



HAL
open science

Caractérisation mécanique de micro-poutres par l'essai de flexion associé à une technique d'imagerie

A. Sergent, Laurent Robert, P. Delobelle, L. Bornier

► **To cite this version:**

A. Sergent, Laurent Robert, P. Delobelle, L. Bornier. Caractérisation mécanique de micro-poutres par l'essai de flexion associé à une technique d'imagerie. *Journal de Physique III*, 1997, 7 (11), pp.2107-2129. 10.1051/jp3:1997244 . jpa-00249703

HAL Id: jpa-00249703

<https://hal.science/jpa-00249703>

Submitted on 4 Feb 2008

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

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

Caractérisation mécanique de micro-poutres par l'essai de flexion associé à une technique d'imagerie

A. Sergent ⁽¹⁾, L. Robert ^(1,2), P. Delobelle ^(1,*) et L. Bornier ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Laboratoire de Mécanique Appliquée R. Chaléat (**), UFR Sciences et Techniques, 24 rue de l'Épitaphe, 25030 Besançon Cedex, France

⁽²⁾ Laboratoire de Physique et Métrologie des Oscillateurs, CNRS, 32 avenue de l'Observatoire, 25030 Besançon Cedex, France

(Reçu le 18 décembre 1996, révisé le 24 juin 1997, accepté le 12 août 1997)

PACS 62.20 Dc – Elasticity, elastic constants

PACS.62 20 Fe – Deformation and plasticity (including yield, ductility, and superplasticity)

PACS.68.60 Bs – Mechanical and acoustical properties

Résumé. — Durant cette dernière décennie le domaine des micro-techniques a connu un formidable essor et maintenant le dimensionnement des micro-systèmes fait appel à de nombreuses disciplines scientifiques telles que l'électronique, les procédés d'obtention, l'optique, la mécanique. . Celui-ci s'effectue le plus souvent de manière globale et présente un caractère fortement interdisciplinaire Dans ce contexte, la connaissance des propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans la conception des micro-systèmes, fortement dépendantes des procédés, est un aspect particulièrement important. Dans cette logique, de nouveaux moyens expérimentaux de caractérisation des matériaux en faibles dimensions ont été réalisés et, parmi les différentes possibilités, on présente l'essai de flexion de micro-poutre encastree-encastree ou encastree-libre. La mesure des déplacements globaux est réalisée simplement à l'aide d'une technique d'imagerie optique couplée à un traitement numérique d'images Cette méthode a été validée sur des micro-poutres de silicium monocristallin et conduit à des mesures très reproductibles. Une application sur des micro-poutres en nickel électro-déposé et obtenues par technologie LIGA est également présentée. Les résultats expérimentaux sont en bon accord avec ceux issus des calculs analytique et numérique, ce qui valide l'ensemble de l'expérience.

Abstract. — During the last decade, the domain of micro-techniques has had a formidable development. Today, the separate study of components is replaced by the design of micro-system assembling all these domains (electronic, optic, data processing. .) Meanwhile, the knowledge of constituent materials mechanical properties (elastic and inelastic) remains vital Therefore, new means to characterize thin film materials are needed Among possible tests, the bending test of clamped-clamped or clamped-free microbeams has been holded. We present this technique and the significant role played by the imagery method to measure the beam deflection To validate the principle and the possibilities of this bending test we present several results obtained with single crystals of silicon and with electro-deposited nickel. The good correlation obtained between the experiments and the calculated profiles of the deformed beams allows to validate the whole of the experimental set-up.

(*) Auteur auquel doit être adressée la correspondance

(**) URA CNRS 04

1. Introduction

La conception et la réalisation de mécanismes de dimensions submillimétriques voire micro-métriques est un domaine en pleine expansion faisant appel à de nombreuses disciplines scientifiques [1, 2]. Ainsi, d'une manière générale, on peut assimiler l'architecture mécanique des micro-systèmes à un assemblage de plaques, poutres ou membranes en liaison avec un substrat plus massif, soumises à des sollicitations mécaniques s'apparentant à des efforts du type traction, torsion, flexion ou pression. La connaissance des propriétés mécaniques (élastique et inélastique) des matériaux utilisés pour la réalisation des micro-systèmes représente un point essentiel si l'on veut quantifier par des méthodes numériques du type Éléments-Finis les fonctionnalités des architectures réalisées. De plus, ces propriétés dépendent fortement des processus d'obtention des matériaux [3, 4], donc la compréhension des liens existant entre procédés, micro-structures et caractéristiques de la déformation constitue un axe de recherche important.

L'ensemble de ces considérations ont conduit au développement de nouveaux moyens d'essais pour la caractérisation des matériaux en faibles dimensions, par exemple : l'essai de traction uniaxiale [5], l'essai de gonflement de membrane [6-8], l'essai de nano-indentation [9, 10] et l'essai de flexion [11-13].

C'est de ce dernier type d'essai, assez répandu dans le domaine des matériaux en faible épaisseur, et dans sa version flexion de poutre encastree-encastree et encastree-libre, dont il sera question dans le présent article. Cependant, alors que le principe de l'essai est assez simple, l'une des difficultés expérimentales réside dans la mesure quasi-instantanée et sans contact de la déformée de la poutre. Classiquement, on mesure la flèche en un point particulier, généralement au point d'application de la charge, ce qui peut conduire à des erreurs significatives si l'on ne connaît pas précisément d'une part la géométrie globale de la poutre, particulièrement au voisinage de l'encastrement, et d'autre part la position du point d'application de l'effort qui peut se déplacer lors du fléchissement. Notons également que l'interprétation théorique de la relation effort-flèche en tous points de la poutre, dans le cas des grands déplacements, doit être rigoureuse et nécessite une confrontation avec les calculs numériques.

Présentement, on réalise un système d'imagerie optique couplé à un traitement numérique des images enregistrées par une caméra C.C.D., ce qui permet de visualiser en temps réel l'état global de la déformée. Il s'agit donc d'une méthode de mesure des déformées globales qui, connaissant l'effort appliqué sur l'échantillon, permet d'évaluer la relation effort-déformation intrinsèque au matériau testé. On valide la méthode sur des échantillons mono-cristallins de silicium, matériau de référence dans le domaine des micro-techniques, et quelques applications réalisées sur des micro-poutres en nickel électro-déposé et obtenues par micro-moulage sont également présentées.

2. Présentation de l'essai

2 1. PRINCIPE DE L'ESSAI. — Les épaisseurs visées des poutres à tester se situent à l'échelle des architectures des micro-systèmes à réaliser, donc typiquement de 10 à 200 μm , ce qui implique que la manipulation des échantillons est délicate et les forces mises en jeu lors du fléchissement assez faibles. Notons que pour des micro-poutres extrêmement minces, dont l'épaisseur est inférieure à 2 μm , les essais peuvent être réalisés à l'aide d'un appareillage extrêmement précis de nano-indentation [14, 15] mais dont les capacités en charges et déplacements sont limitées. L'expérience présentement développée se situe donc, vis-à-vis de la taille des poutres à tester, à une échelle supérieure à celle accessible au nano-indenteur, d'où la complémentarité des deux tests. Nous reviendrons ultérieurement sur ce point puisque des résultats issus de ces deux expériences seront comparés. De plus, toujours en ce qui concerne la forme des poutres, nous nous

sommes orientés vers deux types de géométrie correspondant respectivement à la flexion quatre points de poutres Encastrée-Encastrée (E.E) et à la flexion simple de poutre Encastrée-Libre (E.L). Ces deux types de conditions aux limites impliquent bien évidemment des amplitudes de chargement et des distributions de contraintes dans la poutre assez différentes. Ainsi, dans les poutres E.E et entre les deux points d'application de la charge le moment de flexion est à peu près constant et l'effort tranchant quasiment nul, contrairement aux poutres E.L. où ces deux quantités sont conséquentes. Compte tenu des conditions d'encastrement à réaliser le plus proprement possible, les structures sont constituées d'un cadre rigide dans lequel sont usinés, au sens large du terme, les micro-poutres. L'ensemble des éléments qui viennent d'être précisés nous ont fait choisir une longueur de poutre E.E. de 10 mm pour un entr'axe entre les points d'application des efforts de 5 mm, et une longueur d'environ 5 mm pour les poutres E.L. En dernier lieu, précisons que le montage expérimental devra être capable de tester la réponse inélastique des poutres, c'est-à-dire être asservi en force et déplacement afin de réaliser des conditions de fluage, relaxation et cyclage à faible fréquence.

2.2. RÉALISATION MÉCANIQUE DE L'ESSAI. — Un schéma synoptique de l'ensemble de l'expérience est présenté sur la figure 1a. Notons que l'ensemble du banc d'essai repose sur un marbre anti-vibratoire. La poutre, solidaire de son support rigide fixé sur une platine à l'aide de deux leviers, est fléchie par l'intermédiaire d'un simple ou double stylet (poutre E.L. ou E.E.) monté sur un empilement de deux translateurs piezo-électriques. Cet ensemble est positionné sur un capteur de force, en l'occurrence une micro-balance, qui enregistre l'effort appliqué. Le positionnement précis des stylets par rapport à l'échantillon est réalisé par une table micrométrique trois axes. Compte tenu des dimensions des éprouvettes, seules des mesures sans contact permettent d'accéder aux déplacements, soit pour la réalisation de l'asservissement en position, soit pour l'obtention de la déformée complète. Pour ce qui concerne l'asservissement, la connaissance du déplacement des stylets est suffisante, ce qui est réalisé par un interféromètre laser visant un petit miroir solidaire de la platine supportant les stylets. Par contre, l'enregistrement de la déformée totale de la poutre, pouvant être considérée comme une mesure extensométrique locale, est assuré par un système d'imagerie comprenant : un anamorphoseur, une caméra C.C.D., une carte image et un ordinateur. Nous reviendrons dans le paragraphe suivant sur la description de ce système optique.

