

# Caractérisation mécanique par sollicitation locale et mesure de champ

T. Travaillot<sup>a</sup>, P. Vairac<sup>b</sup>, P. Delobelle<sup>a</sup>, F. Amiot<sup>a</sup>

a. Institut FEMTO ST, Départ. Méc'Appli, 24 rue de l'Épitaube, 25030 BESANCON

b. Institut FEMTO ST, Départ. MN2S, 32 avenue de l'Observatoire, 25044 BESANCON

## Résumé :

*Nous proposons d'utiliser un nouveau système d'imagerie interférométrique à lumière polarisée, basé sur un prisme biréfringent contenant un gradient d'indice de réfraction, pour mesurer le champ de rotation d'une surface. Ce système est ensuite utilisé en association avec un microscope acoustique à pointe vibrante (SMM : Scanning Microdeformation Microscope) pour mesurer le champ de rotation de la surface, à proximité de la pointe du microscope. Le champ ainsi déterminé est utilisé dans le but de découpler les constantes élastiques issues des mesures faites avec le SMM.*

## Abstract :

*We propose to use a new interferometric imaging device with polarized light, based on a birefringent prism with a refractive index gradient, for rotation field measurement. This device is then associated with a scanning probe microscope (SMM : Scanning Microdeformation Microscope) to measure the surface rotation field around the microscope's probe. Then, we can use this full-field measurement to decouple the elastic constants in the SMM's measurements*

**Mots clefs :** mesure de champ ; interférométrie ; microscopie à pointe vibrante

## 1 Introduction

La miniaturisation des dispositifs et le développement des microsystèmes électromécaniques (MEMS) ont fait de la connaissance des propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle locale un enjeu majeur en sciences de l'ingénieur. Les matériaux en couches minces ayant des propriétés qui peuvent varier un peu selon la méthode utilisée pour les déposer, il est important de pouvoir relier procédés de fabrication et propriétés du matériau. L'apparition des microscopes à sonde locale a permis de développer considérablement la caractérisation à l'échelle locale et c'est ainsi que le microscope acoustique à pointe vibrante ou scanning microdeformation microscope (SMM) a été développé au sein de l'institut FEMTO-ST. Il permet de mesurer de façon non destructive les propriétés élastiques dynamiques des matériaux à l'échelle microscopique. Cependant ce dispositif ne permet pas de découpler les constantes élastiques de manière fiable. C'est pourquoi un système d'imagerie interférométrique à lumière polarisée a été développé afin de lui être associé et ainsi pouvoir mesurer le champ de rotation autour de la pointe du SMM. L'apport d'informations issues de cette mesure doit permettre un découplage beaucoup plus fiable des constantes élastiques.

## 2 Scanning microdeformation microscope

Le microscope acoustique à pointe vibrante ou scanning microdeformation microscope (SMM), développé à l'Institut FEMTO-ST à partir de 1992 [1], est un instrument complémentaire aux microscopes à force dynamique qui permet une résolution microscopique (0,1 à 1 $\mu$ m). Il utilise un capteur vibrant (Fig. 1) dont l'interaction élastique avec l'échantillon conditionne sa résonance et permet d'estimer les propriétés élastiques locales de la surface.

## 2.1 Principe du SMM

L'élément majeur du SMM est son capteur vibrant. Il se compose d'un microlevier en silicium (typiquement : épaisseur  $\sim 150 \mu\text{m}$ , largeur  $\sim 400 \mu\text{m}$  et longueur  $\sim 6 \text{mm}$ ) à l'extrémité duquel est collé une pointe en saphir avec un rayon de courbure en bout de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ . Le microlevier est mis en vibration par un actionneur piézoélectrique avec une fréquence de l'ordre de la dizaine de kHz.

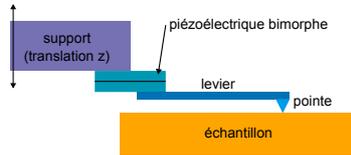


FIG. 1 – Schéma du capteur vibrant.

