m$$

Le chevauchement de ces deux courbes indique les domaines de pression pour lesquelles les bras de la surface orthotomique sont entièrement visibles. Ainsi pour une distance focale de 0.351 m, l'ensemble de la surface orthotomique est visible pour un domaine de pression de 50 à 500 Pa. Ces valeurs sont représentées par des losanges noirs sur la figure IV.26. Pour la seconde lentille le domaine de pression pour lequel la surface orthotomique est entièrement visible, est compris entre 700 et 2000 Pa (cercles noirs).

En comparant ces valeurs avec les observations de la figure IV.25, on remarque que les bras de la surface orthotomique sont visibles pour les domaines de pressions cité ci-dessus. En revanche dans le cas de la lentille $f_1 = 0{,}351$ m, pour les mesures effectuées au dessus de 500 Pa les valeurs expérimentales de l_m chute brutalement due au fait que les bords de la surface orthotomique sont peu visibles.

IV.3. Calcul de la phase

Le chemin optique entre N et N' est définie comme la distance NN_2 parcouru par le rayon lumineux multipliée par l'indice de réfraction du milieu. Cette longueur représente la distance qu'aurait parcourue la lumière dans le vide pendant la durée qu'elle met pour parcourir la distance NN_2. La forme du chemin optique est décrite par le principe de Fermat :

« *La lumière se propage d'un point à un autre sur des trajectoires telles que la durée du parcours soit extrémale.* »

Par conséquent :

- Dans un milieu homogène la propagation est rectiligne
- Le temps de parcours est proportionnel à la distance du trajet.
- Le chemin optique entre deux points (dont l'un est l'image de l'autre) est stationnaire
- Dans le vide L(AB) = L(BA)

IV.3.1. Faisceau réfléchi par l'échantillon

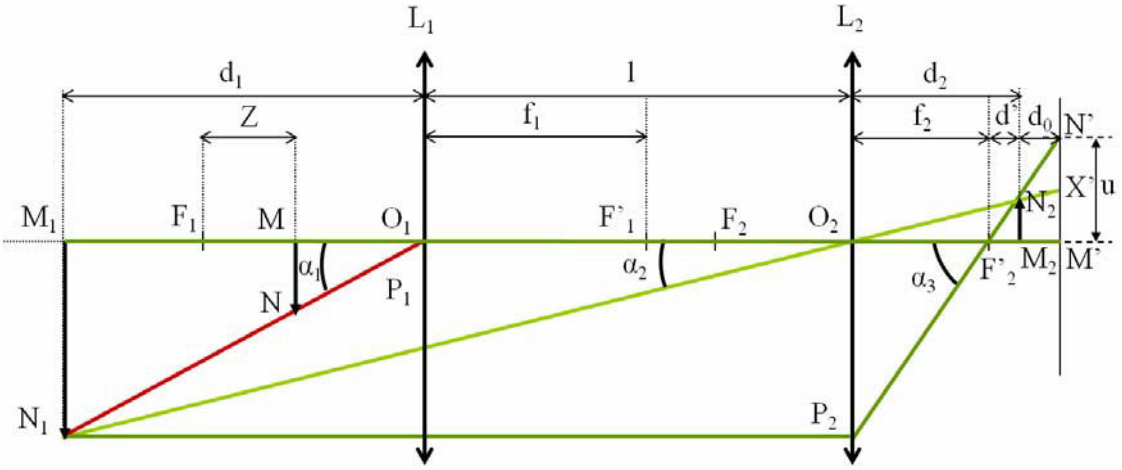


Figure IV.27. Construction de l'image M_2N_2.

En prenant la figure IV.27, on peut exprimer le chemin optique NN' en considérant que l'indice des milieux est le même soit n = 1:

$$L(NN') = -l(NN_1) + l(N_1N_2) + l(N_2N') \quad \text{(IV.20)}$$

Avec :

$$NN_1 = \frac{(OM_1 - OM)}{\cos(\alpha_1)} = \frac{d_1 - (f_1 - Z)}{\cos(\alpha_1)} \quad \text{(IV.21)}$$

$$N_1N_2 = N_1O_2 + O_2N_2$$

$$N_1N_2 = \frac{(d_1 + l)}{\cos(\alpha_2)} + \frac{d_2}{\cos(\alpha_2)} \quad \text{(IV.22)}$$

$$N_2N' = d_0.\cos(\alpha_3) \quad \text{(IV.23)}$$

En insérant ces expressions dans la relation (IV.20) on obtient :

$$L(NN') = -\frac{d_1 - (f_1 - Z)}{\cos(\alpha_1)} + \frac{(d_1 + l + d_2)}{\cos(\alpha_2)} + d_0.\cos(\alpha_3)$$

Cette relation peut se simplifier en remplaçant cos(α) par son développement limité au second ordre. On aboutit ainsi à:

$$L(NN') = d_1 - (f_1 - Z).\left(1 + \frac{\alpha_1^2}{2}\right) + (d_1 + l + d_2).\left(1 + \frac{\alpha_2^2}{2}\right) - d_0.\left(1 + \frac{\alpha_3^2}{2}\right)$$

On introduit ensuite les différentes expressions correspondant aux angles α_1, α_2, α_3. Leur expression est détaillée en *annexe 5*. Soit :

$$L(\mathrm{NN}') = \left(-\left(\frac{f_2^2 Z}{f_1^2 (d'+d_0)^2} \right) + \frac{1}{2(d'+d_0)} \right) u^2 + l - Z + d'+d_0 + f_1 + f_2 \qquad \text{(IV.24)}$$

En calculant la distance MN on peut en déduire l'expression de u (*annexe 5*) et le remplacer dans l'expression du chemin optique :

$$MN = \cos(\alpha_1).(f_1 - Z) = \frac{Z f_2 u}{f_1 (d'+d_0)}$$

Donc :

$$u = \frac{MN f_1.(d'+d_0)}{Z f_2}$$

Ainsi le chemin optique s'écrit :

$$L(\mathrm{NN}') = -\frac{MN^2}{2Z} + \frac{MN^2 f_1^2 (d'+d_0)}{2Z^2 f_2^2} + l - Z + d'+d_0 + f_1 + f_2 \qquad \text{(IV.25)}$$

On peut également exprimer le chemin optique $L(NN_2)$ en fonction de la position sur la caméra CCD du centre N' de la tache image, soit M'N' :

$$M'N' = MN.\frac{(d'+d_0) f_1}{f_2 Z}, \text{ et } MN = M'N'.\frac{f_2 Z}{(d'+d_0) f_1}$$

$$L(\mathrm{NN}') = \frac{M'N'^2 Z f_2^2}{2(d'+d_0)^2 f_1^2} + \frac{M'N'}{2(d'+d_0)} + l - Z + d'+d_0 + f_1 + f_2$$

En introduisant:

$$MN^2 = X^2 + Y^2$$

$$M'N'^2 = X'^2 + Y'^2$$

et le rayon local de la surface orthotomique :

$$R = \left(X^2 + Y^2 + Z^2 \right)^{1/2}$$

$$L(NN') \approx -R + \frac{\left(X^2 + Y^2 \right) f_1^2 (d'+d_0)}{2Z^2 f_2^2} + l + d'+d_0 + f_1 + f_2$$

On obtient:

$$L(NN') = -R + \frac{\left(X'^2 + Y'^2 \right) f_1^2 (d'+d_0)}{2Z^2 f_2^2} \left(\frac{f_2 Z}{(d'+d_0) f_1} \right)^2 + l + d'+d_0 + f_1 + f_2$$

$$L(NN') = -R + \frac{\left(X'^2 + Y'^2 \right)}{2(d'+d_0)} + l + d'+d_0 + f_1 + f_2$$

IV.3.2. Faisceau de référence

Nous avons vu dans le *Chapitre 2 § II.4.6.3* que les interférences sont obtenues en comparant le faisceau réfléchi par l'échantillon avec un deuxième faisceau parallèle réfléchi par un miroir de référence. Il faut maintenant considérer le chemin optique du miroir de référence et le soustraire au chemin optique de NN'.

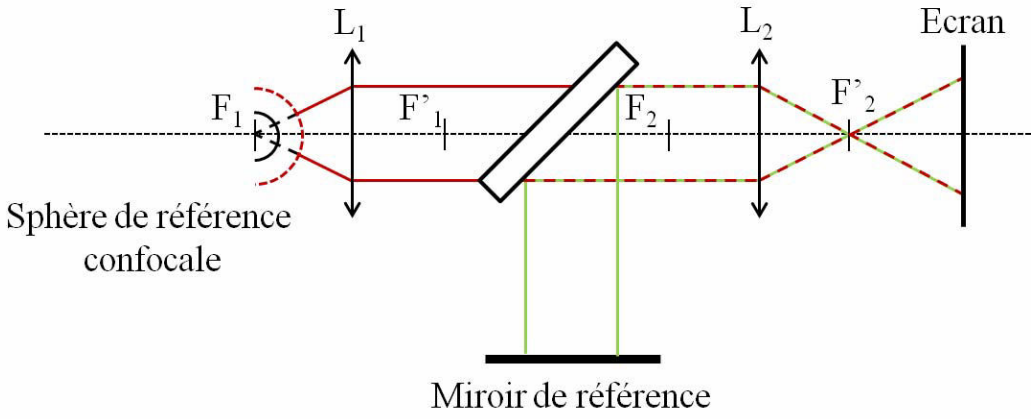


Figure IV.28. Principe de l'interférométre *Twyman-Green*.

Si on reprend le schéma du système optique de l'interféromètre (fig.IV.28), on remarque que dans ce cas, le faisceau de référence converge au point focal F'_2 de L_2. Tous les rayons y ont donc la même phase. La phase des rayons qui atteignent le capteur CCD au point N' est donc due au trajet F'_2N' uniquement :

$$F'_2N' = \left((d_0 + d')^2 + X'^2 + Y'^2\right)^{1/2} \approx d_0 + d' + \frac{X'^2 + Y'^2}{2(d_0 + d')}$$

On peut considérer une sphère fictive de rayon arbitraire r dont le centre est placé au foyer F_1 de L_1. La surface orthotomique de cette sphère sera une sphère S_{ref} de même centre, et de rayon $R_{ref} = 2r$. Son équation sera donc: $X_{ref}^2 + Y_{ref}^2 + Z_{ref}^2 = R_{ref}^2$. Les rayons issus de S_{ref} semblent provenir de F_1, et après traversée du système optique, convergent en F'_2. On choisira le rayon de la sphère proche de celui de la surface orthotomique de la membrane, de telle sorte qu'un point d'abscisse X et d'ordonnée Z_{ref} ait son image au même point N' de la caméra que le point de même abscisse X de la surface orthotomique.

Le chemin optique entre le point N_{ref} de cette surface, de coordonnées X, Y, et Z_{ref}, et son image sur la caméra sera :

$$L_{ref}(NN') = -R_{ref} + d' + d_0 + \frac{\left(X^2 + Y^2\right) f_1^2 (d' + d_0)}{2 Z_{ref}{}^2 f_2^2} + l + f_1 + f_2 \qquad \text{(IV.26)}$$

Si N_{ref} est choisi de façon à avoir son image en N':

$$L_{ref}(NN') = -R_{ref} + d' + d_0 + \frac{\left(X'^2 + Y'^2\right) f_1^2 (d' + d_0)}{2 Z_{ref}{}^2 f_2^2} \left(\frac{f_2 Z_{ref}}{(d' + d_0) f_1} \right)^2 + l + f_1 + f_2$$

$$L_{ref}(NN') = -R_{ref} + d' + d_0 + \frac{\left(X'^2 + Y'^2\right)}{2(d' + d_0)} + l + f_1 + f_2$$

$$L_{ref}(NN') = \frac{\left(X'^2 + Y'^2\right)}{2(d' + d_0)} + cste$$

Ce qui était attendu.

A une constante près, le chemin optique L(NN') est la somme de deux contributions : un terme *-R* qui représente l'opposé du rayon local de la surface orthotomique (et non le rayon de courbure), et un terme en $X'^2 + Y'^2$ qui ne dépend que de $d' + d_0$, c'est-à-dire la géométrie du système optique.

Pour obtenir la différence de chemin optique $\delta_{NN'}$ entre les deux faisceaux, il suffit donc de faire la différence entre le chemin optique obtenu pour une surface orthotomique (IV.25) et le chemin optique obtenu pour une sphère de référence confocale (IV.26) :

$$\delta_{NN'} = L(NN') - L_{ref}(NN') = -R + cste = -\left(X^2 + Y^2 + Z^2\right)^{\frac{1}{2}} + cste \qquad \text{(IV.27)}$$

Dans le repère du capteur CCD :

$$\delta_{NN'} = -Z \left[1 + \left(X'^2 + Y'^2\right) \cdot \left(\frac{f_2}{(d' + d_0) f_1} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} + cste$$

La différence de chemin optique entre le faisceau de référence et une sphère orthotomique centrée sur le foyer F_1 est donc constante, et on n'observe aucun contraste de frange (position confocale). Il en est de même si X = Y = Z = 0, ce qui correspond à la position cat's eye (fig.IV.10). En revanche, une autre forme de la surface se traduira par une différence de marche entre les deux faisceaux qui variera avec la position N' sur la caméra, et donc un système de franges d'interférences.