Une gestion informatique de tous les composants actifs de cette expérience assure :

- le pilotage et l'asservissement de la partie mécanique, à savoir, la réalisation .
 - . de rampes d'asservissement diverses en charge ou en déplacement,
 - . de cyclage à des fréquences pouvant aller jusqu'à 0,5 KHz,
 - . de relaxation ; asservissement en déplacement à l'aide de l'interféromètre laser,
 - . de fluage ; asservissement en charge avec la micro-balance,
- l'acquisition et le traitement des images, à savoir :
 - . le traitement deux dimensions de l'image,
 - . la visualisation trois dimensions à l'écran.

Notons que la synchronisation des deux ordinateurs assurant respectivement l'asservissement du système mécanique et la gestion des images permet de relier les mesures d'efforts aux mesures des déplacements selon l'axe Z (Fig 1a) sur l'ensemble de la poutre.

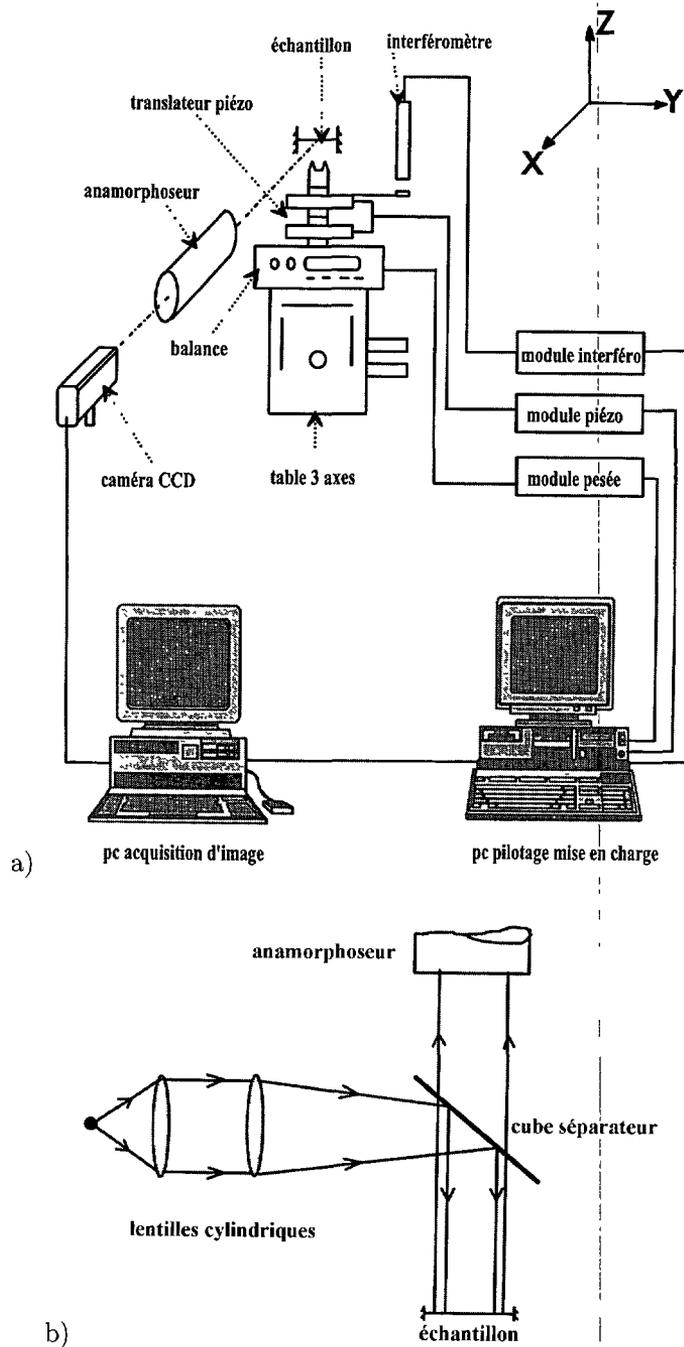


Fig. 1. — a) Schéma synoptique du banc d'essais. b) Montage optique pour éclairer l'échantillon.
 [a) Schematic diagram depicting the experimental setup for the bending test. b) Optical device to realize the lighting of the specimen.]

2.3. VISUALISATION DES ÉCHANTILLONS ET DÉTERMINATION DES DÉPLACEMENTS. — Rappelons qu'il s'agit d'une méthode de détermination de la déformée globale de l'échantillon et non d'une mesure ponctuelle. Elle présente l'avantage d'avoir une vision d'ensemble de la géométrie de la structure déformée, ce qui peut être intéressant dans le cas de microstructures plus complexes, particulièrement aux points d'encastrement et d'articulation. Dans le cas d'une poutre E.E. on peut évaluer la contraction lors de son fléchissement, du moins si celle-ci est conséquente.

Les dimensions des éprouvettes testées imposant un rapport longueur sur épaisseur supérieur à 100, la visualisation des déformées en utilisant un système optique classique de grossissement ne convient pas. De ce fait, afin d'appréhender l'ensemble de la poutre, on utilise un anamorphoseur de rapport 20 correspondant au grossissement différentiel entre les deux directions optiques Y , Z (Fig. 1a). La poutre étant préalablement éclairée, l'acquisition de l'image est réalisée par une caméra C.C.D. reliée à un micro-ordinateur interfacé par une carte image. Les informations sont ensuite traitées par ce dernier.

L'utilisation d'un tel montage impose cependant le respect d'un certain nombre de conditions optiques sur le positionnement des éléments et l'éclairage de l'échantillon. En effet, l'objet à visualiser, la source lumineuse et la caméra doivent être dans un même plan et de plus, l'axe optique de l'anamorphoseur doit être parallèle à l'axe suivant lequel l'objet réfléchit les rayons. Ceci conduit à doter les différents composants du montage d'un certain nombre de degrés de liberté (table X , Y sur les différents éléments). La surface des échantillons à observer étant soit diffusante, soit réfléchissante, il faut éclairer cette surface de deux manières différentes. Dans le cas d'une surface réfléchissante la source utilisée est une lampe spectrale blanche et les rayons doivent arriver perpendiculairement à la surface de la poutre. En outre, le faisceau doit converger avec une ouverture double de celle de la première lentille sphérique de l'anamorphoseur. Ces impératifs ont conduit à utiliser un montage simple tel que celui représenté sur la figure 1b. Pour une surface diffusante, on peut s'affranchir des conditions d'éclairage précédentes et illuminer l'objet avec une diode laser munie d'une optique intégrée permettant une illumination régulière de la surface de l'échantillon. Cependant, des grains de speckle apparaissent sur les images enregistrées et un traitement mathématique de convolution permettant d'uniformiser l'éclairement les rend exploitables.

Le traitement des images enregistrées par la caméra et stockées sur le disque du micro-ordinateur s'effectue à l'aide de l'algorithme présenté sur la figure 2. Il permet d'accéder aux déplacements en tous points de la poutre et de remonter aux composantes de la contrainte.

Un exemple d'image d'une poutre E.E. défléchie est donné sur la figure 3. Notons enfin que le système doit être étalonné, ce qui est réalisé en mesurant très précisément l'épaisseur des poutres testées au microscope confocale.

2.4. RÉSUMÉ DE LA PRATIQUE ET DES PERFORMANCES DE L'ESSAI. — Concrètement, l'essai se déroule de la manière suivante. Une poutre est fixée par l'intermédiaire de deux leviers ou collée sur un support rigide. Le ou les stylets sont positionnés précisément par rapport à l'échantillon grâce à la table trois axes, la poutre étant visualisée à l'écran de l'ordinateur. Une image de référence de l'objet non déformé est enregistrée. Les translateurs piezo-électriques sont activés faisant fléchir la poutre. L'interféromètre laser mesure en continu les déplacements des points d'application de la charge tandis que la micro-balance enregistre le chargement appliqué. Un micro-ordinateur gère l'ensemble du banc assurant les asservissements nécessaires (charges ou déplacements) et pilote un autre ordinateur qui assure l'acquisition des images pour les chargements souhaités. Le traitement et l'analyse des images sont ensuite réalisés grâce au logiciel développé, ce qui permet d'accéder aux déplacements et aux valeurs des composantes de la contrainte dans le cas d'un chargement élastique.

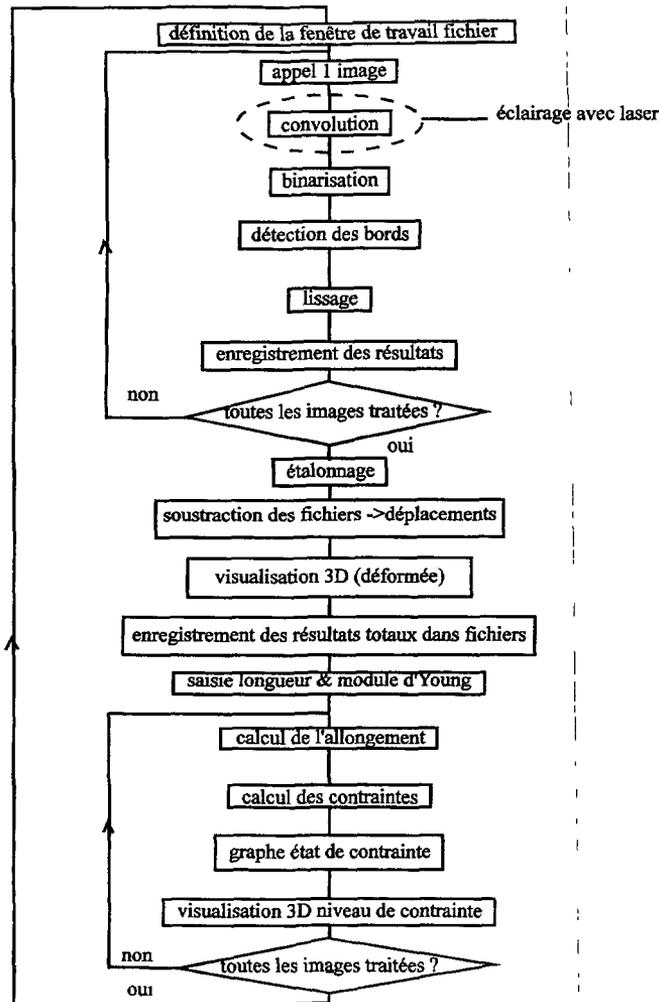
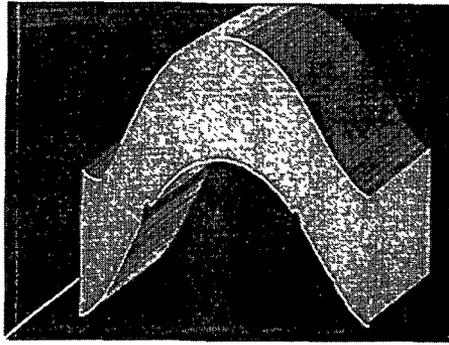


Fig 2. — Algorithme de traitement des images.