Nous nous intéressons donc à la fréquence de résonance d'un mode de flexion du microlevier, celle-ci dépendant de son matériau et de sa géométrie mais aussi des conditions aux limites à chaque extrémité. Le contact ou non de la pointe avec l'échantillon et le matériau de ce dernier perturbe donc la vibration du microlevier. Sa fréquence de résonance et sa phase s'en trouvent modifiées. C'est en observant cette modification que l'on peut remonter aux propriétés élastiques locales de la surface. Les figures 2.a et 2.b illustrent cette modification : la première montre l'amplitude des vibrations du microlevier quand la pointe n'est pas en contact avec l'échantillon et la seconde montre la même chose mais lorsque la pointe est en contact avec un échantillon de SU8 ( $20 \mu\text{m}$  d'épaisseur). En comparant ces images on remarque bien le décalage de la position des différents pics de résonance.

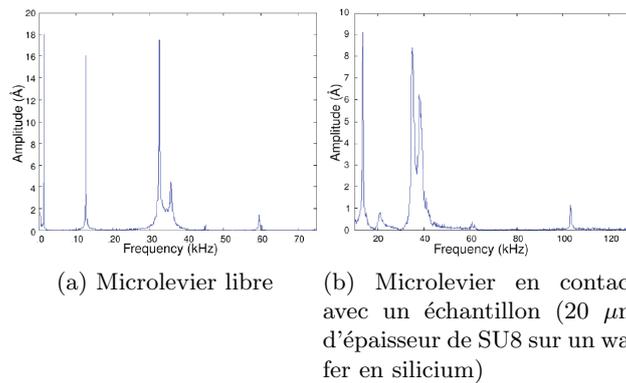


FIG. 2 – Amplitude de vibration du microlevier en fonction de la fréquence d'excitation [2].

## 2.2 Modèle du SMM

Le modèle complet du microlevier du SMM [3] se compose d'un ensemble de masses et de ressorts (Fig. 3). Le microlevier est considéré comme une poutre de raideur  $K_C$  interagissant avec l'échantillon par le biais de deux ressorts de raideurs normale  $K_N$  et tangentielle  $K_T$ . De l'autre bout, l'effet du transducteur piézoélectrique bimorphe est modélisé par un ressort de raideur  $K_P$  et de masse  $m_P$ . L'interaction normale pointe-échantillon est reliée aux propriétés mécaniques de l'échantillon par la théorie de Hertz

$$K_N = (6RE^*2\Delta F)^{1/3} = 2E^*a \quad (1)$$

avec :  $\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_P^2}{E_P} + \frac{1-\nu_S^2}{E_S}$

où  $a$  est le rayon de contact,  $R$  le rayon de la pointe,  $E^*$  le module de Young réduit de l'ensemble pointe-échantillon ( $E_P$ ,  $\nu_P$  et  $E_S$ ,  $\nu_S$  sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson de la pointe et de l'échantillon) et  $\Delta F$  la force statique appliquée à l'échantillon.

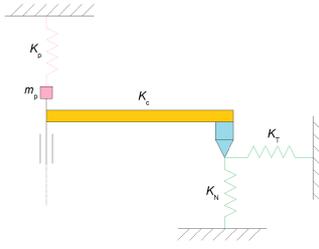


FIG. 3 – Modèle complet pour décrire le comportement du microlevier du SMM [2].

Au final la condition de résonance peut s'écrire :

$$\mathcal{F}(\Delta F, p_0, p_1, p_2, p_3^2 Z, p_4, p_5, X) = 0 \quad (2)$$

où les  $p_i$  sont des paramètres de modélisation dépendants de la géométrie et des différentes masses et raideurs et  $X = \frac{K_N}{K_C}$ ,  $Z = \frac{1-\nu_S}{2-\nu_S}$  sont des paramètres constitutifs.

Le problème avec cette équation est la partie  $p_3^2 Z$ . Pour connaître  $Z$  donc  $\nu_S$ , il faut avoir la valeur de  $p_3$ . Cette valeur, dépendant de longueurs caractéristiques de la pointe ( $p_3 = \frac{\sqrt{6}l}{l_G}$ ) ne peut en réalité pas être évaluée de façon suffisamment précise pour obtenir une valeur de  $\nu_S$ .

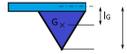


FIG. 4 – Longueurs caractéristiques de la pointe (G est son centre de gravité).

A cause de cela, il n'est pas possible de découpler les constantes élastiques du matériau testé, c'est pourquoi un système d'imagerie interférométrique a été développé afin de mesurer la rotation de la surface autour de la pointe et ainsi apporter des informations supplémentaires pour résoudre ce problème.