IV.4. Effet de la taille finie de l'image et des pixels

Le calcul de la différence de phase du paragraphe précédent a été mené comme si la résolution de la caméra était infinie. Deux points doivent néanmoins être pris en compte :

- Les pixels de la caméra ont une taille finie.
- Les rayons issus de l'image N_2 d'un objet forment en N' une tache de diamètre D_0 uniformément éclairée.

L'amplitude du signal détecté par un pixel va être la somme des amplitudes en chaque point *Q(x, y)* de ce pixel. En chacun de ces points *Q(x, y)*, il faut tenir compte de la contribution de toutes les taches centrées en des points de la caméra voisins, c'est à dire situés à une distance de N' inférieure à $D_0/2$. (Le diamètre D_0 peut être supérieur à la taille du pixel.)

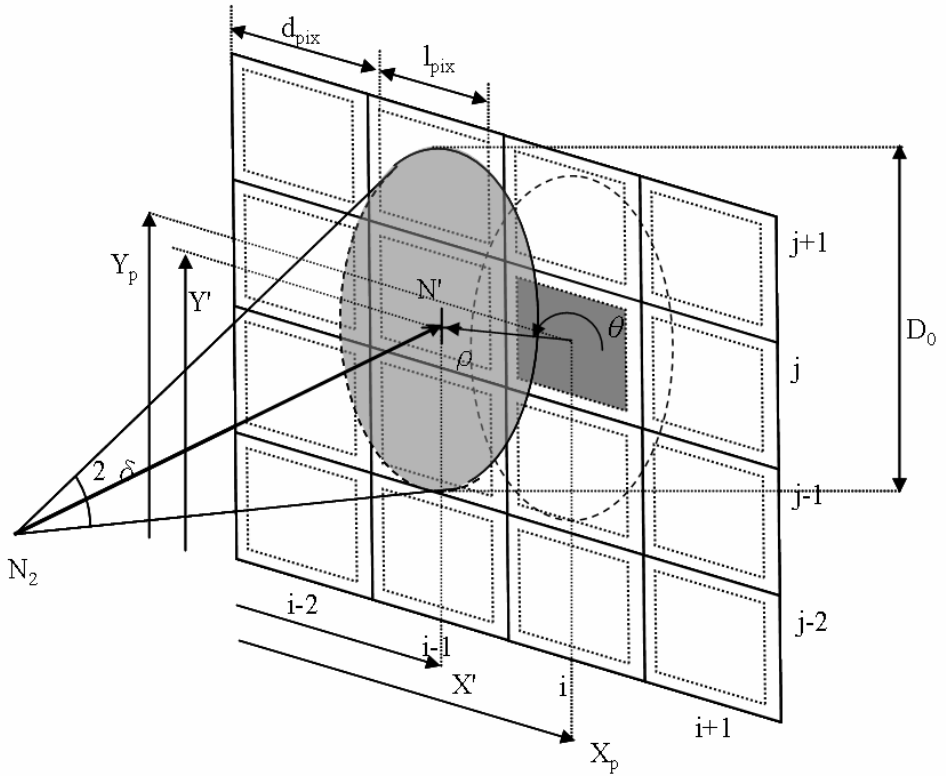


Figure IV.29. Schéma de détection du signal par les pixels de la caméra

En supposant des pixels carrés, l'amplitude (complexe) $\vec{A}$ du signal reçu par le pixel (i, j) de coordonnées (X_p,Y_p) s'écrit alors sous la forme :

$$\vec{A} = \frac{4}{\pi l_{pix}^2 D_0^2} \int_{x=X_p-l_{pix}/2}^{X_p+l_{pix}/2} \int_{y=Y_p+l_{pix}/2}^{Y_p+l_{pix}/2} \int_{\rho=0}^{D_o/2} \int_{\theta=0}^{2\pi} \vec{E}\left(x+\rho\cdot\cos(\theta), y+\rho\cdot\sin(\theta)\right)\rho d\theta d\rho dy dx$$

où $\vec{E}(x,y)$est l'amplitude du champ électrique en *N'(x,y)*, en tenant éventuellement compte d'un déphasage dû au changement de trajet. Nous considérons ici successivement l'effet de la l'écart à la mise au point (tache de diamètre D_0), puis de la taille finie des pixels.

IV.4.1. Ecart à la mise au point

La différence de marche entre les points *Q(x, y)* et *N'(X' ,Y')* d'un rayon issu de $N_2(X_2, Y_2)$ s'écrit:

$$\delta_{N'Q} = -N'N_2 + QN_2 = \left[d_0^{\,2} + (x-X_2)^2 + (x-Y_2)^2\right]^{1/2} - \left[d_0^{\,2} + (X'-X_2)^2 + (Y'-Y_2)^2\right]^{1/2}$$

$$\delta_{N'Q} \approx \frac{1}{2d_0}\left[(x-X_2)^2 - (X'-X_2)^2 + (x-Y_2)^2 - (Y'-Y_2)^2\right]$$

Avec les relations:

$$X_2 = \frac{d'}{d_0+d'}X',\ Y_2 = \frac{d'}{d_0+d'}Y'$$

$$X' = x + \alpha_1,\ Y' = y + \beta_1$$

et en négligeant les termes de second ordre:

$$\delta_{N'P} \approx \frac{1}{2d_0}\left[x^2 - X'^2 - 2\frac{d'}{d_0+d'}X'(x-X') + y^2 - Y'^2 - 2\frac{d'}{d_0+d'}Y'(y-Y')\right]$$

$$\delta_{N'P} \approx \frac{1}{2d_0}\left[-2x\alpha_1 - \alpha_1^2 - 2\frac{d'}{d_0+d'}(x+\alpha_1)(-\alpha_1) - 2y\beta_1 - \beta_1^2 - 2\frac{d'}{d_0+d'}(y+\beta_1)(-\beta_1)\right]$$

$$\delta_{N'P} \approx \frac{-1}{2d_0}\left[(2x\alpha_1 + 2y\beta_1)\left(1 - \frac{d'}{d_0+d'}\right)\right]$$

$$\delta_{N'P} \approx -\frac{(x\alpha_1 + y\beta_1)}{(d_0+d')}$$

Le trajet optique entre le point *N(X, Y, Z)* de la surface orthotomique ayant sur la caméra une image centrée en *N'(X', Y', d_0+d')* et le point *Q* sera donc:

$$L(x, y, X', Y') = L(NN') + \delta_{N'P}$$

$$L(x,y,X',Y') = -R(X',Y') + \frac{\left((x+\alpha_1)^2 + (y+\beta_1)^2\right)}{2(d'+d_0)} - \frac{-(x\alpha_1 + y\beta_1)}{(d_0+d')} + cste$$

$$L(x,y,X',Y') = -R(X',Y') + \frac{\left(x^2+y^2\right)}{2(d'+d_0)} + cste \qquad \text{(IV.28)}$$

$$L(x,y,X',Y') = L(x,y,x,y) + R(x,y) - R(X',Y') = L(x,y,x,y) - \alpha_1 \frac{\partial R}{\partial x}(x,y) - \beta_1 \frac{\partial R}{\partial y}(x,y)$$

Dans la mesure où les termes $\alpha_1 \frac{\partial R}{\partial x}$ et $\beta_1 \frac{\partial R}{\partial y}$ restent petits devant la longueur d'onde, les variations de phase sur un disque de diamètre D_0 centré autour de *Q(x, y)* se compensent et on a:

$$\vec{A}_1(x,y) = \frac{4}{\pi D_0^2} \int_{\rho=0}^{D_o/2} \int_{\theta=0}^{2\pi} \vec{E}\left(x+\rho\cdot\cos(\theta), y+\rho\cdot\sin(\theta)\right)\rho d\theta d\rho = \vec{E}(x,y)$$

IV.4.2. Taille finie des pixels

Cette taille finie a deux conséquences :

- L'amplitude mesurée n'est pas celle au centre du pixel, mais celle intégrée sur toute sa surface.
- L'échantillonnage du signal optique est limité par la distance entre pixels. Tant que le déphasage entre deux pixels successifs reste très inférieur à la longueur d'onde, ceci ne pose aucun problème. En revanche, nous pouvons rencontrer des cas où ce déphasage est de l'ordre de la longueur d'onde, voire un multiple de celle ci. On voit dans ce cas apparaître des images fantômes ("aliasing").

C'est ce que nous observons sur l'image ci-dessous : le centre de l'image montre bien des anneaux de Newton, mais on observe une zone où l'intensité lumineuse est très faible, puis des cercles supplémentaires sur les bords, quand le déphasage entre deux pixels consécutifs est de l'ordre d'une longueur d'onde.

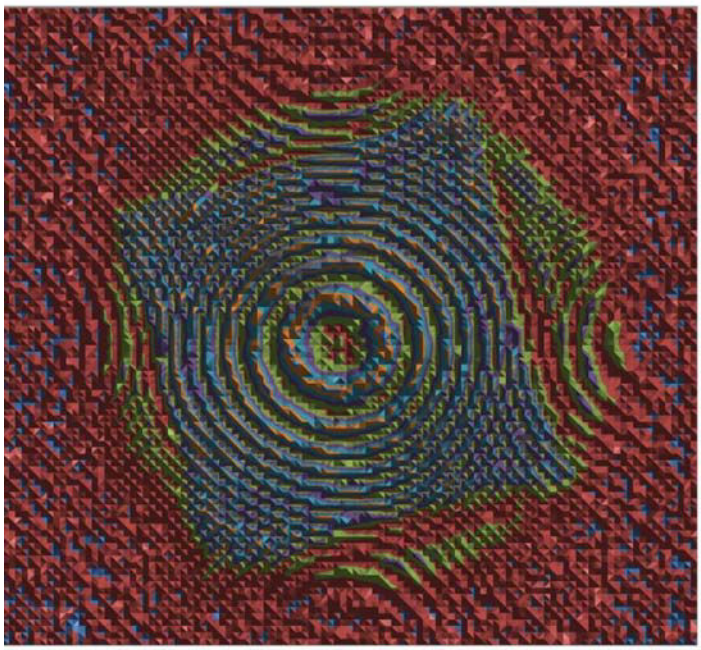


Figure IV.30. ROI d'un interférogramme obtenu avec une membrane de Si_3N_4. Focale 500 mm, P = 1,5 Pa.

Nous cherchons maintenant à évaluer l'expression:

$$\vec{A} = \frac{1}{l_{pix}^2}\int_{x=X_p-l_{pix}/2}^{X_p+l_{pix}/2}\int_{y=Y_p+l_{pix}/2}^{Y_p+l_{pix}/2} A_1(x,y)dydx$$

Avec :

$$x = X_p + \alpha$$

$$y = Y_p + \beta$$

où X_p et Y_p sont les coordonnées du centre d'un pixel. En reprenant (IV.28), on a:

$$L(X_p+\alpha, Y_p+\beta) = -R(X_p+\alpha, Y_p+\beta) + \frac{\left((X_p+\alpha)^2 + (Y_p+\beta)^2\right)}{2(d'+d_0)} + cste$$

$$L(X_p+\alpha, Y_p+\beta) = -R(X_p, Y_p) - \alpha\frac{\partial R}{\partial X'}(X_p, Y_p) - \beta\frac{\partial R}{\partial Y'}(X_p, Y_p) + \frac{X_p\cdot\alpha + Y_p\cdot\beta}{(d'+d_0)} + cste$$

Comme dans le cas précédent, l'intégration des termes $-R(X_p,Y_p) - \alpha\frac{\partial R}{\partial X'} - \beta\frac{\partial R}{\partial Y'}$ aboutira à $-R(X_p,Y_p)$, si α et β restent petits. Il n'en est pas de même pour le terme $\frac{X_p\cdot\alpha + Y_p\cdot\beta}{(d'+d_0)} = d(\frac{X_p^2+Y_p^2}{(d'+d_0)})$, car celui-ci dépend de la distance à l'axe optique : si le déphasage entre deux points d'un même pixel est négligeable près de celui-ci, il va atteindre des valeurs de l'ordre de λ ou plus à grande distance. L'amplitude du signal mesurée par un

pixel ne peut donc pas être ramenée à l'amplitude au centre de celui-ci. De plus, ces variations de phase vont rendre l'amplitude locale plus sensible aux variations de *R(X', Y')*.