[Algorithm for the numerical treatment of the pictures]

Les composants, les limites et les différentes sensibilités du banc d'essai se résument comme suit :

- mesure de charge : micro-balance Mettler PM 480 ; $\pm 10^{-3}$ g sur la plage 0–80 g et $\pm 10^{-2}$ g sur la plage 0–410 g,
- déplacement maximal des stylets : 400 μm , deux translateurs piezo-électriques de $200 \pm 5 \times 10^{-4}$ μm ,
- une table de positionnement X, Y, Z , à 1 μm près,
- mesure des déplacements : interféromètre CSO-HC 250, ± 1 μm ,
- un micro-ordinateur d'asservissement : PC 486,



Poutre : $L=10\text{mm}$; $l=100\mu\text{m}$; $h=100\mu\text{m}$

Fig. 3. — Exemple d'image 3D de poutre E.E. déformée
[Example of a 3D visualisation of a clamped-clamped deflected beam.]

- un système d'éclairage laser ou lampe spectrale associés à des lentilles cylindrique et sphérique ainsi qu'à un cube séparateur,
- un anamorphoseur : rapport des grandissements de 20,
- une caméra C.C.D., IVC 500 (512×512 pixels) ; précision au pixel, soit $3 \mu\text{m}$,
- un micro-ordinateur PC 486 assurant la saisie des images grâce à une carte image MATROX PIP 1024.

Compte tenu des différents agrandissements et de la caméra utilisée, on peut mesurer des flèches maximales de $300 \mu\text{m}$ pour des poutres de 10 mm de long.

3. Fabrication des échantillons

3.1. CAS DU SILICIUM MONOCRISTALLIN. — Le silicium monocristallin a été utilisé pour étalonner le banc de mesure. En effet, ses constantes élastiques sont parfaitement connues et son utilisation omni-présente dans les micro-dispositifs en font un matériau de référence en micro-technique. L'usinage des structures, effectué au sein de l'IMFC (Institut des Microtechniques de Franche-Comté), combine la photolithographie U.V. et la gravure chimique, c'est-à-dire l'attaque anisotrope du silicium.

Les différents types de poutres réalisées sont issues de wafers monocristallins double faces polies de $370 \mu\text{m}$ d'épais et orientés selon les directions $Z < 100 >$ et $Z < 110 >$. Nous n'entrerons pas dans les détails de la fabrication de ces structures, la figure 4 illustrant d'une façon synthétique les différentes étapes.

Cependant, compte tenu de l'attaque anisotrope du silicium par l'hydroxyde de potassium (KOH), le choix de l'un ou l'autre des deux types de wafer conditionne la géométrie de la section droite des poutres. En effet, l'utilisation de wafer $< 110 >$ permet d'obtenir des poutres de section droite rectangulaire, qui plus est de surfaces réfléchissantes, alors que l'utilisation de wafer $< 100 >$ conduit à des sections trapézoïdales ayant des surfaces diffusantes et dont l'angle d'inclinaison des flancs est parfaitement connu. Les rugosités mesurées sont également différentes.

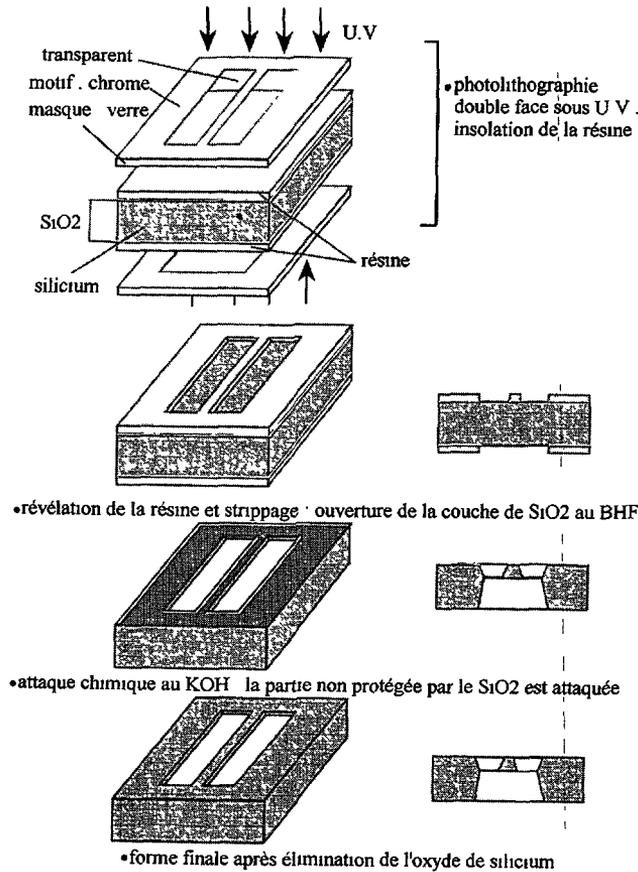


Fig. 4 — Procédure d'obtention des poutres en silicium
[Flowchart of the making of the silicon beams.]

La figure 5 représente d'une part la forme et l'orientation des sections droites des poutres et d'autre part, les géométries globales des structures réalisées : deux poutres E.E et quatre poutres E.L par échantillon. Remarquons enfin qu'à l'aide de la platine de positionnement on peut tester les poutres selon deux directions perpendiculaires notées horizontale et verticale en référence au plan du wafer (Fig. 5). Les largeurs et les épaisseurs générées se situent entre 50 et 200 μm .

3.2. CAS DU NICKEL ÉLECTRO-DÉPOSÉ. — Les potentialités du banc d'essai sur un matériau dont les propriétés mécaniques sont *a priori* inconnues sont illustrées à l'aide de quelques résultats obtenus sur des poutres en nickel électro-déposé, réalisées par technologie LIGA. Ce matériau a ensuite été utilisé pour la réalisation de micro-pincettes [16].

Les éprouvettes ont été élaborées à l'IMM (Institut des Microtechniques de Mayence) par l'un des auteurs dans le cadre d'une collaboration avec l'IMFC. En effet, cet institut a été l'initiateur de la technologie LIGA [17, 18] qui, rappelons-le signifie "Lithographie Galvanoformung, Abformung". Cette technique de micro-fabrication permet d'accéder à des micro-structures pseudo-tridimensionnelles à haut facteur de forme (rapport hauteur sur largeur pouvant

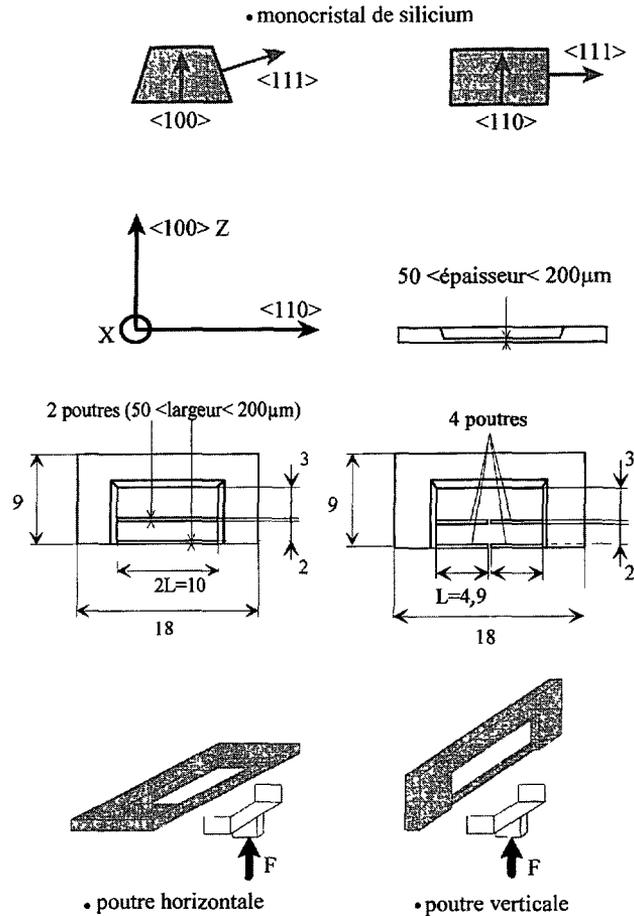


Fig 5 — Orientations et plans des poutres réalisées en silicium monocristallin.
[Orientations, dimensions and forms of the cross sections of the tested Si specimens]

atteindre la centaine) de dimensions latérales pouvant atteindre le micron et ceci en utilisant une large variété de matériaux (métaux, plastiques, céramiques ..).

Comme dans le cas précédent, nous n'entrerons pas dans les détails de la technologie d'élaboration de nos structures mais présentons, figure 6, ses principales étapes.