### 3 Mesure de champ

Cette partie concerne le système d'imagerie interférométrique à lumière polarisée permettant la mesure de champ de rotation. Ce système intégré au SMM doit permettre de mesurer le champ de rotation dans la zone déformée par la pointe vibrante et ainsi apporter des informations supplémentaires pour résoudre le problème précédemment évoqué.

#### 3.1 Principe du système d'imagerie

Le principe de ce montage réside dans l'utilisation d'un prisme « maison ». Ce dernier est un prisme biréfringent dans lequel on a figé un gradient uniaxial de contrainte. Il est fabriqué à partir d'une résine époxy biréfringente.

La propriété de biréfringence permet au prisme de séparer un rayon polarisé qui lui arrive en deux rayons : l'un polarisé dans une direction parallèle à l'axe d'anisotropie du prisme ( $y$ ) et appelé rayon extraordinaire (ou TM (transverse magnétique)), l'autre est polarisé dans une direction perpendiculaire à l'axe d'anisotropie ( $z$ ) et appelé rayon ordinaire (ou TE (transverse électrique)).

Le gradient uniaxial de contrainte sert à engendrer un gradient d'indice de réfraction dans le milieu pour la polarisation parallèle à la direction du gradient (TE). Les contraintes dans le prisme sont considérées comme nulles sauf  $\sigma_{zz}$ . Cette dernière dépend de  $y$  ( $\sigma_{zz} = \sigma_{zz}(y)$ ) et forme un gradient de contrainte suivant cet axe. Ainsi, seul le rayon ordinaire (TE) est affecté par le gradient d'indice ( $c_{TE} \sim 0, 1m^{-1}$ ).

$$\begin{cases} c_{TE} \text{ lié à } \sigma_{zz} \neq 0 & \Rightarrow c_{TE} \neq 0 \Rightarrow n_{TE} = n^* + c_{TE}(y - y^*) \quad \text{avec } c_{TE} = \frac{\partial n_{TE}}{\partial y} > 0 \\ c_{TM} \text{ lié à } \sigma_{yy} = 0 \text{ et à } \sigma_{xy} = 0 & \Rightarrow c_{TM} = 0 \Rightarrow n_{TM} = n^* \end{cases}$$

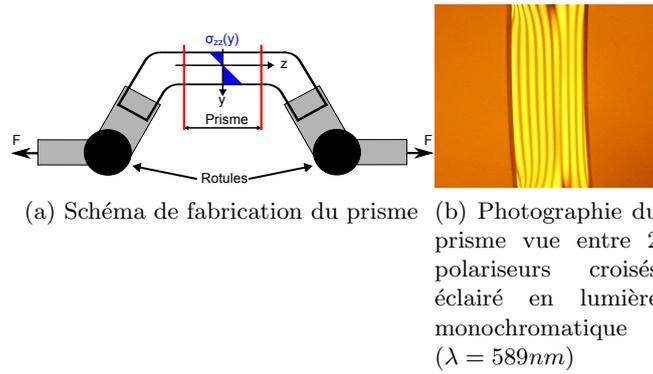
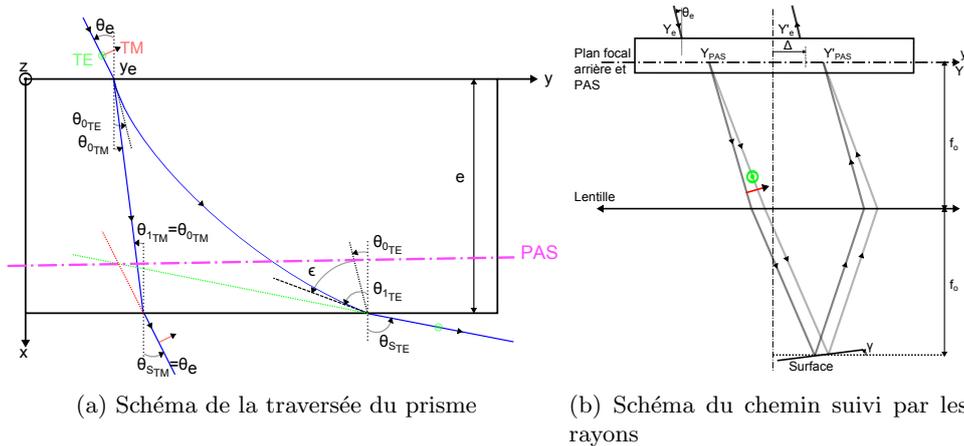


FIG. 5 – Schéma et photographie du prisme 'maison'.