Nous utiliserons ici une expression approximative, permettant de rendre les calculs plus simples sans perdre le contenu physique du problème :

$$\vec{A}' = \int_{\alpha=-l/2}^{l/2}\int_{\beta=-l/2}^{l/2} \vec{E}\left(X_p+\alpha, Y_p+\beta\right)\cdot d\beta \cdot d\alpha$$

où l sera un paramètre (ajustable) variant de l_{pix} (image au point, taille de pixel finie) à D_0 (image floue). Le calcul des intégrales de la forme : $S = \frac{1}{l}\int_{\alpha=-l/2}^{l/2} \exp\left(2ia\pi\left(x+\alpha\right)^2\right)\cdot d\alpha$ utilise des fonctions de Fresnel, mais on peut aussi se contenter de l'approximation :

$$S = \frac{1}{l}\int_{\alpha=-l/2}^{l/2} \exp\left(2i\pi a\left(x+\alpha\right)^2\right)\cdot d\alpha \approx \frac{\sin\left(2ia\pi xl\right)}{2a\pi xl}\exp\left(2ia\pi x^2\right)$$

IV.4.3. Amplitude du faisceau de référence

On a vu au paragraphe *IV.3* que le chemin optique suivi par le faisceau de référence pouvait s'écrire :

$$L_{ref}(NN') = \frac{\left(X'^2+Y'^2\right)}{2(d'+d_0)} + cste = k_{ref}\cdot\left(X'^2+Y'^2\right)+cste \qquad \text{(IV.28)}$$

Sur un pixel défini par sa position $\left(X_p, Y_p\right)$ ou $\left(n_p, m_p\right)$l'amplitude devient :

$$\vec{A}_{ref} \approx \frac{\sin\left(2\pi\, k_{ref}/\lambda\cdot lX_p\right)}{2\pi\, k_{ref}/\lambda\cdot lX_p}\cdot\frac{\sin\left(2\pi\, k_{ref}/\lambda\cdot lY_p\right)}{2\pi\, k_{ref}/\lambda\cdot lY_p}\cdot\exp\left(2i\pi\, k_{ref}\cdot\left(X_p^2+Y_p^2\right)/\lambda\right)$$

$$\vec{A}_{ref} \approx \frac{\sin\left(bn\right)}{bn}\cdot\frac{\sin\left(bm\right)}{bm}\cdot\exp\left(2ia\left(n^2+m^2\right)\right)$$

Avec:

$$a = \pi\cdot d_{pix}^2/(d'+d_0)\lambda$$

et :

$$b = \pi\cdot d_{pix}l/(d'+d_0)\lambda$$

L'amplitude va donc s'annuler pour :

$$n\pi\cdot d_{pix}^2/(d'+d_0)\lambda = p\pi \ \text{(p=1,2,..)}$$

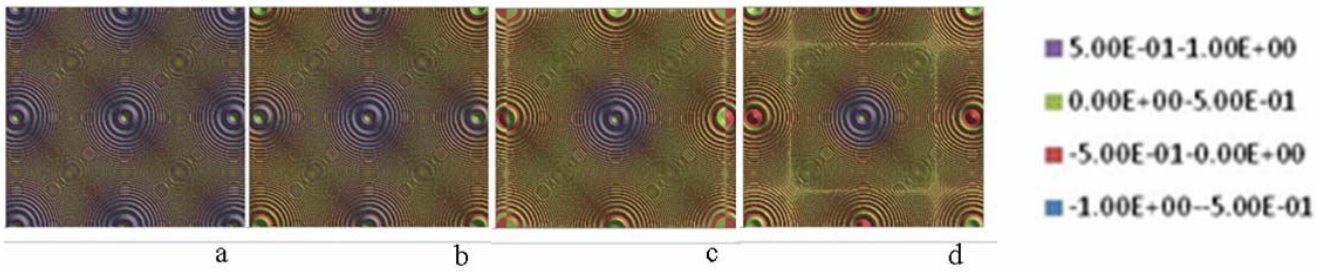


Figure IV.31. Partie réelle de l'amplitude calculée du faisceau de référence sur une matrice de 220*200pixels. (d_{pix} = 11 µm, λ = 0.5 µm, d_0+d' = 0.05 m, l/ d_{pix} = 0.001 (a) ; 0.5 (b) ; 1 (c) ; et 1.5 (d)). La répétition du système d'anneaux de Newton sur les côtés est un effet d'"aliasing", tandis qu'une modulation supplémentaire apparaît (lignes horizontales et verticales en c et d), due à la largeur finie des pixels.

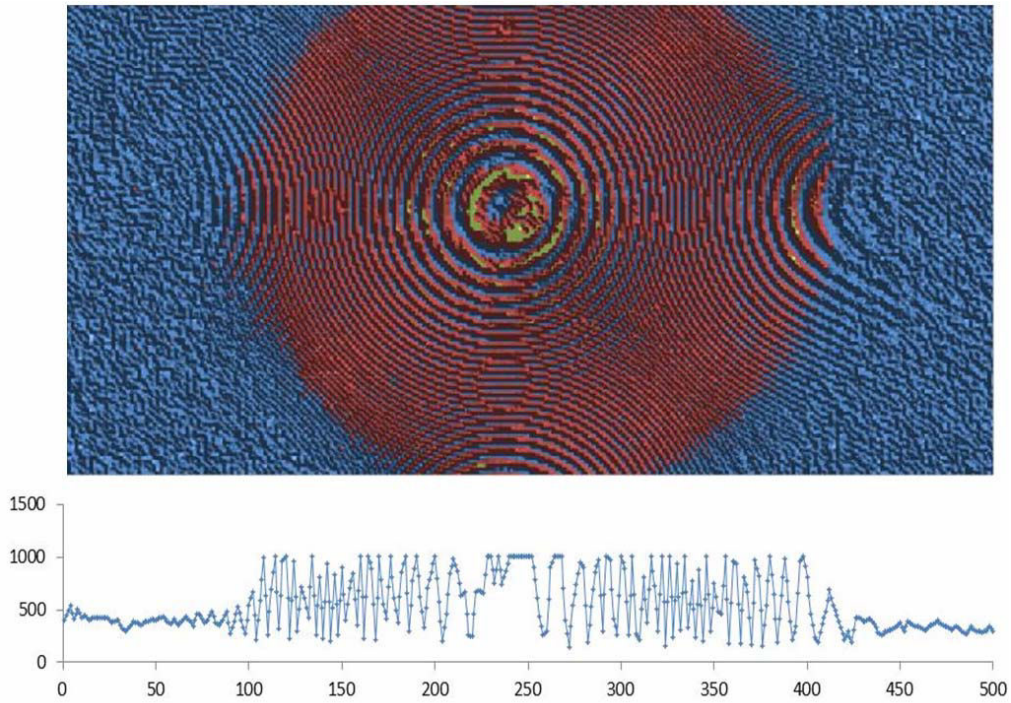


Figure IV. 32. Pseudo interférogramme prenant en compte le seul faisceau de référence (faisceau de mesure coupé)

IV.4.4. Amplitude du faisceau de mesure

Le même problème se pose, de manière plus complexe, pour l'intégration de l'amplitude du faisceau de mesure sur la surface du pixel : les variations de $R(X',Y')$ peuvent elles aussi devenir rapides loin de l'axe optique (en supposant la membrane bien centrée).

Nous utiliserons la même approximation que précédemment, en tenant compte des variations de $R(x)$:

$$\vec{A}_{mes} \approx \frac{\sin\left[\frac{2\pi}{\lambda}\left(k_{ref}X_p l + \frac{l}{2}\frac{\partial R}{\partial X_p}\right)\right]}{\left[\frac{\pi}{\lambda}\left(2k_{ref}X_p + \frac{\partial R}{\partial X_p}\right)\right]} \cdot \frac{\sin\left[\frac{2\pi}{\lambda}\left(k_{ref}Y'_p l + \frac{l}{2}\frac{\partial R}{\partial Y_p}\right)\right]}{\left[\frac{\pi}{\lambda}\left(2k_{ref}Y'_p + \frac{\partial R}{\partial Y_p}\right)\right]} \cdot \exp\left[\frac{2i\pi}{\lambda}\left(k_{ref}\left(X_p^2 + Y_p^2\right) + R\left(X_p, Y_p\right)\right)\right]$$

$$\vec{A}_{mes} \approx \frac{\sin\left(bn + d\frac{\partial R}{\partial n}\right)}{bn + d\frac{\partial R}{\partial n}} \cdot \frac{\sin\left(bm + d\frac{\partial R}{\partial m}\right)}{bm + d\frac{\partial R}{\partial m}} \cdot \exp\left(2ia\left(n^2 + m^2\right) + \frac{2i\pi}{\lambda} \cdot R(n,m)\right)$$

Avec :

$$d = \pi \cdot l / d_{pix}\lambda$$

L'amplitude du faisceau de mesure sera elle aussi modulée. Une variation de R de la forme $R = R_0 + k\left(X^2 + Y^2\right)$ se traduira par une modulation périodique, de période différente de celle du faisceau de référence. Une variation plus complexe de R aura pour conséquence une variation non périodique de la modulation.

IV.5- Intensité du signal et traitement des données

V.5.1. Intensité du signal

A l'extérieur de l'image de la surface orthotomique (Figure IV.29), seul le faisceau de référence contribue à l'image : on observe uniquement les variations d'intensité dues à la modulation de celui-ci par la taille finie des pixels.

A l'intérieur de l'image de la surface orthotomique, les deux faisceaux contribuent à l'image. L'amplitude du signal détecté par un pixel de la caméra CCD est alors la somme des amplitudes du faisceau de référence et du faisceau de mesure, en tenant compte à la fois de la modulation de chacun de ces faisceaux par la taille finie des pixels et du rapport *J* entre la taille d'un élément de surface sur la membrane (supposée uniformément éclairée) et de son image sur la surface orthotomique. Le montage de l'interféromètre autorisant un partage arbitraire (mais constant sur l'image) de l'intensité lumineuse entre les deux faisceaux, on aboutit à une expression de la forme:

$$\vec{A}_{pix} \propto \vec{A}_{refs} + cJ \cdot \vec{A}_{mes} = A\exp\left(2ia\left(n^2+m^2\right)\right) + B\exp\left(2ia\left(n^2+m^2\right) + \frac{2i\pi}{\lambda}\cdot R(n,m)\right)$$

avec:

$$A = \frac{\sin(bn)}{bn}\cdot\frac{\sin(bm)}{bm}$$

$$B = cJ^{1/2}V\cdot\frac{\sin\left(bn + d\dfrac{\partial R}{\partial n}\right)}{bn + d\dfrac{\partial R}{\partial n}}\cdot\frac{\sin\left(bm + d\dfrac{\partial R}{\partial m}\right)}{bm + d\dfrac{\partial R}{\partial m}}$$

où le terme *V* vaut 0 ou 1 selon que la condition de visibilité définie au paragraphe *IV.2.3* est respectée ou non, c'est-à-dire que l'on est à l'extérieur ou à l'intérieur de l'image de la membrane.

V.5.2. Traitement des données

Les effets combinés déformation de l'image de la membrane par le système optique (surface orthotomique), de la taille des pixels et du déphasage se combinent pour former une figure d'interférence complexe. Deux stratégies de traitement des images sont néanmoins envisageables :

- La simulation directe des images, à partir d'une équation approximative de la membrane. Elle suppose la construction de la surface orthotomique, le calcul de l'intensité du faisceau en tous points de celle-ci, et enfin des figures d'interférence elle mêmes. On pourrait alors espérer faire coïncider les images mesurées et simulées par approximations successives. Les tentatives dans ce sens ont donné des résultats décevants : le calcul de l'intensité du faisceau de mesure est complexe, en particulier sur les bords de l'image où elle diverge. De plus, comme

l'intensité lumineuse en chaque point dépend de manière non linéaire de l'écart entre la hauteur de la membrane théorique et de la membrane réelle, les algorithmes d'ajustement usuels (solveur Excel) convergent très mal, et surtout très lentement.

- La reconstruction de la phase en tout point de l'image par le logiciel de traitement de des figures d'interférence fourni avec l'interféromètre **[IV.3]**. Il est alors possible d'ajuster le profil avec un polynôme. Comme on l'a vu (équation 27), cette phase représente l'écart entre la surface orthotomique et la sphère de référence. Connaissant le grandissement de l'image (qui dépend de la distance d entre le foyer de la lentille convergente L_1 et l'échantillon), et donc de la position de l'interféromètre) on peut alors calculer l'équation Z(X,Y) et remonter directement à un triplet de points (x, y, z) pour chaque pixel de l'image. Il est alors possible de calculer le rayon de courbure local, et donc la contrainte et l'allongement en chaque point visible de la membrane.

Cette dernière méthode permet d'échapper à la simulation directe de l'image, et à une série d'itérations très lentes.

IV.6. Conclusion

Comme on a pu le voir au cours de ce chapitre, l'utilisation de l'interférométrie 2D permet une mesure sans contact de la forme d'une membrane gonflée. L'utilisation d'une référence plane (miroir) est très vite limitée par la pente au bord de la membrane : même si les techniques actuelles de reconstitution de la phase permettent de s'accommoder d'une distance entre franges d'interférences du même ordre de grandeur que la taille de pixel, le rayon lumineux réfléchi ne passera pas par la pupille d'entrée de l'interféromètre. L'utilisation d'une référence sphérique, fréquente pour la caractérisation de lentilles ou de miroirs sphériques, est apparue comme une solution élégante.