Pour ce qui concerne la phase d'électro-formage des micro-poutres, le but étant d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques du nickel électrolytique en fonction de la vitesse de dépôt imposée par la densité de courant, les autres paramètres de dépôt ont été fixés. Notons que la croissance du nickel s'effectue sur une couche métallique sacrifiée en Cuivre ($30 \mu\text{m}$). Le dépôt du métal est obtenu à partir d'une solution de sulfamate de nickel (100 g de Ni/l), de chlorure de nickel (5 g/l), d'acide borique (40 g/l) et d'agent mouillant. La température du bain est de $50 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ et le PH est contrôlé et fixé à 3,8 par ajout, si nécessaire, d'acide sulfamique. Les densités de courant imposées sont de 0,25, 0,5, 1,0, 2,6 et 4 A dcm^{-2} et pour chaque densité deux épaisseurs sont visées ; 50 et $200 \mu\text{m}$ pour une largeur de $200 \mu\text{m}$. L'étape d'ajustement de l'épaisseur s'effectue par polissage simultané du nickel et du PMMA ce

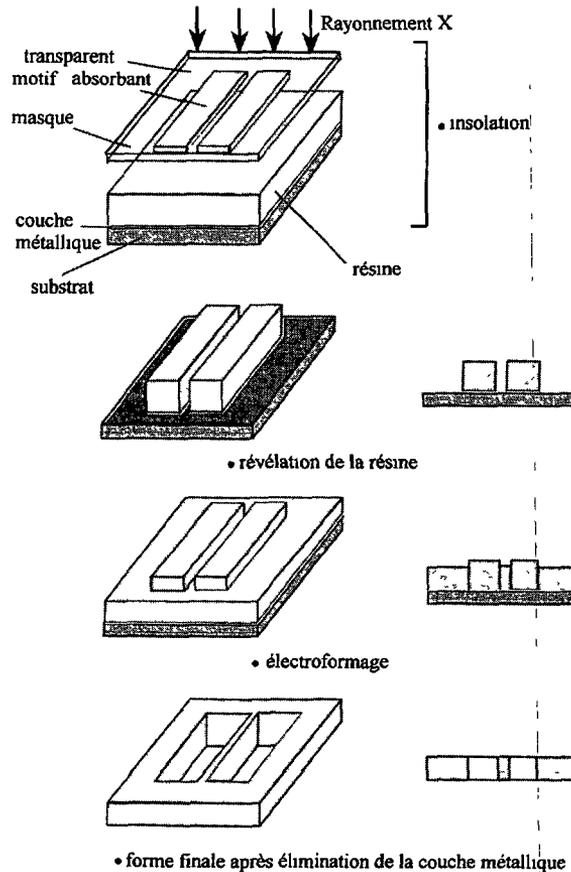


Fig 6. — Procédure d'obtention des poutres en nickel électro-déposé.

[Flowchart of the making of the electro-deposited Ni beams.]

qui permet d'éviter l'arrachement des micro-structures. Un comparateur en contact permanent avec le substrat permet de stopper l'usinage lorsque la côte est atteinte.

4. Confrontation calcul-expérience : validation de l'essai sur poutres silicium

Deux types de calcul sont envisagés, soit analytique dans le cas de matériaux isotropes, pour des encastremets parfaits et des géométries de poutres sans défaut, soit numériques dans le cas contraire : matériaux anisotropes présentant des géométries complexes au niveau des encastremets. Ces deux approches seront confrontées dans le cas présent.

4.1. MÉTHODES ANALYTIQUES. — Celles-ci sont abordées succinctement en annexe A pour les deux types de configuration de poutre [20]. Des relations flèche-effort exercé on peut déduire la valeur du module E Pour un matériau monocristallin, connaissant ses constantes élastiques C_{ij} et son orientation par rapport aux axes géométriques de la poutre, il est possible d'exprimer E en fonction des C_{ij} [21]

Pour les poutres encastree-encastrees chargées en deux points symétriques il n'existe pas de solution analytique pure. Nous avons donc développé une méthode semi-analytique, l'ultime

traitement des équations étant réalisé numériquement. Comme précédemment, on peut accéder au module d'Young du matériau mais en plus, compte tenu des conditions aux limites, aux contraintes résiduelles de tension dans la poutre (Annexe A).

Cependant, compte tenu des géométries des sections droites et des encastremements (géométrie complexe due à l'usinage anisotrope) il s'agit souvent d'une petite structure et une solution numérique du type éléments finis est beaucoup plus précise et adaptée.

4.2. MÉTHODES NUMÉRIQUES PAR ÉLÉMENTS FINIS. — Les deux codes utilisés sont ANSYS et Zebulon 7, respectivement pour les calculs élastique et élasto-plastique.

On travaille en élasticité anisotrope avec des éléments volumiques, l'élément de base étant 3D, quadratique, parallélépipédique à vingt noeuds. Le cristal est orienté par rapport au repère géométrique. Dans le maillage on tient compte de la géométrie exacte de la poutre (hormis sa rugosité), en particulier au niveau des différents plans de raccordement présents aux encastremements. Les calculs sont effectués en prenant pour les raideurs élastiques du silicium [21] : $C_{11} = 165,7$ GPa, $C_{12} = 63,9$ GPa et $C_{44} = 79,6$ GPa.

4.3. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET VALIDATION DE L'EXPÉRIENCE — Comme mentionné précédemment, différentes orientations ont été testées correspondant d'une part à l'orientation initiale des wafers, $Z < 100 >$ et $Z < 110 >$, et d'autre part, au positionnement des échantillons par rapport à la direction d'application de la force, ces deux positions étant notées verticale et horizontale sur la figure 4. Bien que partant de wafers double faces polies, le processus d'attaque anisotrope crée dans le plan d'usinage une rugosité non négligeable des surfaces inférieures des poutres, différente selon l'orientation Z et croissante avec le temps d'attaque, donc décroissance avec l'épaisseur de la poutre. Pour chacune des poutres étudiées les rugosités maximales R_{tm} ont été quantifiées par microscopie confocale. Par exemple, pour une épaisseur voisine de $100 \mu\text{m}$, on reporte des valeurs maximales de l'ordre de $20 \mu\text{m}$ pour $Z < 110 >$ et $3 \mu\text{m}$ pour $Z < 100 >$. On ne peut donc pas négliger la rugosité (surtout pour $Z < 110 >$) et compte tenu de sa répartition spatiale homogène, on considérera que l'épaisseur moyenne de la poutre est donnée par [22] $\cdot e_m = e_{\text{max}} - \frac{R_{tm}}{2}$, e_{max} étant l'épaisseur maximale mesurée par microscopie. De plus, les dimensions latérales des micro-structures pouvant présenter des fluctuations non répétitives à longue distance le long de la poutre, nous estimons les valeurs maximale et minimale de la largeur des poutres. Les calculs sont ensuite effectués avec ces deux valeurs extrêmes de manière à encadrer le comportement réel des éprouvettes. Notons enfin que la géométrie exacte des plans de raccordement au niveau de l'encastrement est prise en compte au niveau du maillage de la structure.

Ces précautions étant prises, on reporte sur les figures 7a, b, pour une même poutre E.E telle que $Z < 100 >$ présentant une rugosité assez faible, les résultats expérimentaux et théoriques des profils de déformées pour différentes valeurs du chargement et pour les deux positions horizontale et verticale. Pour les déformées, les deux courbes expérimentales correspondent à l'incertitude due au seuillage des niveaux de gris lors de la mesure du contour de la poutre, soit un pixel ($\pm 0,7 \mu\text{m}$). De même, comme précisé précédemment, les deux résultats numériques obtenus par E.F. tiennent compte des valeurs extrémales des dimensions, donc encadrent la solution de la poutre réelle. On note le bon accord entre expériences et calculs.

Sur les figures 8a, b, c, d, on reporte pour deux poutres issues de wafers orientés $Z < 100 >$ et $< 110 >$ et selon les deux positions horizontale et verticale, les relations expérimentales et théoriques de la flèche maximale au centre de la poutre en fonction du chargement. Les flèches maximales sont directement enregistrées par l'interféromètre et corroborent celles obtenues à partir du système optique. Ceci montre la bonne rigidité du montage et valide *a posteriori* l'étalonnage du système optique. Les résultats obtenus par E.F. en prenant l'épaisseur moyenne

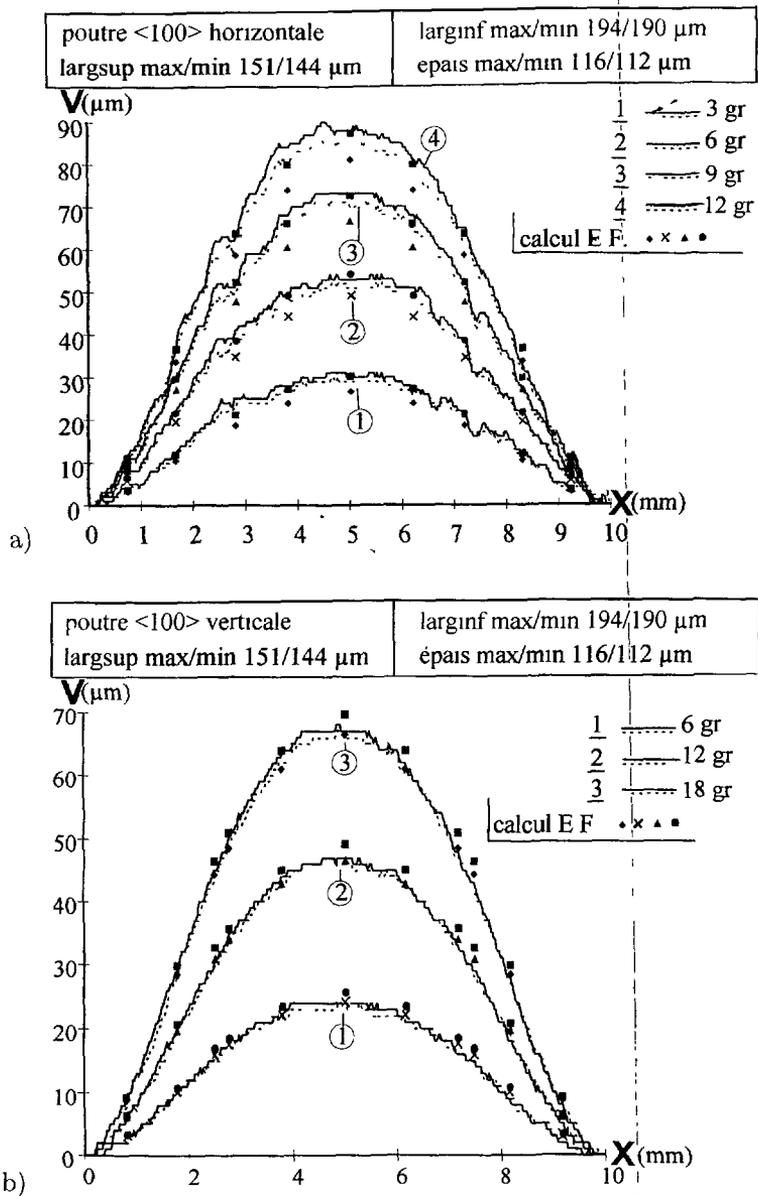


Fig 7. — Exemple de déformées de poutres E.E pour différentes valeurs du chargement Confrontation calcul E.F et expérience a) poutre < 100 > horizontale, b) poutre < 100 > verticale
 [Example of the deformation of the clamped-clamped beam for different values of the loading. Comparison between F.E calculation and experiment: a) horizontal < 100 > beam, b) vertical < 100 > beam.]