Le gradient d'indice de réfraction ne portant que sur le rayon TE, le rayon TM verra toujours le même indice lors de la traversée du prisme, quelque soit son point d'entrée. Il suivra donc toujours une ligne droite et parcourra la même distance dans le prisme à l'aller et au retour. Il sert donc de rayon de référence.

Le rayon TE va, lui, voir un indice variable au cours de la traversée et dont la valeur initiale va dépendre du point d'entrée. Le point par lequel le rayon TE va entrer dans le prisme au retour dépend du point par lequel il est entré à l'aller mais surtout de l'inclinaison de l'échantillon sur lequel il se réfléchit (voir équation (3)). Ainsi, la distance parcourue dans le prisme par le rayon TE dépend-elle de l'angle d'inclinaison de la surface.

Les 2 rayons ne parcourent pas le même chemin optique, ils sont déphasés et leur déphasage est lié à l'angle  $\gamma$  d'inclinaison de l'échantillon. La figure d'interférence obtenue contiendra donc des informations sur  $\gamma$ .



(a) Schéma de la traversée du prisme (b) Schéma du chemin suivi par les rayons

FIG. 6 – Schéma du chemin suivi par un rayon dans le prisme et dans l'ensemble prisme-lentille-échantillon

Le point où se rejoignent les rayons au retour est lié à l'inclinaison de la surface (et au point de séparation) par l'équation :

$$Y'_{PAS} = \frac{-Y_{PAS} + f_o \tan 2\gamma}{1 + \frac{Y_{PAS}}{f_o} \tan 2\gamma} \tag{3}$$

La différence entre les angles d'entrée et de sortie du rayon TE vaut :

$$\epsilon = \frac{ce}{n_{TE}(y_e)} \approx 3.10^{-4} rad \ll 1 rad \quad (4)$$

La différence entre les angles de sorties des rayon TE et TM vaut :

$$\theta_{S_{TE}} - \theta_{S_{TM}} \approx ce + \dots \sim 10^{-4} rad \quad (5)$$

Au final, on obtient une formule simple (au 1<sup>er</sup> ordre) pour la différence de phase entre les 2 rayons :

$$\Delta\phi \approx \frac{2\pi}{\lambda} (-ce(2\Delta - e\epsilon) - 2ce \frac{Y_e^2 + f_o^2}{f_o} \gamma + \epsilon\theta_e + \dots) \quad (6)$$

La phase du faisceau est donc bien liée à  $\gamma$  mais aussi à  $\Delta$  (translation du prisme selon Y) et à  $\theta_e$ . Elle est de plus liée à l'ouverture numérique de l'objectif qui fixe l'intervalle des  $Y_e$  précédents dans le faisceau.

Enfin l'intensité lumineuse doit suivre l'équation :

$$I = I_0 + A \cos(\Delta\phi(\Delta, \gamma, \theta_e)) \quad (7)$$

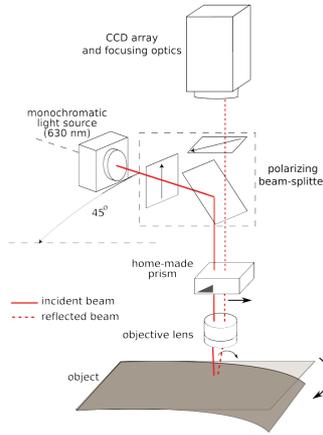


FIG. 7 – Schéma du système d'imagerie.

### 3.2 Exemples

Le 1<sup>er</sup> exemple présenté est le suivi du flux récupéré par la caméra en un pixel donné lorsqu'on incline  $\gamma$  (Fig. 8). La figure montre que l'intensité lumineuse en un pixel suit bien l'équation (7).

On obtient dans cette configuration ( $f_o = 20mm$ ,  $NA = 0,45$ ,  $c_{TE} = 0.139m^{-1}$ ), une sensibilité suivant  $\gamma$  :  $\frac{\Delta\phi}{\gamma} \approx -158 rad.rad^{-1}$ .

De plus, la reproductibilité de la mesure de phase (sans accumulation) obtenue est de 10 mrad.