Si le principe de base est simple, sa mise en œuvre est néanmoins difficile : La distorsion de l'image par le système optique a été une surprise, qui a rendu nécessaire une analyse complète de celui-ci. Il a été nécessaire de :

- Construire un modèle du système optique (lentilles, diaphragme) dont les caractéristiques n'étaient pas connues, et vérifier sa pertinence.
- Analyser la formation de l'image de la membrane par l'optique, en particulier reconstruire la géométrie de la surface orthotomique.
- Trouver des critères de visibilité de l'image, et relier la forme de celle-ci à la hauteur du « bulge », pour une géométrie donnée du dispositif (lentille de référence, position en z de l'interféromètre). Ce lien permet d'estimer rapidement la hauteur de la membrane.
- Calculer le chemin optique parcouru par le faisceau de mesure et le faisceau de référence, pour relier la forme de la surface orthotomique et la figure d'interférence observée.
- Proposer une stratégie d'utilisation de l'interféromètre pour pouvoir intégrer celui-ci dans la boucle de régulation de l'essai de gonflement.

Il reste à mettre cette stratégie en œuvre….

Remarques, conclusions et perspectives

Le but initial de ce travail de thèse était la construction d'un montage d'essai de gonflement, et son utilisation pour l'étude des propriétés mécaniques de matériaux fragiles et ductiles déposés en films minces, d'épaisseur sub-micrométrique. Cette étude est basée sur les recherches réalisées par d'autres auteurs sur des films micrométriques, à l'aide de dispositifs analogues.

La méthode de mesure de la forme du dôme envisagée initialement, le capteur ponctuel avec miroir collé sur une tige de graphite, s'est révélée peu fiable, et ceci pour plusieurs raisons:

- La précision des mesures requiert un positionnement précis du capteur au sommet du dôme, alors que la manipulation des échantillons (très fragiles!) rend le réglage de leur position difficile.
- La continuité des mesures lors d'un essai suppose un guidage très fin du capteur, faute de quoi la réflexion du faisceau laser de mesure est perdue. L'essai doit alors être interrompu pour réglage, sans qu'on soit assuré de revenir au point initial, avec donc un risque de décalage de zéro.
- Le poids du miroir et de la tige doivent être aussi petit que possible pour limiter la perturbation de la forme de la membrane, mais être assez grand pour vaincre la friction sur le guidage et garder le contact avec l'échantillon en cas de diminution de la pression ou de décharge. Ces deux exigences sont contradictoires.
- Les valeurs de la contrainte calculées à partir de la pression et de la hauteur du dôme sont très sensibles à l'erreur de mesure cette dernière en début d'essai. La détermination précise du zéro de déplacement du capteur est donc très importante.
- Enfin, sous pression nulle, une membrane initialement sous contrainte négative va flamber, et sa forme exacte sera très difficile à déterminer à priori. La mise en charge va causer un saut du capteur, puis le déplacement ultérieur de celui-ci ne suivra pas exactement la loi approximative déterminée à partir des équations polynomiales usuelles, ce qui rendra difficile l'ajustement des constantes C_1 et C_2 du modèle analytique. Une telle situation sera systématiquement rencontrée à la décharge, dès lors que l'échantillon (même sous contrainte initiale en traction) aura été déformé plastiquement en tension.

Le choix d'une méthode alternative de détermination de la forme, l'interférométrie 2D, permet de s'affranchir des défauts des capteurs ponctuels, au prix d'une complexité du traitement bien plus grande.

L'utilisation d'une surface de référence plane pour le faisceau de référence de l'interféromètre (c'est à dire l'absence de lentille à l'entrée du capteur) limite très vite la hauteur des dômes mesurables complètement, car le faisceau réfléchi par la membrane est trop divergent pour passer par la pupille d'entrée du capteur.

L'utilisation d'une ou plusieurs lentilles convergentes à l'entrée du capteur permet de surmonter cette difficulté, pour une gamme donnée de valeurs du rayon de courbure (ce qui impose d'utiliser plusieurs lentilles au cours d'un même essai.). L'image vue par le capteur CCD n'est pas directement celle de la membrane, mais celle d'une surface tridimensionnelle, la surface orthotomique de la membrane. La surface de référence à laquelle est comparée la membrane (ou plutôt sa surface orthotomique) n'est plus un plan mais une sphère, et ce sont les écarts de la surface orthotomique à cette sphère qui sont responsables de la différence de phase entre faisceau de référence et faisceau de mesure de l'interféromètre.

En tenant compte à la fois des propriétés optiques du montage, de la variation de l'intensité lumineuse passant par différents points de la surface orthotomique, de sa visibilité, et de sa hauteur, il est possible de reconstituer la forme tridimensionnelle de celle-ci sans à priori. Partant de cette forme, il est possible de simuler l'image détectée par le capteur. La forme de la membrane s'en déduit alors directement, et avec une bonne précision.

Dans sa version actuelle, implémentée sous Excel, cette procédure est néanmoins trop lourde pour permettre une reconstitution de la membrane en quelques secondes, temps à ne pas dépasser pour permettre l'utilisation du capteur dans la boucle de régulation du système. Une méthode de mesure simplifiée peut être donnée par la mesure directe de la forme et de la taille de l'image de la surface orthotomique par les capteurs CCD, qui, pour un système optique donné, varie linéairement avec la hauteur du dôme. Partant de cette donnée, on peut alors ajuster la pression différentielle sur la membrane avec une fréquence suffisante pour réguler la contrainte dans la membrane, par exemple pour réaliser un essai de fluage.

Les premiers tests réalisés sur des membranes élastiques (nitrure de silicium et silicium) montrent que l'appareil fonctionne, mais que les résultats bruts obtenus doivent être interprétés avec prudence. Les essais réalisés sur des membranes d'or montrent quant à eux

qu'il est possible de mesurer le début de la déformation plastique. Dans ce cas, la transition entre le comportement purement élastique et élasto – plastique est douce, et présente un taux de durcissement apparent très élevé: la plasticité macroscopique n'est pas atteinte, et seule une partie des grains (la population de plus grande taille) se déforme effectivement. Nos observations rejoignent donc les arguments théoriques qui présentent la loi de Hall –Petch comme un effet lié à la plasticité généralisée, et non à l'initiation de celle ci.

L'apport essentiel du présent montage devrait être sa capacité à tester des membranes réalisées à partir de films en compression (du fait de leur état initial ou d'une déformation plastique ultérieure). Les premières observations par microscopie optique réalisées sur des films d'or ou des membranes de silicium, qui montraient de nombreuses rides sur les bords des membranes, nous ont fait douter de la possibilité de réaliser des essais fiables, comme de la possibilité d'interpréter ces essais à l'aide de modèles mécaniques simples. Les premiers essais de calcul de la forme d'une membrane en utilisant des séries de Fourier (même si le nombre d'ondes maximal est actuellement limité par notre puissance de calcul) donnent des résultats cohérents avec ceux des modèles mécaniques simples (approximation polynômiale) pour les membranes sans contrainte, en traction, et en compression pour des pressions différentielles suffisantes. Les différences observées sur des membranes en compression aux faibles pressions différentielles sont liées à la présence d'ondulations de la surface qui ne peuvent pas être prises en compte par l'approximation polynômiale, mais sont observées expérimentalement (pour des nombres d'onde plus élevées que ceux que nous pouvons simuler cependant.) En dépit de sa lourdeur, seul le calcul en série de Fourier peut donc nous permettre d'aborder la transition entre les comportements élastique et élasto - plastique.

Un travail de développement instrumental ne présente d'intérêt que si l'instrument est utilisé. Pour ce faire, il reste à intégrer les procédures expérimentales définies ci-dessus dans le système de contrôle de l'appareil et à les valider. L'expérience nous montre que cette étape peut révéler des difficultés imprévues....

Le présent montage sera utilisé en priorité sur deux projets de l'équipe : la mesure des propriétés mécaniques (module d'Young, contrainte) de films utilisés pour la fabrication de micro-batteries dans le cadre d'un projet ANR, et surtout l'étude du comportement mécanique de membranes de silicium à haute température. Cette dernière étude présente bien sûr un

intérêt pour son application en microélectronique, mais surtout parce qu'elle permet de reprendre un problème ancien: le comportement mécanique d'un matériau modèle, dans des conditions de géométrie différentes : l'importance relative des différents mécanismes de la plasticité (glissement des dislocations, multiplication....) devrait y être différent, et les résultats qu'on espère obtenir sont du plus haut intérêt.

Annexe 1 : Aspect théorique de l'essai de gonflement.

Le problème de l'élasticité d'un corps à deux dimensions a été résolu grâce à la théorie des coques et des plaques développée par Euler puis Bernoulli (1770).

C'est à partir de ce modèle qu'Henky a écrit la première théorie sur le gonflement de membrane en 1915 **[A.1]**, en dérivant les équations de contrainte et de déformation tout en négligeant la résistance à la courbure.

Les premières expériences dans ce domaine ont été réalisées en 1959 par H. W. Beams **[A.2]**. Les premiers essais, obtenus sur des membranes circulaires d'or, furent peu satisfaisants, notamment à cause de la difficulté de préparation et de fixation des échantillons, mais aussi à cause de la difficulté d'analyse des résultats.

Il faut attendre la fin du vingtième siècle et les progrès technologique en micro-usinage du silicium pour que l'essai de gonflement devienne aussi fiable que les autres techniques de mesure à petite échelle. Par ailleurs que les travaux de Timoshenko **[A.3]**, Vlassak et Nix **[I.48]** ont permis de traiter le cas des films carrés et rectangulaires soumis à une contrainte résiduelle.

E	Module d'Young
υ	Cœfficient de Poisson
M	Module biaxial
t	Epaisseur du film
h	Déflection
a	Demi-largeur de la membrane
R	Rayon de courbure
p	Pression
σ_0	Contrainte résiduelle
ε_0	Déformation résiduelle
$u(x)$	Déplacement suivant x
$v(y)$	Déplacement suivant y
$h(z)$	Déplacement perpendiculaire au plan de la membrane
$\sigma_{xx}, \varepsilon_{xx}$	Contrainte et déformation du film suivant x
$\sigma_{yy}, \varepsilon_{yy}$	Contrainte et déformation du film suivant y
γ_{xy}	Cisaillement
U	Energie de déformation élastique
W	Travail dû à l'application de la Pression
E_p	Energie potentielle
C_1, C_2	Constantes de l'équation de gonflement

Tableau A.1. Nomenclature utilisée pour la théorie des plaques.

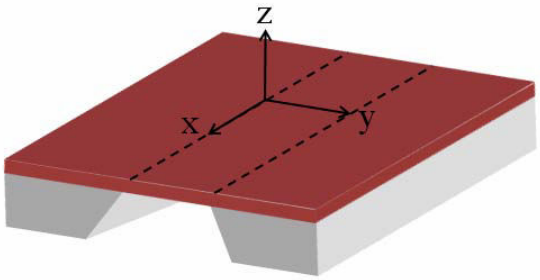


Figure A.1. Référentiel utilisé pour l'application de la théorie des plaques sur une membrane carrée et rectangulaire.

A.1.1. Théorie des plaques pour les grandes déflections appliquées aux membranes.

La théorie des plaques, dans le cas d'une membrane carrée ou rectangulaire soumise à une pression uniforme, aboutit à une équation aux dérivés partielles d'ordre quatre. Pour contourner ce problème, Timoshenko **[A.3]** utilise la méthode de minimisation de l'énergie permettant de simplifier les équations. Cette méthode s'appuie sur le fait que tout système en position d'équilibre possède une énergie potentielle minimale.

Les hypothèses sont les suivantes :

- Le matériau est isotrope.
- Les cisaillements γ_{xz} et γ_{xy} sont négligeables ainsi que la variation de la déformation ε_z suivant l'épaisseur.
- La contrainte normale au plan de la membrane (σ_z) est très petite par rapport aux autres composantes.
- La rigidité à la flexion est considérée comme négligeable pour les grandes déflections (h>>t). (Cette hypothèse n'est plus vérifiée aux bords de la membrane.)

Le but est de trouver des champs de déplacement u(x,y), v(x,y) et h(x, y) (en x, y et z respectivement) qui satisfassent les conditions limites ainsi que les conditions d'équilibre.

A.1.2. Déformation d'une membrane.

Le figure A.2 montre de manière détaillée la méthode utilisée pour calculer l'allongement d'un segment AB:

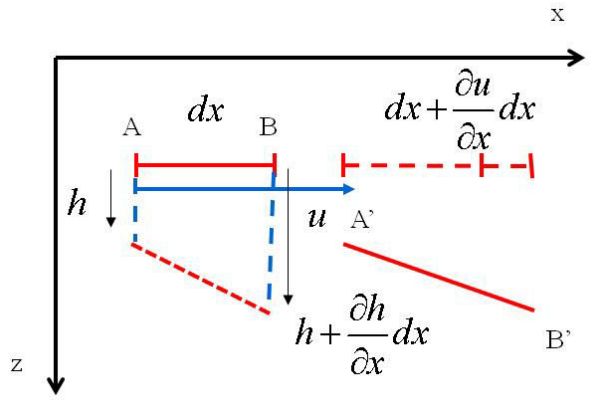


Figure A.2. Déplacement et allongement d'une membrane.