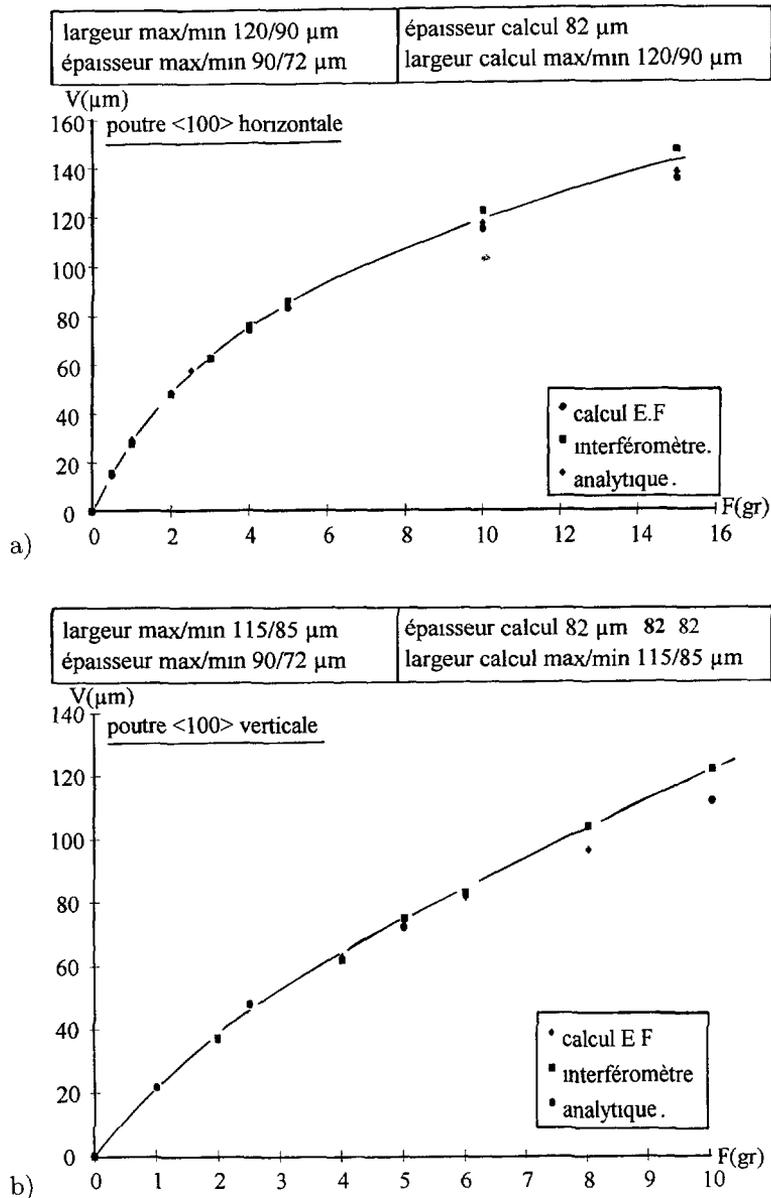


Fig 8. — Relation déflexion maximale en fonction du chargement, $V = f(F)$. Confrontation calcul-expérience a) poutre < 100 > horizontale. b) poutre < 100 > verticale. c) poutre < 110 > horizontale, d) poutre < 110 > verticale.

[Relationship between the maximum deflection of the clamped-clamped beam and the loading force. $V = f(F)$ Comparison calculation-experiment. a) horizontal beam < 100 >, b) vertical beam < 100 >, c) horizontal beam < 110 >, d) vertical beam < 110 >.]

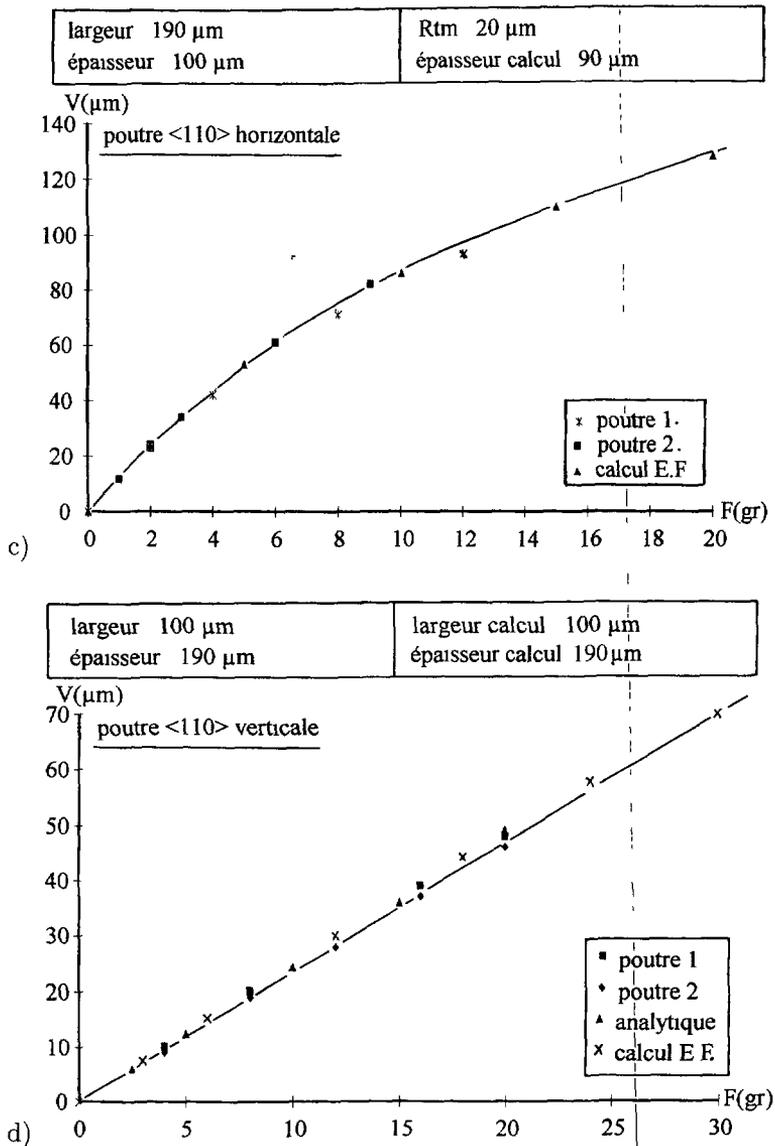


Fig. 8 — Suite.

[Continued.]

de la poutre sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. De même, les calculs semi-analytiques, en considérant e_{moy} , les moments quadratiques adéquats (sections rectangulaire ou trapézoïdale) et en prenant les valeurs théoriques de E issues de celles des C_{ij} et de l'orientation du monocristal, à savoir :

$$Z < 100 >, X < 110 >, E_x = \frac{4C_{44}(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}{2C_{11}C_{44} + (C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} = 168,9 \text{ GPa} \quad (1)$$

$$Z < 110 >, X < \bar{1}11 >, E_x = \frac{3C_{44}(C_{11} + 2C_{12})}{C_{44} + 2C_{11} + 2C_{12}} = 187,5 \text{ GPa}$$

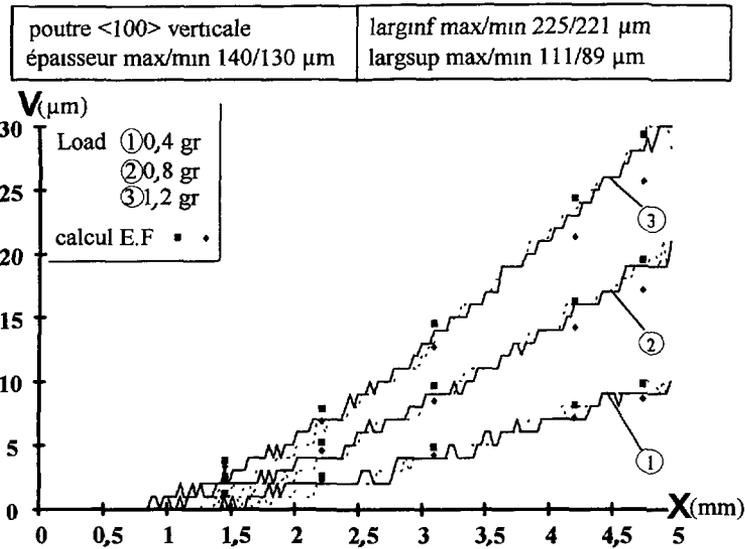


Fig. 9 — Exemple de déformées de poutre E.L. pour différentes valeurs du chargement Poutre < 110 > verticale - Confrontation calcul-expérience.