Enfin, la figure 9 présente une carte de phase, obtenue en faisant 4 images en modifiant  $\Delta$  à chaque fois (4-step phase method), montrant une pointe en tungstène (diamètre en bout : 10  $\mu m$ ) qui appuie sur un échantillon composé de 20  $\mu m$  de SU8 recouvert de 7 nm d'or, le tout sur un substrat en silicium. On observe que la phase évolue linéairement (à cause de sa dépendance à  $\theta_e$ ) sauf au voisinage du bout de la pointe où, l'échantillon étant déformé, l'angle est modifié et donc la phase évolue rapidement.

L'angle au voisinage de la pointe évolue rapidement ( $\gamma(r) \sim \frac{1}{r^2}$ ) car on se trouve dans un cas proche du problème de Boussinesq [4] : un chargement ponctuel sur un massif semi-infini. Dans ce cas Boussinesq a montré que le déplacement vertical était de la forme :

$$w(r) = \frac{(1 - \nu^2)P}{\pi Er} \quad (8)$$

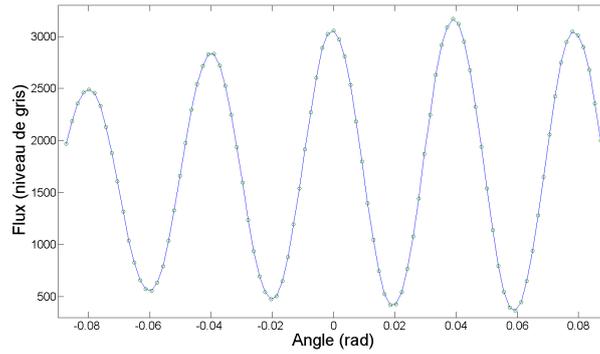


FIG. 8 – Flux mesuré en fonction de  $\gamma$  (pour  $f_o = 20mm$ ,  $NA = 0,45$  et  $c_{TE} = 0.139m^{-1}$ )

où :  $P$  est la valeur de la charge ponctuelle,  $r$  la distance entre la direction d'application de la charge et le point considéré et  $E$  et  $\nu$  les constantes élastiques du matériau.

Ainsi, d'après les informations tirées de la figure, l'angle  $\gamma$  évolue en  $\frac{1}{\sqrt{z}}$  (le système ne permettant de le mesurer que dans la direction  $Y$ ) au voisinage de la pointe.

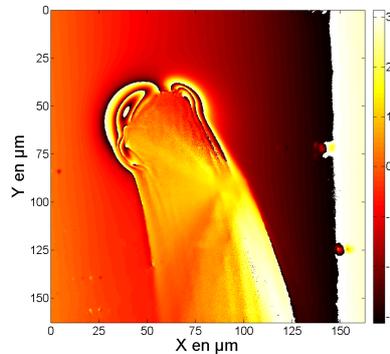


FIG. 9 – Carte de phase d'un échantillon de SU8 avec une pointe en appui (pour  $f_o = 10mm$ ,  $NA = 0,46$  et  $c_{TE} = 0.197m^{-1}$ ).

## 4 Conclusions

Les exemples, issus de l'utilisation du système d'imagerie interférométrique à lumière polarisée avec son prisme 'maison' montrent qu'il est possible de mesurer le champ de rotation d'un phénomène très localisé comme c'est le cas au voisinage de la pointe. Les informations ainsi récupérées pourront tout à fait s'ajouter à celles obtenues avec le SMM et permettront de découpler les constantes élastiques du matériaux testé.

## Références

- [1] B. Cretin, F. Sthal 1993 Scanning microdeformation microscope. *Appl. Phys. Lett.* **62** 829-831.
- [2] J. Le Rouzic 2009 Caractérisation mécanique des matériaux par microscope acoustique à pointe vibrante et nanoindentation. *PhD Thesis*, Thèse de l'Université de Franche-Comté
- [3] P. Vairac, B. Cretin 1999 Electromechanical resonator in scanning microdeformation microscopy : theory and experiment. *Surf. Interface Anal.* **27** 588-591.
- [4] J. Boussinesq 1885 Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques. *Principalement au calcul des déformations et des pressions que produisent, dans ces solides, des efforts quelconques exercés sur une petite partie de leur surface ou de leur intérieur.* pp. 99-103, Gauthier-Villars, Paris.