Le segment AB, de longueur initiale $l = dx$ est déplacé en A'B'. La projection suivant x de A'B' a une longueur $dx' = dx + \frac{\partial u}{\partial x} dx$. Sa projection suivant z est : $dz' = \frac{\partial h}{\partial x} dx$. Si la pente $\frac{\partial h}{\partial x}$ reste faible, la longueur finale du segment sera:

$$l' = \left[\left(dx + \frac{\partial u}{\partial x} dx \right)^2 + \left(\frac{\partial h}{\partial x} dx \right)^2 \right]^{1/2} \approx dx \left(1 + \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial h}{\partial x} \right)^2 \right) \tag{A.1}$$

et l'allongement

$$\varepsilon_x \approx \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial h}{\partial x} \right)^2 \tag{A.2}$$

Il en va de même pour le calcul de ε_y et γ_{xy} :

$$\begin{aligned} \varepsilon_y &\approx \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial h}{\partial y} \right)^2 \\ \gamma_{xy} &\approx \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial h}{\partial x} \frac{\partial h}{\partial y} \end{aligned} \tag{A.3}$$

Dans le cas de grandes déformations, il peut être nécessaire d'utiliser:

$$\varepsilon_x = \left[\left(1 + \frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial h}{\partial x} \right)^2 \right]^{1/2} - 1 \tag{A.4}$$

A.1.3. Choix des fonctions u, v, h.

Les fonctions u(x,y), v(x,y) et h(x,y) doivent satisfaire plusieurs conditions aux limites:

1; Continuité du déplacement aux bords de la membrane

2; Continuité de la pente au bord de la membrane

3; Symétrie de la contrainte et de la déformation vis à vis de la membrane

La première condition est évidente : elle suppose simplement l'intégrité de la membrane. La deuxième condition est juste en rigueur, mais est habituellement relaxée dès le côté de la membrane est grand vis à vis de son épaisseur. La troisième condition n'est pas imposée par la géométrie du système (en cas de flambage de la membrane sans pression appliquée, par exemple), mais permet de simplifier la forme des fonctions u, v, et h, et de diminuer le nombre de paramètres d'ajustement.

Timoschenko propose deux types de fonctions u, v, w respectant la première et la troisième condition :

- Des polynômes :

$$u = A\frac{x}{a^5}(a^2 - x^2)(b^2 - y^2) + \varepsilon_0 x$$
$$v = B\frac{y}{a^5}(a^2 - x^2)(b^2 - y^2) + \varepsilon_0 y$$
$$h = h_0\frac{1}{a^4}(a^2 - x^2)(b^2 - y^2)\left(1 + \frac{R}{a^2}(x^2 + y^2)\right) \quad \text{(A.5)}$$

qui dépendent des paramètres A, B, h_0 et R. x est compris entre –a et a, y entre –b et b. ε_0 est la déformation initiale du film vis à vis du substrat en compression ($\varepsilon_0 < 0$) ou en traction ($\varepsilon_0 > 0$). Le paramètre R, compris entre -1 et 1, donne la forme du sommet de la membrane. L'avantage principal de ces expressions est leur (relative) simplicité, le petit nombre de paramètres ajustables, et leur capacité à rendre compte de la plupart des situations. (Les cas de fort flambage exceptés.) Elles restent néanmoins approximatives, et ne permettent pas de trouver une solution exacte du système. La plupart des expressions analytiques utilisées par les utilisateurs du bulge test sont adaptées à partir de ces solutions.

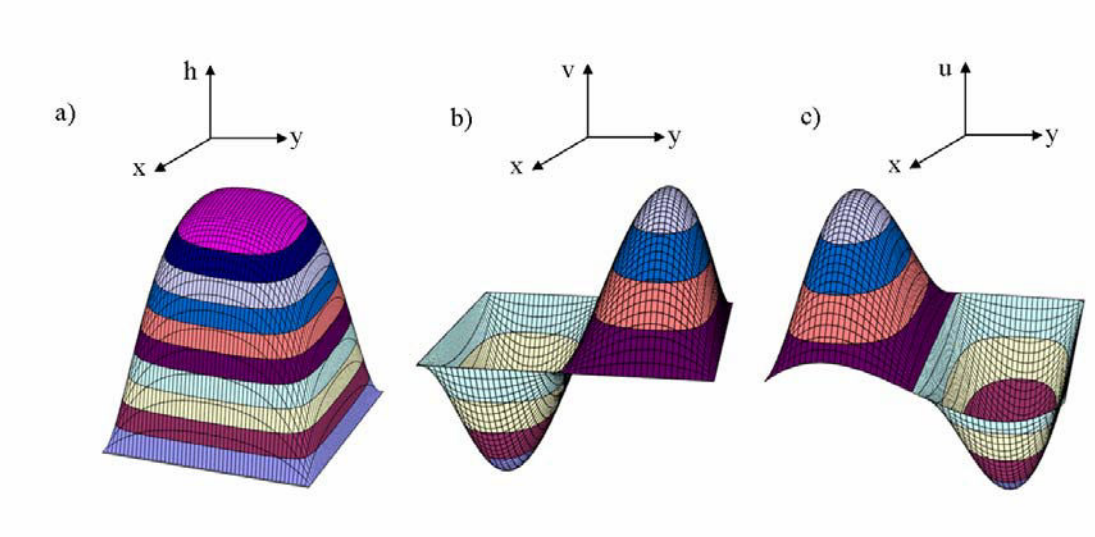


Figure A.3. Profils de déplacement w a), u b), et v c) sans déformation initiale

- Une décomposition en série de Fourier qui sera abordée en *Annexe 2*.

A.1.4. Minimisation de l'énergie.

La méthode de résolution proposée par Timoshenko est la minimisation de l'énergie. Celle – ci est la somme de trois termes:

Allongement de la membrane:

$$U = \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint (\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + 2\nu\varepsilon_x\varepsilon_y + \frac{1}{2}(1-\nu)\gamma_{xy}^2)dxdy \tag{A.6}$$

$$\begin{aligned} U = {} & \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint \left(\frac{\partial u}{\partial x}\right)^2 + \frac{\partial u}{\partial x}\left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^4 + \left(\frac{\partial v}{\partial y}\right)^2 + \frac{\partial v}{\partial y}\left(\frac{\partial h}{\partial y}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\partial h}{\partial y}\right)^4 \\ & + 2\nu\left(\frac{\partial u}{\partial x}\frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial h}{\partial y}\right)^2 \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^2 \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{4}\left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^4 + \frac{1}{4}\left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^2\left(\frac{\partial h}{\partial y}\right)^2\right) \\ & + \frac{1}{2}(1-\nu)\left(\left(\frac{\partial u}{\partial y}\right)^2 + 2\frac{\partial u}{\partial y}\frac{\partial v}{\partial x} + 2\frac{\partial u}{\partial y}\frac{\partial h}{\partial x}\frac{\partial h}{\partial y} + 2\frac{\partial v}{\partial x}\frac{\partial h}{\partial x}\frac{\partial h}{\partial y} + \left(\frac{\partial h}{\partial x}\frac{\partial h}{\partial x}\right)^2\right)dxdy \end{aligned} \tag{A.7}$$

Torsion de la membrane :

$$V = \frac{Et^3}{24(1-\nu^2)} \iint \left\{ \left(\frac{\partial^2 h}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 h}{\partial y^2}\right)^2 - 2(1-\nu)\left[\frac{\partial^2 h}{\partial x^2}\cdot\frac{\partial^2 h}{\partial y^2} - \left(\frac{\partial^2 h}{\partial x \partial y}\right)^2\right]\right\} dxdy \tag{A.8}$$

Travail des forces de pression :

$$W = \iint ph(x,y)dxdy \tag{A.9}$$

où l'intégration s'étend à toute la surface de la membrane.

L'énergie potentielle totale de la membrane est égale à l'énergie de déformation et de torsion moins le travail (W) dû à l'application d'une pression uniforme :

$$P = U + V - W \tag{A.10}$$

Le terme de torsion V, prédominant dans le cas des petites déformations, ou dans le cas où le côté de la membrane n'est pas grand vis-à-vis de son épaisseur, est négligeable vis-à-vis de U dans notre cas.

Pour que l'énergie potentielle soit minimale, les dérivées partielles de P par rapport à chacun des paramètres doivent être nulles. (Théorème des travaux virtuels: $\delta P = 0$)

On obtient un système de n équations couplées non-linéaires à n inconnues. Dans le cas d'une solution polynomiale, on a quatre équations sur A, B, h_0 et R. la résolution de ce système aboutit à l'équation suivante :

$$p = C_1 \frac{Et}{a^4(1-\nu)} h^3 + C_2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h \tag{A.11}$$

avec $\sigma_0 = \frac{E}{1-\nu}\varepsilon_0$ pour une membrane carrée et $\sigma_0 = \frac{E}{1-\nu^2}\varepsilon_0$ pour une membrane rectangulaire.

Le premier terme, en h^3, de l'équation correspond à la pression appliquée pour étirer la membrane. Il dépend du module d'Young et de l'épaisseur du film. Le second terme, en h, correspond à la pression appliquée pour compenser la contrainte résiduelle présente initialement dans le film.

Les coefficients C_1 et C_2 dépendent de la géométrie de la membrane et du coefficient de poisson ν. Elles sont déterminées numériquement dans le cas d'une membrane carrée et analytiquement de manière approximative pour une membrane rectangulaire infiniment longue **[A.3].**

A.1.5. Membrane carrée.

Les membranes carrées présentent un inconvénient : la géométrie de la membrane engendre un état de contrainte biaxial en tout point, rendant le problème difficile à traiter. La contrainte et la déformation varient avec la position.

En appliquant la méthode de minimisation d'énergie décrite précédemment, on obtient les les constantes C_1 et C_2 en accord avec les expériences. Les valeurs ou expressions de ces constantes diffèrent d'un auteur à l'autre puisqu'elles dépendent des hypothèses de départ mais également des vecteurs de déplacement utilisé. Le tableau suivant répertorie les différentes constantes calculées pour une membrane carrée suivant les auteurs.

Type de modèle	C_1	C_2
Vlassak, Timoshenko (minimisation de l'énergie + solution analytique)	1.993-0.613ν	3.393
Pan (éléments finis)	1.981-0.585ν	3.41

Tableau A.2. Constante C_1 et C_2 pour une membrane carrée.

En comparant ces deux solutions théoriques, on remarque les constantes C_2 sont très proches, elles prédisent donc la même influence de la contrainte résiduelle. Pour ce qui est de la constante C_1, elles varient avec le coefficient de poisson v qui se justifie par la variation du module biaxiale $\left(Y = \frac{E}{1-\nu}\right)$ avec v. Les valeurs de C_2 calculées par ces deux modèles sont également très proches. Nous avons choisi dans cette étude d'utiliser les résultats de Vlassak pour les membranes carrées.

A.1.6- Membrane rectangulaire infiniment longue.

Une membrane rectangulaire est considérée comme étant infiniment longue suivant x lorsque le rapport entre la longueur $2b$ et la largeur $2a$ est supérieur à 4 **[A.3]**. Dans ce cas, au milieu de la membrane, la contrainte et la déformation de la membrane sous pression sont uniformes dans la largeur. Le rayon de courbure en y est infini et l'élongation selon la direction y (hors le terme de déformation initiale) peut être négligée. Le problème se résume à un problème à 2D de déformation plane.

En l'absence de contraintes résiduelles, on suppose que la membrane rectangulaire gonflée a la forme d'un demi-cylindre (fig.A.4).

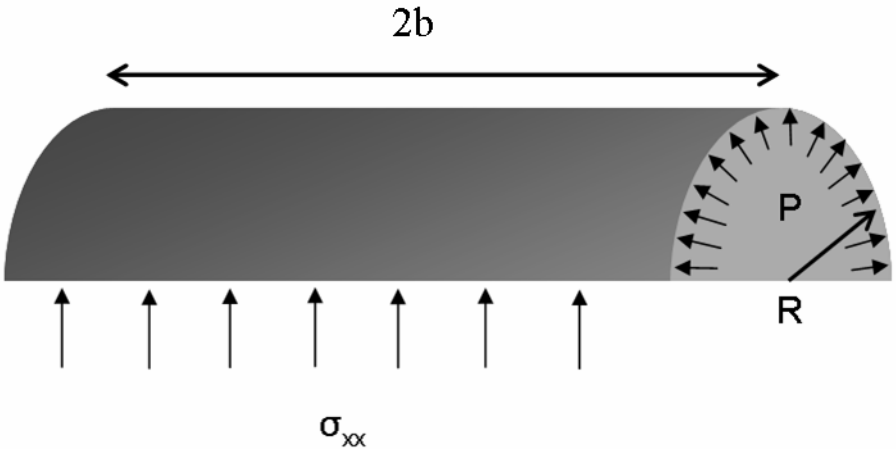


Figure A.4. Membrane rectangulaire soumise à une différence de pression uniforme.