[Example of the deformation of the free-clamped beam for different values of the loading: < 100 > vertical beam - Comparison F E calculation-experiment.]

conduisent à des résultats proches de ceux calculés par E.F. On montre ainsi que les défauts géométriques aux encastremets, compte tenu de la longueur de la poutre, n'ont qu'une faible influence sur l'amplitude de la déformée.

Des exemples de déformées réalisées sur une poutre E.L. orientée selon $Z < 100 >$ et verticale sont présentés sur la figure 9, ainsi que les prévisions issues du calcul E.F. Là encore l'adéquation expérience-calcul est correcte. À noter qu'une campagne d'essais assez conséquente a été réalisée sur différentes géométries de poutres et que les résultats présentés n'en constitue qu'une très petite partie [23].

En conclusion, la bonne adéquation entre les déformées expérimentales et celles issues des calculs sur des poutres de géométries connues et réalisées dans un matériau dont les propriétés élastiques sont parfaitement établies, conduit à la validation finale de la technique expérimentale de l'essai à tous les niveaux, à savoir : mécanique, optique, informatique ainsi qu'à la calibration des différents composants.

4.4. POTENTIALITÉS DE L'ESSAI SUR UN MATÉRIAU À CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES INCONNUES. CAS DU NICKEL ÉLECTRODÉPOSÉ. — Comme nous l'avons évoqué précédemment, le but de l'étude [19] est la détermination des propriétés mécaniques du nickel électro-formé en fonction de la densité du courant d'électro-déposition, en vue de l'optimisation de la réalisation de micro-préhenseur [16]. Les poutres obtenues par technologie LIGA sont de très bonnes qualités, les tolérances sur les côtes étant inférieures à $0,5 \mu\text{m}$. Le module d'Young déterminé analytiquement par la flexion élastique des poutres E.L. semble indépendant de la valeur de la densité de courant J , soit $E = 175 \pm 5 \text{ GPa}$. À noter que les flèches mesurées en bout de poutre ($l \times e \cong 200 \times 200 \mu\text{m}^2$ et $L = 4,5 \text{ mm}$) sont de l'ordre d'une centaine de microns pour quelques grammes de chargement ($F \cong 5 \text{ g}$). Quelques essais de flexion de poutres E.L.

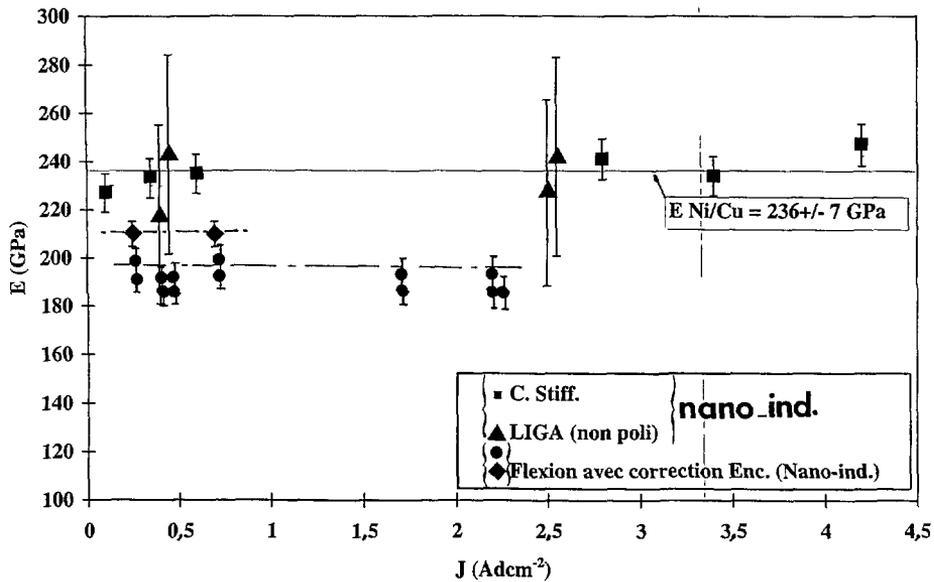


Fig. 10. — Poutres E L en nickel électro-déposé. Évolution du module d'Young avec la densité de courant $E = f(J)$. Confrontation avec les résultats obtenus en nano-indentation et en micro-flexion.

[Free-clamped electro-deposited Ni beam Evolution of the Young modulus as a function of the current density. $E = f(J)$. Comparison with the results obtained by nano-indentation and micro-flexion tests.]

effectués sur nano-indentateur conduisent à des résultats voisins, $E = 184 \pm 3$ GPa, d'où la complémentarité des deux types d'essais. Cependant, dans ce dernier cas les forces et les déplacements mis en jeu sont très inférieurs à ceux du présent montage ; par exemple, pour une poutre telle que $l \times e = 200 \times 192 \mu\text{m}^2$ et $L = 4.5$ mm on enregistre un déplacement de $14,0 \mu\text{m}$ pour un gramme appliqué. Si l'on tient compte par la méthode des E.F. de l'encastrement réel, le cadre des poutres est collé par une face sur le porte-échantillon, on calcule un module un peu plus élevé soit : $E = 195$ GPa et $E = 205 \pm 5$ GPa respectivement pour les deux méthodes (Fig. 10). Ces valeurs sont très proches de celle mentionnée pour le nickel volumique ($E = 210$ GPa).

Des essais de nano-dureté effectués sur le support rigide des poutres conduisent d'une part lors de la phase d'indentation, à l'évolution de la dureté H_B en fonction de J (Fig. 11 où l'on reporte également la micro-dureté Vickers H_V) et d'autre part, lors du déchargement, à la valeur du module d'Young [9, 10]. Les valeurs de E déterminées par cette méthode sont reportées sur la figure 10 et sont indépendantes de J comme pour les essais de flexion. Par contre la valeur moyenne est plus élevée ; $E = 235 \pm 7$ GPa. Ce constat déjà mentionné dans la littérature reste à expliquer.

Des essais de flexion quatre points sur éprouvettes E.E. de sections voisines de celles des poutres E.L. conduisent à des valeurs de module plus faibles, typiquement de l'ordre de 130 à 150 MPa. Cette observation ne peut s'expliquer que par l'intervention d'une contrainte résiduelle de compression résultant de la dilatation différentielle entre le cuivre et le nickel lors du retour à la température ambiante après électro-déposition. Le calcul réalisé avec $\Delta T = 35$ °C et les coefficients de dilatation des deux métaux considérés conduit à une contrainte thermique de compression de $\sigma_0^{\text{th}} = -20$ MPa (Fig. 12). Pour l'ensemble des échantillons E.E., connaissant la

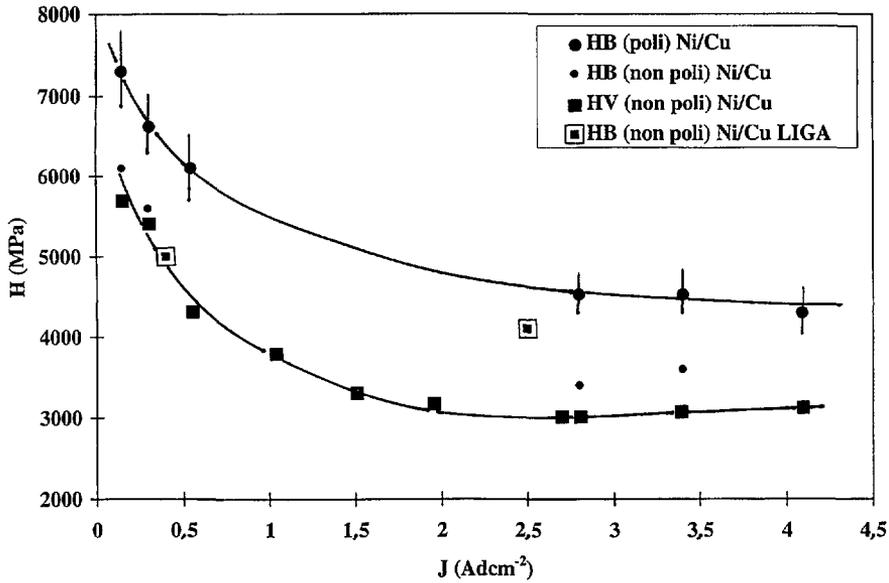


Fig 11 — Évolution de la dureté avec la densité de courant, $H = f(J)$.
 [Evolution of the hardness with the current density $H = f(J)$.]