La contrainte σ_{xx} exercée sur les parois du cylindre sous une pression P peut se calculer en effectuant le bilan des forces sur ce cylindre :

$$2R \cdot 2b \cdot p = 2 \cdot 2bt\sigma_{xx} \tag{A.12}$$

Soit :

$$\sigma_{xx} = \frac{pa^2}{2ht} \text{ avec } R \approx \frac{a^2}{2h} \tag{A.13}$$

La déformation du film est donnée par :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{R\theta - a}{a} = \frac{R\theta}{a} - 1$$

$$\sin\theta = \frac{a}{R} = \theta - \frac{\theta^3}{6} \text{ soit } a = R\left(\theta - \frac{\theta^3}{6}\right)$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{R\theta}{R\theta\left(1 - \frac{\theta^2}{6}\right)} - 1$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\theta^2}{6} \text{ avec } \theta = \frac{a}{R}$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} \tag{A.14}$$

La relation entre contrainte et déformation pour une membrane rectangulaire :

$$\sigma_{xx} = \frac{1}{1-\nu^2}\varepsilon_{xx}, \varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} \tag{A.15}$$

En remplaçant ε_{xx} dans l'équation précédente et en utilisant la relation (A.13) on obtient l'expression suivante entre pression et déflection pour une membrane rectangulaire sans contrainte résiduelle :

$$p = \frac{E}{(1-\nu)^2}\frac{4h^3 t}{3a^4} \tag{A.16}$$

Dans le cas où il y a une contrainte résiduelle dans le film, les conditions de déformation plane ne sont plus respectées. On a alors $\varepsilon_{yy}=\varepsilon_0$.

Pour un matériau isotrope, la déformation élastique peut être décrite en appliquant la loi de Hooke :

$$E\varepsilon_{ij} = (1+\nu).\sigma_{ij} - \nu\sigma_{kk}\delta_{ij}$$

$$\text{Pour i}\neq\text{j}\ \ \delta_{ij} = 0$$

$$\text{Pour i=j}\ \ \delta_{ij} = 1$$

Dans le cas d'un film mince où $\sigma_{zz}=0$,

$$E\varepsilon_{yy} = \sigma_{yy} - \nu\sigma_{xx} \text{ soit } \sigma_{yy} = E\varepsilon_0 + \nu\sigma_{xx}$$

Et :

$$E\varepsilon_{xx} = \sigma_{xx} - \nu\sigma_{yy}$$

Soit :

$$E\varepsilon_{xx} = \sigma_{xx} - \nu\left(E\varepsilon_0 + \nu\sigma_{xx}\right)$$

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\sigma_{xx}(1-\nu^2)}{E} - \nu\varepsilon_0 \tag{A.17}$$

La déformation ε_{xx} peut également s'exprimer en fonction de la déflection :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{2h^2}{3a^2} + \varepsilon_0 \tag{A.18}$$

Remarque : La relation obtenue précédemment pour σ_{xx} reste toujours valide puisqu'elle est basée sur le bilan des forces exercées sur la membrane.

$$\sigma_{xx} = \frac{pa^2}{2ht} \tag{A.19}$$

En égalisant les expressions A.17 et A.18 on aboutit à l'expression de la pression en fonction de la déflection pour une membrane rectangulaire comportant des contraintes résiduelles.

$$p = \frac{E}{1-\nu^2}\frac{4h^3}{3a^4} + \frac{2ht\sigma_0}{a^2} \tag{A.20}$$

Avec : $C_1 = \frac{4}{3}\frac{E}{1-\nu^2}$, et $C_2 = 2$

Annexe 2 : Utilisation des séries de Fourier

A.2.1.Coefficients des séries

Comme nous l'avons évoqué dans l'annexe précédente les fonctions u, v, et h peuvent être définies par des polynômes (*Annexe* 1) ou par des séries de Fourier abordé dans les paragraphes qui suivent.

On considère une membrane carrée de coté a ou rectangulaire de côtés a et b, dont les axes x et y sont parallèles aux deux côtés de la membrane, on peut décomposer le déplacement suivant x, y et z en utilisant des séries de Fourrier. L'objectif est de calculer en tous points u (x, y), v (x, y) et h (x, y). A partir de ces résultats on peut par la suite remonter à ε_x ε_y γ_{xy} à partir des relations (8) et (9) définies dans l'*annexe 1* et de calculer le minimum d'énergie E_p.

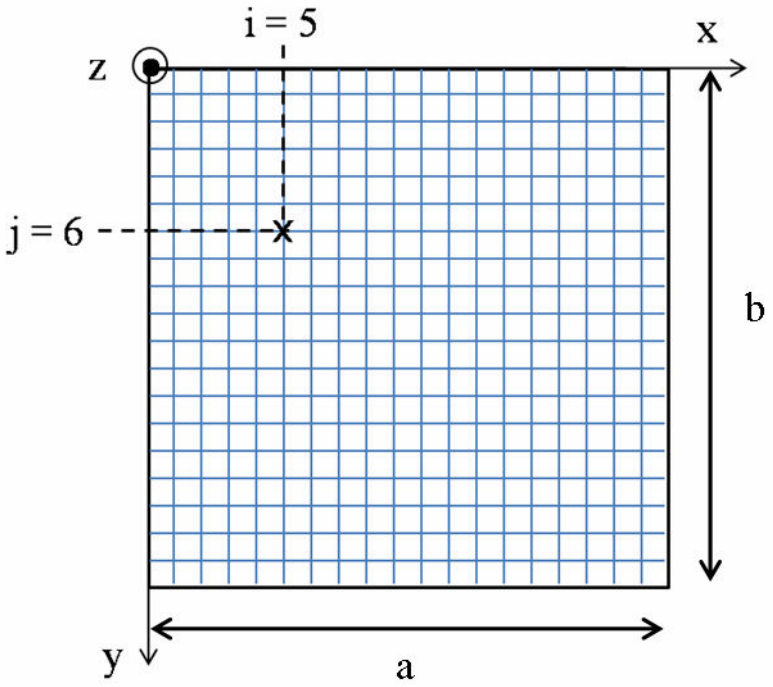


Figure A.5. Maillage d'une membrane.

A.2.2- Déplacement suivant z

Le déplacement suivant z peut se décomposer de la manière suivante :

$$h = \sum_{ij} h_{ij} \sin\left(\frac{i\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{j\pi y}{b}\right)$$

Pour les i et j impairs, lorsqu'une pression est appliquée (fig.A.6), on observe un changement de volume de la membrane (i.e. de l'aire sous la courbe fig.A.6). En revanche, l'aire sous une courbe définie par i ou j pair sera nulle. Dans le premier cas, il y aura couplage avec la pression appliquée, dans le second non. En conséquence, et bien qu'une solution complète du problème nécessite en rigueur l'utilisation de tous les coefficients de la série, on se bornera ici aux coefficients i et j impairs.

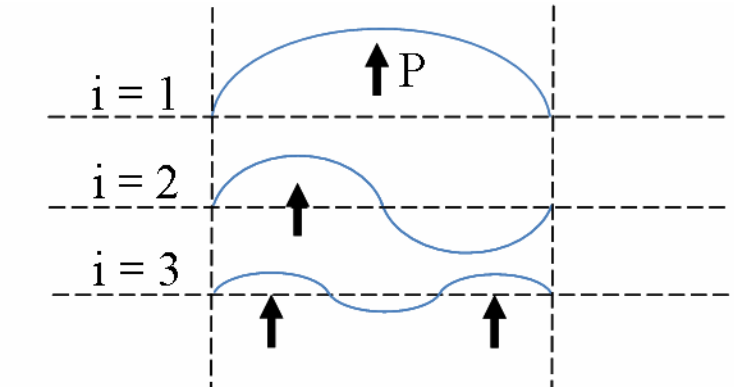


Figure A.6. Déplacement suivant z en fonction de i

Aux bords de l'échantillon, nous avons un cas particulier puisque à cet endroit il y a un changement brutal de pente. Une des manières possibles de traiter ce problème est d'imposer une dérivée nulle aux bords de la membrane

$$\frac{dh}{dx} = \sum_{ij} h_{ij} \frac{i\pi}{a} \cos\left(\frac{i\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{j\pi y}{b}\right) = 0$$

(quels que soient y et j)

$$\sin\left(\frac{j\pi y}{b}\right) \sum_{i} h_{ij} \frac{i\pi}{a} = 0$$

$$\sum_{i} h_{ij} \frac{i\pi}{a} = 0$$

quel que soit j. (Cette condition n'a pas été utilisée par la suite.)

A.2.3- Déplacement suivant x et y

De la même manière on peut décomposer le déplacement en x et y en utilisant les séries de Fourier :

$$u = \sum_{kl} u_{kl} \sin\left(\frac{k\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{l\pi y}{b}\right) + \varepsilon_0 x$$

$$v = \sum_{mn} v_{mn} \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) + \varepsilon_0 y$$

Suivant la direction x (y) l'élongation ε_x (ε_y) doit être symétrique. La figure A.7 représente le déplacement selon la direction x. Dans le cas ou k est égal à 1, on a une zone en traction qui correspond à $\frac{\partial u}{\partial x} \succ 0$ et une zone en compression où $\frac{\partial u}{\partial x} \prec 0$. Pour cette valeur, le profil n'est pas symétrique. En revanche pour k = 2, le profil est symétrique. Il faut donc considérer le cas des indices k pairs.

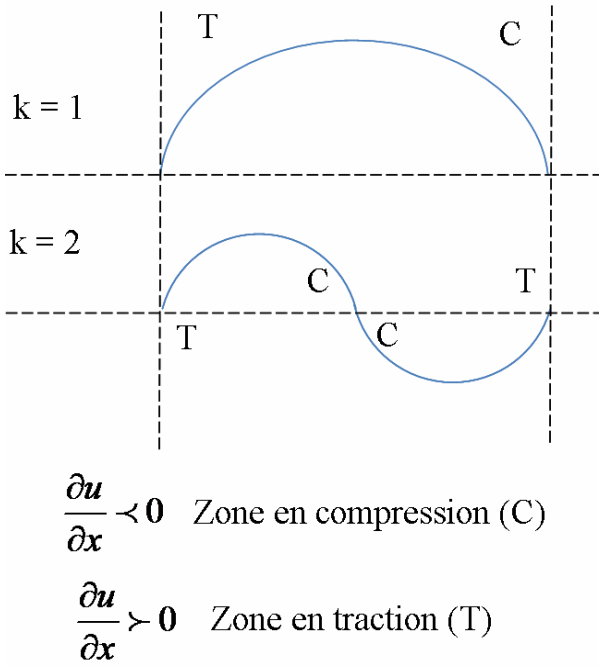


Figure A.7. Déplacement suivant la direction x en fonction de k

En revanche, pour l'indice l suivant y, il faut considérer :

$$u(y) = u(b - y)$$

Soit, pour tout k :

$$\sum_l \sin\left(\frac{l\pi y}{b}\right) = \sum_l \sin\left(\frac{l\pi(b-y)}{b}\right)$$

Cette condition n'est remplie que pour l impair. Il en va de même pour v, on ne considèrera que les déplacements où m est pair et n est impair.

Pour le déplacement v(x,y), la condition est identique :

- m pair
- n impair

A.2.4. Mise en place du calcul et résultats

Le système a été implémenté sous Excel, avec un maillage 100*100, pour trois fois 10*10 coefficients. En utilisant le solveur *Excel*, on cherche le minimum de l'énergie potentielle. Grâce à cette technique on devrait être capable de traiter le cas de membranes précontraintes.

Des séries de simulations ont été faites et comparées aux résultats obtenus en utilisant l'expression qui relie pression et déflexion pour des membranes carrées (fig.A.8) et rectangulaires (fig.A.9) pour des déformations initiales et des pressions différentes.

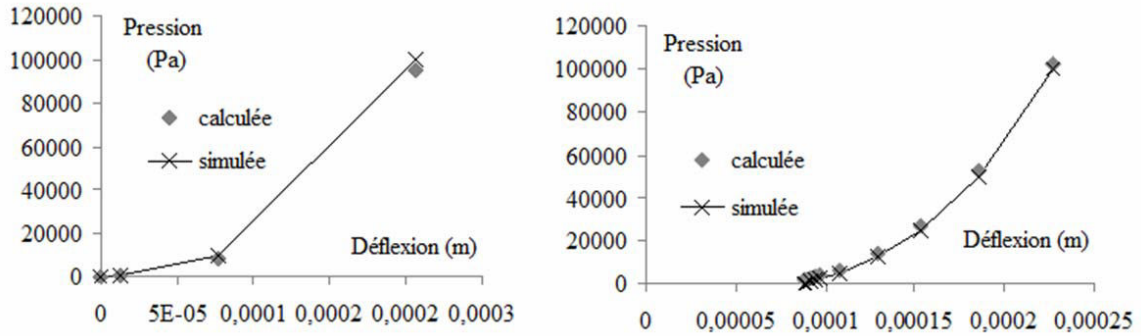


Figure A.8. Courbes pression déflexion pour une membrane carrée.

A gauche $\varepsilon_0 = 0.001$, à droite $\varepsilon_0 = -0.001$.