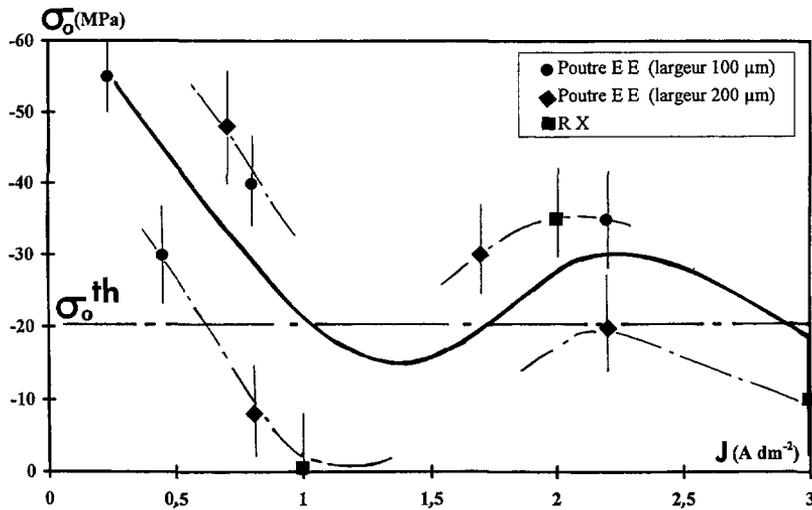


Fig. 12. — Évolution de la contrainte résiduelle avec la densité de courant, $\sigma_0 = f(J)$.
 [Evolution of the residual stress (clamped-clamped beams) with the current density: $\sigma_0 = f(J)$.]

valeur du module, $E = 200$ GPa, on détermine S_0 (Annexe A) donc la contrainte de compression σ_0 de façon à obtenir la bonne déformée. Les valeurs calculées sont reportées figure 12 et évoluent entre 0 et -60 MPa, donc de l'ordre de grandeur de la contrainte extrinsèque d'origine thermique. Les fluctuations observées en fonction du paramètre J , si elles se confirment, ne

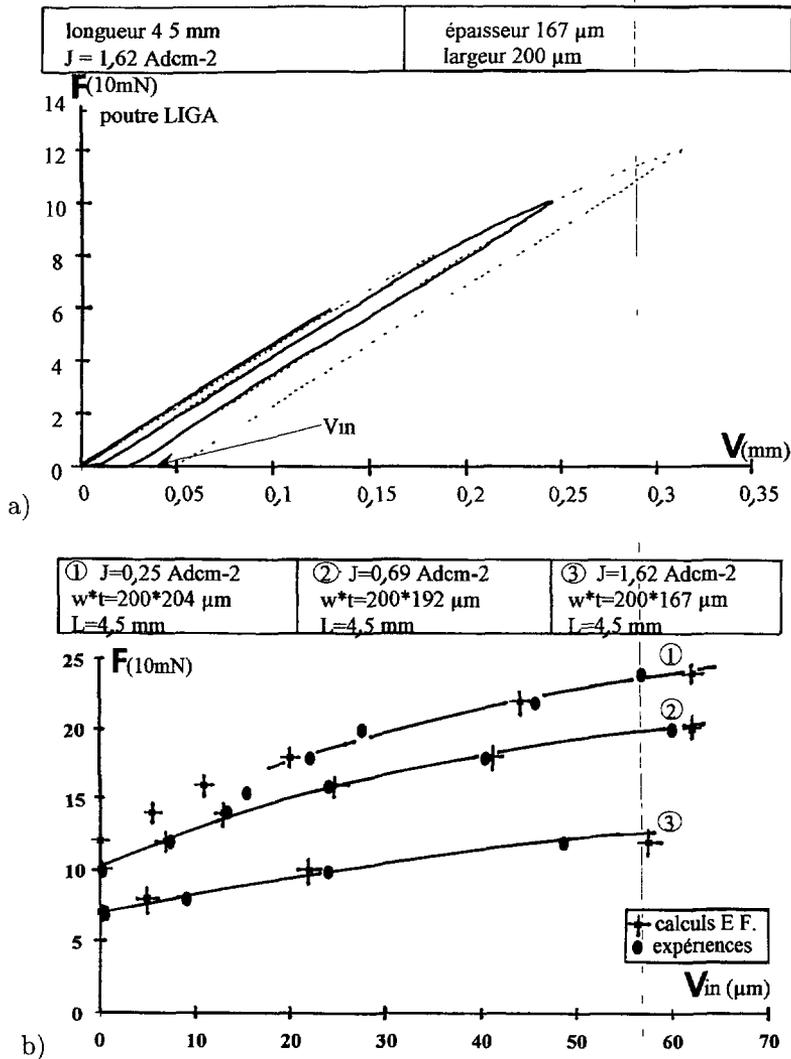


Fig. 13. — Comportement inélastique du nickel . a) Exemple de réponse inélastique de poutre E.L b) Évolution de la déformation inélastique avec la charge, $V_{in} = f(F)$ pour trois densités de courant c) Modélisation E.F. du chargement correspondant à la figure 13a. d) Évolution des courbes d'écroûissage avec la densité de courant, $\sigma = f(\epsilon^T)$

[Inelastic behavior of the electro-deposited nickel a) Example of the inelastic response of a free-clamped beam, b) Evolution of the inelastic deformation with the loading, $V_{in} = f(F)$, for three current densities, c) Numerical simulation of the response corresponding to the Figure 13a, d) Evolution of the strain hardening curves with respect to the current density, $\sigma = f(\epsilon^T)$.]

peuvent être de d'origine intrinsèque c'est-à-dire liées au phénomène de croissance du nickel sur le substrat. Quelques mesures de contraintes résiduelles par diffraction des R.X. sur les plans $\langle 420 \rangle$ et en utilisant la méthode du $\sin^2 \psi$ [24] semblent confirmer ce type de variation (Fig. 12).

Si l'on s'intéresse aux propriétés inélastiques, on montre figure 11 que la dureté H_B , liée

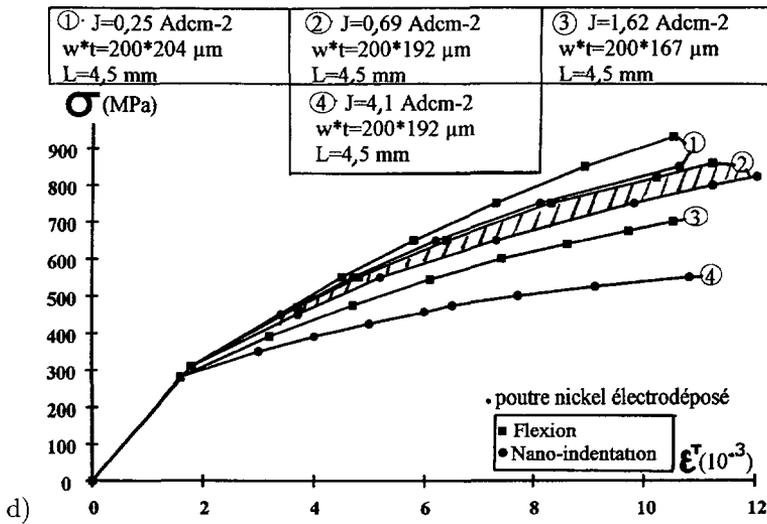
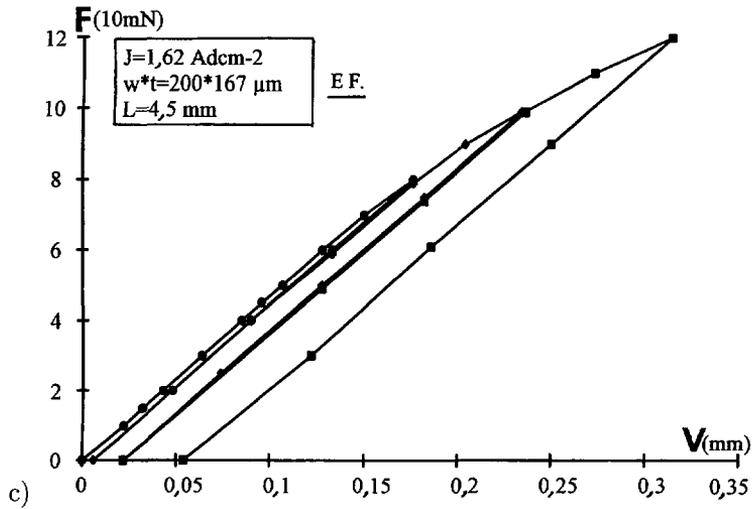


Fig. 13. — *Suite.*

[Continued]

aux potentialités d'écroutissage du matériau, décroît assez fortement avec la densité d'électro-déposition. Avec des poutres E.L. fixées sur le montage réalisé, si l'on effectue des cycles charges-décharges en faisant croître la charge maximale à chaque cycle, on arrive à plastifier localement la poutre et obtenir des déformations irréversibles V_{in} (Fig. 13a). La figure 13b représente pour trois valeurs de J l'évolution de la déformation inélastique en fonction de la charge maximale, $P = f(V_{in})$, pour trois poutres d'épaisseurs légèrement différentes. Par une méthode d'identification inverse en E.F., c'est-à-dire partant de la réponse de la structure poutre, $P = f(V_{in})$, il est possible d'ajuster une loi élasto-plastique relative à l'élément de volume et intrinsèque au matériau. On considère une loi élasto-plastique à écroutissage isotrope

non-linéaire, à savoir :

$$\left. \begin{aligned}
 d\varepsilon_{ij}^T &= d\varepsilon_{ij}^e + d\varepsilon_{ij}^p \\
 d\varepsilon_{ij}^e &= \frac{1+\nu}{E} d\sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} d\sigma_{kk} \\
 d\varepsilon_{ij}^p &= d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{3}{2} d\lambda \frac{S_{ij}}{J_2(\sigma)} \quad \text{avec} \\
 f &= J_2(\sigma) - R - R_0, \quad J_2(\sigma) = \left(\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij} \right)^{1/2} \quad \text{et } S_{ij} = \sigma_{ij} - (\delta_{ij}/3)\sigma_{kk}, \\
 dR &= b(R^\infty - R) \overline{d\varepsilon}^p, \quad \overline{d\varepsilon}^p = \left(\frac{2}{3} d\varepsilon_{ij}^p d\varepsilon_{ij}^p \right)^{1/2} \\
 d\lambda &= \overline{d\varepsilon}^p = H(f) \frac{dJ_2(\sigma)}{dR/d\varepsilon^p} = H(f) \frac{dJ_2(\sigma)}{b(R^\infty - R)}.
 \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

Dans ces équations ε_{ij}^T , ε_{ij}^e , ε_{ij}^p sont respectivement les déformations totale, élastique et plastique, S_{ij} les composantes du déviateur des contraintes, $J_2(\sigma)$ l'équivalent de la contrainte au sens de von-Mises, R la variable scalaire d'érouissage. R_0 la valeur de la limite d'élasticité initiale, $d\lambda$ le multiplicateur plastique égal à la déformation plastique cumulée au sens de von Mises $\overline{d\varepsilon}^p$ et $H(f)$ la fonction d'Heaviside. Ce modèle simple comporte donc trois paramètres à ajuster R_0 , b , R^∞ , les paramètres élastiques E et ν étant connus.