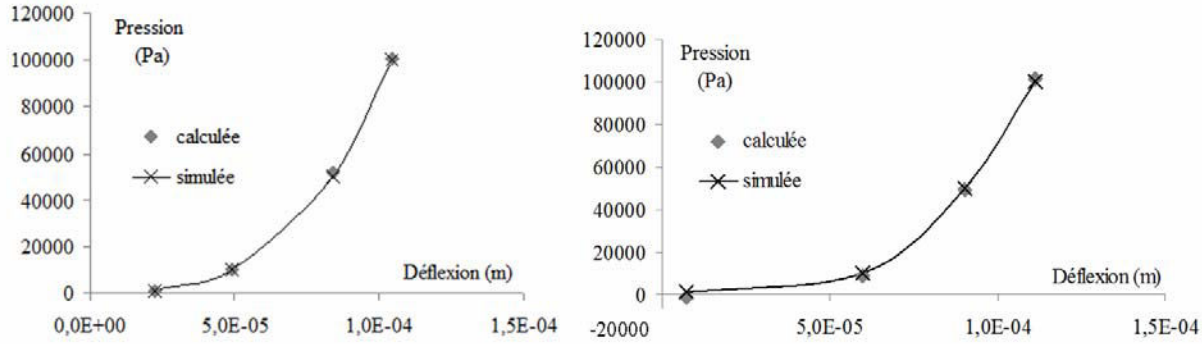


Figure A.9. Courbes pression déflexion pour une membrane rectangulaire.

A gauche $\varepsilon_0 = 0$, à droite $\varepsilon_0 = -0.001$

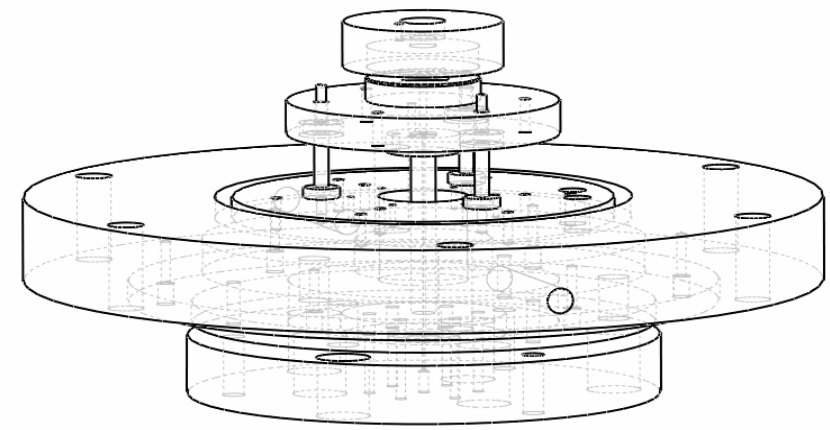
La comparaison des simulations nous montre que:

- les valeurs de pressions - déflexions sont du même ordre de grandeur,

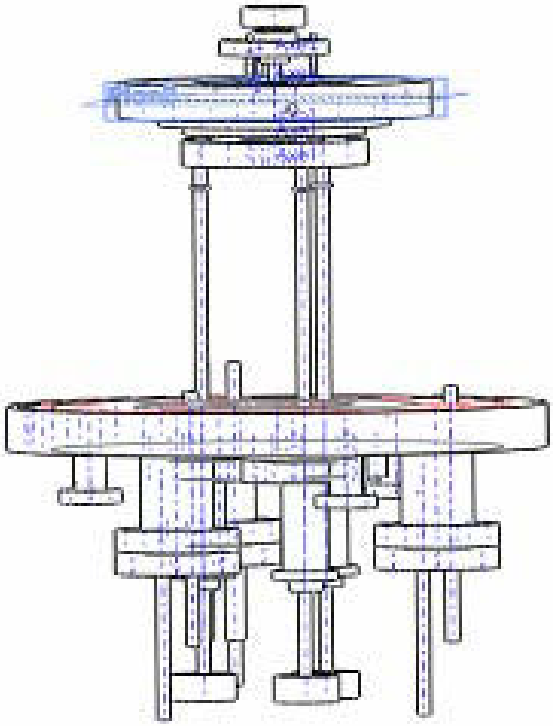
- la géométrie de la membrane n'influence pas la validité des mesures puisqu'elles restent très proche des valeurs calculées dans les deux cas,
- pour une membrane sans contrainte initiale (fig.A.9, à gauche), les deux courbes se superposent sauf pour les grandes pressions (supérieur à 50 000 Pa),
- pour une contrainte résiduelle de compression (fig.A.8 et A.9, à droite), on note un petit décalage pour les petites déflexions. Le calcul à partir de la formule a tendance à surestimer la déflexion,
- pour les contraintes de traction, comme dans le cas d'une contrainte initiale nul, pour les grandes pressions le décalage entre les deux méthodes est plus important.

Annexe 3 : Plan du banc d'essai de gonflement

A.3.1. Porte



A.3.2. Bulge test



Annexe 4 : Equation de la caustique

$$Z = \frac{2}{A}\left(\frac{2hx^2\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)\right)}+\frac{2hxy\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)\right)}+z\right)$$

$$X = \frac{-2\left(\frac{2hx\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)}{\left(R\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)-\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)\right)}\right)}{A}\left(\frac{2hx^2\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)\right)}+\frac{2hxy\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)\right)}+z\right)$$

$$Y = \frac{-2\left(\frac{2hy\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)}{\left(R\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)-\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)\right)}\right)}{A}\left(\frac{2hx^2\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)\right)}+\frac{2hxy\left(1-\frac{x^2}{a^2}\right)}{\left(\left(1+\frac{Rx^2}{a^2}+\frac{Ry^2}{a^2}\right)-R\left(1-\frac{y^2}{a^2}\right)\right)}+z\right)$$

Annexe 5 : Calcul du chemin optique

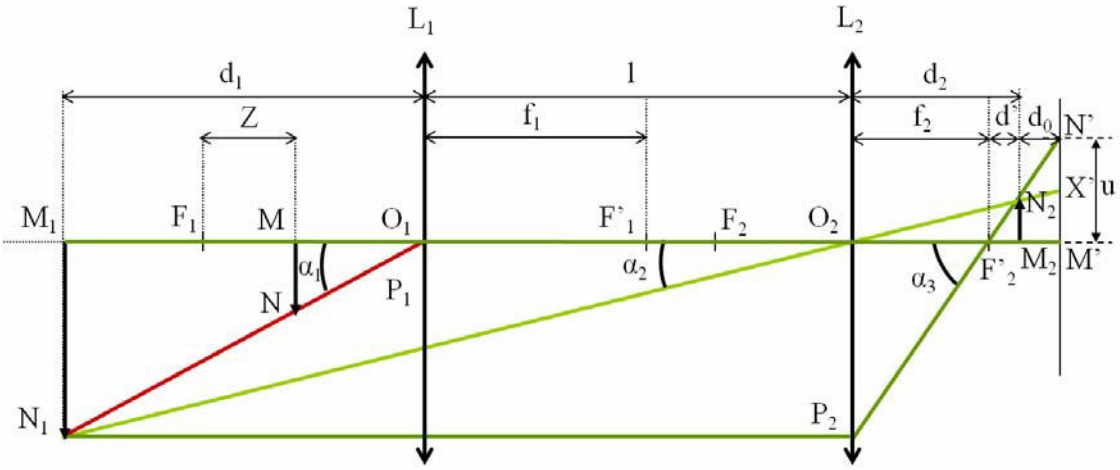


Figure A.10. Construction de l'image M_2N_2

A.5.1-Calcul de α_3

Pour un angle α_3 petit on a :

$$\tan(\alpha_3) = \frac{u}{(d'+d_0)}$$

$$\alpha_3 \approx \frac{u}{i} \qquad \text{(A.21)}$$

A.5.2- Calcul de α_2

Pour calculer cet angle, on considère le triangle $O_2M_2N_2$:

$$\tan(\alpha_2) = \frac{M_2N_2}{M_2O_2} \approx \alpha_2 \qquad \text{(A.22)}$$

Avec :

$$\alpha_3 \approx \frac{M_2N_2}{d'} \text{ et } M_2O_2 = f_2 + d'$$

Soit en remplaçant dans l'expression (A.22)

$$\alpha_2 = \frac{\alpha_3 d'}{(f_2 + d')}$$

$$\alpha_2 = \frac{ud'}{(d'+d_0).(d'+f_2)}$$

En remplaçant d' par $d'=\dfrac{f_2^2}{l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2}$ dans la relation précédente on obtient :

$$\alpha_2=\frac{uf_2^2}{\left(l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2\right).(d'+d_0)\left(f_2+\dfrac{f_2^2}{l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2}\right)}$$

$$\alpha_2=\frac{Zf_2u}{(lz+f_1^2-f_1z).(d'+d_0)} \qquad \text{(A.23)}$$

A.5.3-Calcul de α_1

Dans le triangle $O_1M_1N_1$:

$$\tan(\alpha_1)=\frac{M_1N_1}{M_1O_1}\approx\alpha_1$$

Avec :

$$\alpha_2=\frac{M_1N_1}{(l+d_1)} \text{ et } M_1O_1=d_1$$

Soit :

$$\alpha_1=\frac{\alpha_2(l+d_1)}{d_1}$$

$$\alpha_1=\frac{ud'.(l+d_1)}{(d'+d_0)d_1.(f_1+d')}$$

On remplace d_1, et d' par :

$$d_1=\frac{f_1(f_1-z)}{z} \text{ et } d'=\frac{f_2^2}{l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2}$$

On aboutit à la relation suivante :

$$\alpha_1=\frac{uf_2^2\left(l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}\right)z}{\left(l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2\right).(d'+d_0)f_1(f_1-z)\left(f_2+\dfrac{f_2^2}{l+\dfrac{f_1.(f_1-z)}{z}-f_2}\right)}$$

$$\alpha_1 = \frac{Zf_2 u}{(f_1 - z) f_1 (d' + d_0)} \qquad \text{(A.24)}$$

A.5.4-Calcul de MN

Dans le *chapitre 2* nous avons vu que :

$$MN = \cos(\alpha_1).(f_1 - z)$$

Si α_1 est très petit alors

$$MN = \alpha_1.(f_1 - z)$$

En introduisant la relation (A.24), l'expression devient :

$$MN = \frac{uf_2^2\left(l + \frac{f_1.(f_1 - z)}{z}\right)z}{\left(l + \frac{f_1.(f_1 - z)}{z} - f_2\right).(d' + d_0) f_1\left(f_2 + \frac{f_2^2}{l + \frac{f_1.(f_1 - z)}{z} - f_2}\right)}$$

Soit :

$$MN = \frac{zf_2 u}{f_1 (d' + d_0)} \text{ (A.25) et } u = \frac{f_1 (d' + d_0)}{f_2 z} \text{ (A.26)}$$

Bibliographie

[I.1] S. Andrieu, P. Muller. Les surfaces solides : concepts et méthodes. Paris : EDP Sciences, CNRS édition, 2005

[I.2] F.C. Frank, J.H Van Der Merwe, *Proceeding of the Royal Society : A*. 198, 205-216, 1949

[I.3] M. Volmer. *Kinetik Der Phasen Bildung*. Steinkopf, Dresden, 1939

[I.4] I. N. Stranski, L. Krastanov, *Sitzber. Akad. Wiss Wien*, B 146, 797-810, 1938

[I.5] C. R. M. Grovenor, H. T. G. Hentzell, D. A. Smith. *Acta Metallurgica*. 32 (5), 773-781, 1983

[I.6] B. A. Movchan and A. V. Demchishin. *Physics of Metals and Metallography*, 28, 83-90 1969

[I.7] J. A. Thornton. *Annual* Review of Materials *Science*. **7**, 239-260, 1977

[I.8] L. B Freund, S. Suresh. *Thin film materials, stress defects formation and surface evolution*. 1ère éd. Cambridge university, 2003

[I.9] A. Karimi, O. R. Shojaei, T. Kruml, J. -L. Martin. *Thin film solid*. 308-309, 334-339, 1997

[I.10] O. R. Shojaei, A. Karimi. *Thin film solid*. 332, 202-208, 1998

[I.11] J. Greiser, D. Müller, P. Müllner, C. V.Thompson, E. Arzt. *Scripta Materiala*. 41 (7), 709, 1999

[I.12] C. Coupeau. *Thin Solid Films*. 406,190-194, 2002

[I.13] M. K. Small, W. D. Nix. *Journal of Material Research*. 7 (6), 1553-1563, 1992

[I.14] S. Basrour, L. Robert, P. Delobelle. *Materials Science and Engineering : A*. 288, 160-163, 2000

[I.15] Y. Xiang, X. Chen, J. J. Vlassak. *Materials Research Society*. 695, L491-496, 2002

[I.16] M. Dietiker, R. D. Nyilas, C. Solenthaler, R. Spolenak. *Acta Materiala*. 56 (15), 3887-3899, 2008

[I.17] C. Coupeau, P. Goudeau, L. Belliard, M. George, N. Tamura, F. Cleymand, J. Colin, B. Perrin, J. Grilhé. *Thin Solid Films*. 469-470, 221-226, 2004

[I.18] V. M. Paviot, J. J. Vlassak, W. D. Nix. *Materials Research Rociety Symposium Proceeding*. 356, 579-584, 1995

[I.19] C. V. Thomson, R. Carel. *Journal of Mechanics and Physics Solids*. 44 (5), 657-673, 1996

[I.20] R. D. Emery, G. L. Povrik. *Acta Materiala*. 51 (7), 2067-2078, 2003

[I.21] H. D. Espinosa, B. C. Prorok, B. Peng. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*. 52 (3), 667-685, 2004

[I.22] J. Friedel. *Dislocations*. NewYork. 1ère éd. Pergamon press ltd, 1964

[I.23] L. Priester. *Les joints de grains de la théorie à* l'ingénierie. Paris. EDP sciences, 2006

[I.24] W. D. Nix. *Metallurgical and Materials Transactions*. 20, 2217-2245, 1989

[I.25] L. B. Freund**.** *Journal of Applied Mechanics*. 54 (3), 553-564, 1987

[I.26] J. W. Matthews, A. E. Blakeslee. *Journal of Crystal Growth*. 27, 118-125, 1974

[I.27] J.W. Matthews, J.L. Crawford. *Thin solid films*. 5(3),187-198,1970

[I.28] J. P. Hirth, J. Loth. *Theory of dislocations*. New York. McGraw-Hill, 1968

[I.29] F. Louchet, Philosophical Magazine. 43 (5), 1289-1297, 1981

[I.30] F. C. Frank and W. T. Read. *Phyical review*. 79(4), 722-723, 1950

[I.31] E. Artz. *Acta Materiala*. 46 (16), 5611-5628, 1998

[I.32] A. H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter. *Scripta Metallurgica*. 23 (10), 1679, 1989

[I.33] T. G. Nieh, J. Wadsworth. *Scripta Metallurgica and Materiala*. 25 (4), 955-958, 1991

[I.34] S. P. Backer. *Materials Science and Engineering : A*. 319-321, 16-23, (2001)

[I.35] J. R. Weertman. *Materials Science and Engineering : A*. 166, 161-167, 1993

[I.36] T. Volpp, E. Göhring, W. M. Kurschke and E. Artz. *Nanostructured Materials*. 3, 161-168, 1993

[I.37] G. E. Fougere, J. R. Weertman, R. W. Siegel. *Nanostructured Materials*. 3, 379-384, 1993

[I.38] Z. Shan, S. K. Sitaraman. *Thin solid film*, 437, 176-181, 2003

[I.39] G. M. Pharr, W. C. Oliver, F. R. Brotzen. *Journal of Material Research*. 7 (3), 613-617, 1992

[I.40] G. G. Stoney, *Proceeding of the Royal Society : A*. 82, 172-175, 1909

[I.41] A. Mézin. *Surface and Coating technology*. 200, 5259-5267, 2006

[I.42] N. Guyot, Y. Harmand, A. Mézin. *International Journal of Solids and Structures*. 41, 5143-5154, 2004

[I.43] M. Legros**,** G. Dehm, R. M. Keller-Flaig, E. Arzt, K. J. Hemker, S. Suresh. *Materials Science and Engineering : A*. 309-310, 463-472, 2001

[I.44] S.H. Oh, M. Legros, D. Kiener, P. Gruber, G. Dehm. *Acta Materiala*. 55 (16), 5558-5571, 2007

[I.45] M. Legros, K. J. Hemker, A. Gouldstone, S. Suresh, R. M. Keller-Flaig, E. Atrz. *Acta Materiala*. 50 (13), 3452-3463, 2002

[I.46] H. Huang, F. Spaepen. *Acta Materiala*. 48 (12), 3261-3269, 2000

[I.47] R. D. Emery, G. L .Povirk. *Acta Materiala*. 51 (7), 2067-2078, 2003

[I.48] R. D. Emery, G. L .Povirk. *Acta Materiala*.51 (7), 2079-2087, 2003

[I.49] J. N. Florando, W. D. Nix. *Journal of the Mechanics and Physics of solids*. 53, 619-638, 2005

[I.50] J. J. Vlassak, W. D. Nix. *Journal of Materials Research*. 7, 3242-3249, 1992

[II.1] W. Sauter. *Thin film mechanics - bulging and stretching*. Ph D. dissertation, University of Vermont (2000)

[II.2] R. J. Hohlfelder. *Bulge and Blister Testing of Thin Films and Their Interfaces*. Ph. D. Dissertation, Stanford University (1999)

[II.3] M. Saadaoui. *Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique*. Thèse, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2005

[II.4] E. Bonnotte, P. Delobelle, L. Bornier, B. Trolard et G.Tribillon. *Journal de Physique III*. 5, 953-983, 1995

[II.5] Y. Xiang. *Plasticity in Cu thin films : an experimental investigation of the effect of microstructure*. Ph D dissertation, Harvard University, 2005

[II.6] A. J. Kalkman, A. H. Verbruggen, G. C. A. M. Janssen. *Review of Scientific Instrument*. 70(10), 4026-4031, 1999

[II.7] A. J Kalkman and A. H Verbruggen. *Review of Scientific Instrument*. 74, 1383-1386, 2003

[II.8] M. Cieslar, V. Oliva, A. Karimi, J.-L. Martin. *Materials Sciences and Enginneering : A*. 387, 734-737, 2004

[II.9] M. A. Gosalvez, A. S. Foster, R. M. Nieminen. *Applied Surface Science*. 202 (3-4), 160-182, 2002

[II.10] I. Zubel, M. Krammkowska. *Sensors and Actuators.* 115 (2-3), 549-556, 2004

[II.11] C. Gourbeyre. *Caractérisation et modélisation de couches minces 3C-SiC sur Si pour applications aux microsystèmes en environnement sévères*. Thèse, INSA, Lyon, 2000

[II.12] NCSU Nanofabrication Facility. *Report on KOH Process Module Etch Characteristics and Design Guide*. http://www.nnf.ncsu.edu/processes/chemical-etching, 2005

[II.13] L. Fuller. *Rochester Institute of Technology*. http://people.rit.edu/lffeee/

[II.14] A. A. Ayon, R. L. Bayt, K. S. Breuer. *Smart materials and Structures*. 10 (6), 1135-1144, 2001

[II.15] F. Lärmer, A. Schilp, *Procédé Bosch (Robert Bosch GmbH)*, Brevets DE 4241045, US 5501893, EP 625285 (1996)

[II.16] J. Peng. *Détemination des contraintes résiduelles dans les revêtement par diffraction des Rayons X en faible incidence*.Thèse, ENSAM, Paris, 2006

[II.17] D. Faurie, P.-O. Renault, E. Le Bourhis, P. Villain, P. Goudeau, F. Badawi. *Thin Solid Films*. 469-470, 201-205, 2004

[II.18] J. L. Martin, A. Georges. *Caractérisation expérimentale des matériaux II*. Lausanne, ère éd., Presses polytechniques et universitaires romandes.

[II.19] F. J. Humphreys. *Journal of materials science*. 36, 3833-3854, 2001

[II.20] D. B. Williams and C. Barry Carter, Transmission Electron Microscopy, plenum press New York, 1996

[II.21] A. F. Jankowski and T.Tsakalakos. *Thin Solid Films*. 290-291, 243-259, 1996

[II.22] M. B. North-Morris, J. E. Millerd, N. J. Brock, J. B. Hayes. *4D Technologie*. 2004

[II.23] J. E. Millerd, N. Brock, J. Hayes, M. North-Morris, M. Novak end J. Wyant. 4D Technology. 2004

[II.24] M. K. Small, J. J. Vlassak, S. F. Powell, B. J .Daniels, W. D. Nix. *Materials Research Society Symposium proceeding*. 308, 159-164, 1993

[III.1] D. Resnik, A. Aljancic, D. Vrtacnik, M. Mozek, S. Amon. Vaccum. 80(1-3), 236-240, 2008

[III.2] M. Lattemann, S. Ulrich, H. Holleck, M. Stüber, H. Leiste. *Diamond and Related Materials*. 11 (3-6), 1248-1253, 2002

[III.3] E. Cianci, A. Coppa, V. Foglietti. *Microelectronic Engenieering*. 84 (5-8), 1296-1299, 2007

[III.4] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, I. Igarashi. *Sensors and actuators*. 20 (1-2), 135-141, 1989

[III.5] Zh. Q. Yao, P. Yang, N. Huang, H. Sun, G.J.Wan, Y.X.Leng, J.Y.Chen, *Nuclear Intruments and Methods in Physics Research B*. 240 (3), 741-751, 2005

[III.6] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, L.Qi. *Materials Science and Engineering : A*. 354 , 140-145, 2003

[III.7] M. A. Phillips, R. Spolenak, N. Tamura, W. L. Brown, A. A. MacDowell, R. S. Celestre, H. A. Padmore, B. W. Batterman, E. Arzt, J. R. Patel. *Microelectronic Engenieering*. 75 (1), 117-126, 2004

[III.8] A. Hemel, A. Jacques, T. Schenk, T. Kruml. *Solid State Phénomena*. 156-158, 477-482, 2010

[III.9] H. D Espinosa, B. C. Porok, B. Peng. *Journal of Mechanics and Physics Solids*. 52, 667-689, 2004

[III.10] A. J. Kalkman, A. H. Verbruggen, G. C. A. M. Janssen. *Applied Physic Letters.* 78, 2673-2675, 2001

[IV.1] D.Malacara, *Optical shop testing-3rd edition, 2007*

[IV.2] S. Leng, R. Benosman. *Traitement du signal*. 22(5), 433-442, 2005

[IV.3] J. E. Millerd, N. Brock, J. Hayes, M. North-Morris, M. Novak end J. Wyant. *Pixelated Phase-Mask Dynamic Interferometer*. 4D Technology. 2004

[A.1] H. Hencky. *Zeitschrift für Mathematik und Physik*. 63, 311-317, 1915

[A.2] J. W. Beams. *International Conference on Structure and Properties of Polymer Films*. Bolton Landing, NY, 1959

[A.3] S. Timoshenko, S. Woinowsky-Krieger. *Theory of plates and shells*. New York : 2éme éd., McGraw-Hill, 1959

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

délo

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Ludovic THILLY, Maître de Conférences, Université de Poitiers, Futuroscope Chasseneuil

Monsieur Patrick DELOBELLE, Ingénieur de Recherche, Femto-st, Université de Franche-Comté, Besançon

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Madame HEMEL Audrey

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDOEUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Propriétés mécaniques de membranes d'épaisseurs nanométriques : construction et mise au point d'un essai de gonflement"

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

en : « **Sciences des Matériaux** » Spécialité : **"Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie"**

Fait à Vandoeuvre, le 20 octobre 2010
Le Président de l'I.N.P.L.,
F. LAURENT

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55

Résumé

Propriétés mécaniques de membranes d'épaisseur nanométriques : construction et mise au point d'un essai de gonflement

Un nouvel essai mécanique a été développé pour répondre à la demande d'analyse des propriétés mécaniques des revêtements et films d'épaisseur nanométrique par essai de gonflement. La méthode utilisée est l'application d'une différence de pression sur une membrane non supportée, usinée en utilisant les techniques standards de gravure microélectronique. Le banc d'essai permettra d'effectuer des essais à haute température (au dessus de 900°C).

La principale difficulté rencontrée a été la mise au point d'une méthode de mesure de la déflection de la membrane qui perturbe celle ci aussi peu que possible. Deux techniques ont été utilisées : capteur ponctuel et capteur interférométrique 2D avec référence sphérique. La première technique, plus simple, s'est révélée difficilement praticable, en particulier dans le cas de flambage de la membrane. La mise en place de la deuxième a nécessité une description fine du comportement du système optique (distorsion des images, calcul des interférogrammes) aboutissant à une méthode de mesure simple, susceptible d'être intégrée en ligne au système de contrôle de l'interféromètre, et complétée par un traitement complet des données après essai.

Afin de valider l'essai, deux types de revêtements ont été caractérisés. Tout d'abord des films fragiles de nitrure de silicium et de silicium pour mettre en évidence la fiabilité et la reproductibilité des essais. Puis des films minces d'or pour observer l'influence de la microstructure sur le début de la déformation plastique.

Mot clés : essai de gonflement, film mince, interféromètre Twyman-Green, nitrure de silicium, or, silicium

---

Abstract

Mechanical properties of freestanding thin films: Building of a new bulge test technique

A new mechanical testing device of free standing membranes by Bulge Test has been built at Institute Jean Lamour in order to investigate the mechanical properties of thin films of nanometric thickness. The Bulge Test measures the deflection of a free standing membrane to which a differential atmospheric pressure has been applied. (The specimens are prepared from film on substrate deposits by cutting a window within the substrate by standard microelectronic techniques.) We aim of achieve tests from room temperature to ~ 900°C.

The main technical difficulty met during this work was to develop a non perturbating method of measurement of the film bulge. Two different techniques were tested: point measurement and 2D interferometry using a spherical reference. The first technique, however simple, was difficult to practice, especially in the case of buckling membranes. The second method required a detailed analysis of the whole optical system (image distorsion, calculation of interferograms) leading to a simple measurement method, suitable for integration in the acquisition and command chain of the device, followed by an off line full treatment.

The operating method was used on two different sets of specimens: fragile silicon nitride and silicon membranes in order to test the reproducibility of the device. Polycrystalline gold thin films were then used to study the early stage of plastic strain.

Key words: bulge test, thin films, Twyman-green interferometer, silicon nitride, silicon