Sur les figures 13c, b. on reporte d'une part la simulation E.F. de l'essai de la figure 13a et d'autre part les solutions numériques optimisées des courbes $P = f(V_m)$. On en déduit, figure 13d. les courbes élasto-plastiques intrinsèques au nickel électro-déposé en fonction de la densité de courant. Le paramètre b ainsi que la limite d'élasticité R_0 sont peu sensibles à J ($R_0 \cong 300$ MPa et $b = 250$), par contre, R^∞ est une fonction fortement décroissante de J , à l'exemple de la dureté H_B , le matériau étant d'autant plus érouissable que la densité de courant est faible [19]. Avec ce même modèle et suivant la même technique E.F. nous avons ajusté la phase de chargement des essais de nano-indentation. On retrouve des valeurs de b , R_0 et R^∞ assez proches de celles déterminées en flexion, d'où la complémentarité de ces essais [25]. Les courbes efforts-déformations obtenues avec les paramètres relatifs à l'indentation sont également reportées sur la figure 13d. À l'aide de l'ensemble des valeurs identifiées (flexion et indentation) on peut montrer qu'il existe une relation linéaire entre le paramètre d'érouissage ($R^\infty + R_0$) et la dureté, soit :

$$R_0 + R^\infty = 0,154 H_B. \quad (3)$$

En définitive, ces expériences exécutées sur des poutres E.E. et E.L. illustrent les potentialités de ce montage vis-à-vis de la caractérisation mécanique des matériaux pour les micro-techniques, aussi bien dans le domaine élastique, qu'inélastique.

5. Conclusions

Nous avons montré qu'à l'aide d'un dispositif expérimental de flexion de poutres, il est possible de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans le domaine des micro-techniques. Les dimensions des poutres testées se situent à l'échelle des micro-systèmes réalisés dans ce domaine, de l'ordre de $100 \mu\text{m}$. Un système d'imagerie optique associé à un traitement numérique d'images permet d'accéder à la déformée complète des structures. L'ensemble du dispositif a été validé à l'aide de poutres réalisées en silicium monocristallin dont les propriétés élastiques sont parfaitement connues. Un exemple d'application sur un matériau à propriétés a

priori inconnues. le nickel electro-déposé, est présenté On quantifie son comportement élastique et inélastique en fonction de la densité du courant d'électro-déposition puis on compare les résultats à ceux obtenus par d'autres techniques (nano-indentation et R.X)

En conclusion, on dispose à présent au sein de l'IMFC, en complément des essais de traction, de nano-indentation et de gonflement de plaques minces [8], d'un dispositif capable de réaliser des essais de caractérisation de matériaux en faibles dimensions.

Remerciements

Les auteurs remercient l'IMFC et l'IMM pour les structures environnementales et les nombreux conseils reçus lors de l'élaboration des poutres en silicium et en nickel.

Annexe A

• Dans le cas des poutres E.L., pour le calcul analytique des relations flèches-efforts, $V = f(F)$, nous prenons, suivant que les sections droites sont rectangulaires ou trapézoïdales [20], respectivement les équations :

$$V = \frac{4 FL^3}{Ewt^3} \quad \text{ou} \quad V = \frac{12 FL^3(a+b)}{E(a^2 + b^2 + 4ab)t^3}. \quad (\text{A.1})$$

Dans ces relations L est la longueur entre l'encastrement et le point d'application du chargement, t l'épaisseur de la poutre, w sa largeur lorsque sa section est rectangulaire et a, b les largeurs minimale et maximale pour une section trapézoïdale. Les autres grandeurs ont leurs significations habituelles.

• Pour les poutres E.E.. dans le cas des grandes flèches, la relation flèche-charge le long de la direction x perpendiculaire à la direction du chargement est solution de l'équation différentielle (A2), du second ordre en $V(x)$:

$$EIV''(x) - (S + S_0)V(x) + Fx = -M_a \quad (\text{A.2})$$

$$\text{avec } S = \left[\int_0^{L/2} (V_1'(x)^2)dx + \int_{L/2}^L (V_2'(x)^2)dx \right] \frac{EA}{2L}$$

I et A sont respectivement le moment quadratique et la surface d'une section droite de la poutre, L la demi-longueur de la poutre, S la force axiale selon x résultant du chargement et des conditions aux limites, S_0 la force axiale due aux éventuelles contraintes résiduelles et M_a le moment de torsion. $V_1(x)$ et $V_2(x)$ sont respectivement les déplacements entre $[0, L/2]$ et $[L/2, L]$. Cette équation n'admet pas de solution analytique Cependant, en posant la variable réduite,

$$u = \frac{L}{2} \sqrt{\frac{S + S_0}{EI}} \quad (\text{A.3})$$

il est possible d'intégrer (A2) et d'écrire les relations explicites $V_{1,2}(x) = f(u, x)$ Une résolution numérique, paramétrée par la variable S , de ces deux équations, tout en tenant compte des conditions aux limites, permet d'accéder à E et S_0 en ajustant la solution numérique sur la déformée expérimentale.

Bibliographie

- [1] Recherches en microtechniques : réalités et perspectives - Collection du Livre Vert, IMFC et CETEHOR, Janvier 1992.
- [2] Minotti P. et Bonnotte E., Un aperçu des problèmes posés par la conception des micro-actionneurs, Les Entretiens de la Technologie, 3ème Édition (Paris, 15-16 mars 1994).
- [3] Hardwick D A., The mechanical properties of thin films, A review, *Thin Solid Films* **153** (1987) 109-124.
- [4] Doerner M F and Nix W.D., Stresses and deformation processes in thin films on substrates, *CRC Critical Reviews in Solid State and Material Sciences* **14** (1988) 225-268.
- [5] Read D.T. and Dally J.W., A new method for measuring the strenght and ductility of thins films, *J. Mat. Res.* **8** (1993) 1542-1549.
- [6] Vlassak J.J. and Nix W.D., A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio thin films, *J. Mat. Res.* **7** (1992) 3242-3249.
- [7] Tabata O., Kawahata K., Sugiyama S. and Igarashi I., Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes, *Sensors and Actuators* **20** (1989) 135-141.
- [8] Bonnotte E., Delobelle P, Bornier L., Trolard B. et Tribillon G., Mise en oeuvre de deux méthodes interférométriques pour la caractérisation mécanique des films minces par l'essai de gonflement. Application au cas du silicium monocristallin, *J. Phys. III France* **5** (1995) 953-983.
- [9] Oliver W.C. and Pharr, G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mat. Res.* **7** (1992) 1564-1583
- [10] Paletto S. et Fantozzi G., Nanoindentation : théorie et applications, *Rev. Comp. et Mat. Avancés* **3** (1993) 139-160.
- [11] Lober T.A., Huang J., Schmidt M.A. and Senturia S.D , Characterization of the mechanisms producing bending moments in polysilicon micro-cantilever beam by interferometric deflection measurements. *Sd. State Sensor and Actuator* (1988) p. 92.
- [12] Ulrich R.K. and Zhao G., A new apparatus for measuring the ultimate strain of thin films, *Thin Solid Films* **224** (1993) 63-68.
- [13] Cuthrell R E., Gerstle F.P. and Mattox D.M., Measurement of residual stresses in films of unknown elastic modulus, *Rev. Sci. Inst.* **60** (1989) 1018-1020.
- [14] Baker S.P., Jankowski A.F , Hong S. and Nix W.D., Mechanical properties of compositionally a modulated Au-Ni thin films using indentation and microbeam deflection techniques, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* (Éd. Doerner, Oliver, Pharr, Brotzen) **188** (1990) pp. 289-294.
- [15] Mounaix P., Delobelle, P., Melique X., Bornier L and Lippens D., Micromachining and mechanical properties of GaInAs/InP microcantilevers, Second Int Conf. on Low Dimens. Struct. and Devices (Lisbon, 19-21 may, Portugal, 1997).
- [16] Ballandras S., Daniau W., Basrouer S., Robert D., Rocker S., Robert L., Blind P., Rouillay M., Bermède P., Megtert S., Liu Z., Labèque A., Rousseaux F , Ravet M F , and Hauden D., Microgrippers realized by LIGA techniques, à paraître dans *Sensors and Actuators*, 1997.
- [17] Becker E.W., Ehrfeld W., Hagmann P., Maner A. and Munchmeyer D , Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofoming and plastic molding, *Microelectr. Eng.* **4** (1986) 35-56.

- [18] Ehrfeld W and Lehr H., Deep X-ray lithography for the production of three-dimensional microstructures from metals, polymers and ceramics, *Radiation Phys. and Chemistry* **45** (1995) 349-365.
- [19] Robert L., Étude des propriétés mécaniques du nickel issu de la technologie LIGA. Réalisation d'un micro-préhenneur, Thèse Univ. Fr.-Comté (1997).
- [20] Timoshenko S. and Gere J., *Mechanics of materials* (V. Nostrand Reinhold Company, 1972).
- [21] Brantley W.A., Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices, *J. Appl. Phys.* **44** (1973) 584-585.
- [22] Tribillon G., Trolard B., Bonnotte E., Delobelle P. and Bornier L., Optical methods for the characterization of mechanical properties of thin silicon films, *Opt. Meas. and Sensors for the Process Industries*, Europt. Series, *SPIE* **2248** (1994) 198-290.
- [23] Sergent A., Étude des propriétés mécaniques des matériaux en faibles dimensions par l'essai de flexion, Thèse Univ. Fr.-Comté (1997).
- [24] Castex L., Lebrun J.L., Maeder G. and Sprauel, J.M., Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des R.X., ENSAM, Paris, 1981.
- [25] Sergent A., Poilane C., Robert L. and Delobelle P., La nano-indentation, le gonflement de film et la flexion de poutre ; trois essais complémentaires pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux en faibles épaisseurs. Application au cas du nickel électrodéposé. 40ème Coll. de Métall. de l'INSTN, 24-26 juin, Saclay, France, 1997.