

THÈSE

Pour l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS
UFR des sciences fondamentales et appliquées
Pôle poitevin de recherche pour l'ingénieur en mécanique, matériaux et énergétique - PPRIMME
(Poitiers)
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

École doctorale : Sciences et ingénierie en matériaux, mécanique, énergétique et aéronautique -
SIMMEA (Poitiers)
Secteur de recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par :
Fabien Jagailleux

Développement et analyse des performances métrologiques d'un banc de photoélasticimétrie infrarouge : application à l'étude des contraintes résiduelles dans des substrats de silicium cristallin pour l'industrie photovoltaïque

Directeur(s) de Thèse :
Valéry Valle, Jean-Christophe Dupré

Soutenue le 18 février 2016 devant le jury

Jury :

Président	Amal Chabli	Directeur de recherche, CEA LITEN de Chambéry
Rapporteur	Yvon Renotte	Professeur, Université de Liège
Rapporteur	Pascal Picart	Professeur des Universités, Université du Maine
Membre	Valéry Valle	Professeur des Universités, Université de Poitiers
Membre	Jean-Christophe Dupré	Chargé de recherche CNRS, Université de Poitiers
Membre	René Rotinat	Maître de conférences, ENSAM de Châlons-en-Champagne
Membre	Jean-Daniel Penot	Ingénieur de recherche, CEA LIST de Saclay

Pour citer cette thèse :

Fabien Jagailleux. *Développement et analyse des performances métrologiques d'un banc de photoélasticimétrie infrarouge : application à l'étude des contraintes résiduelles dans des substrats de silicium cristallin pour l'industrie photovoltaïque* [En ligne]. Thèse Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces. Poitiers : Université de Poitiers, 2016. Disponible sur Internet <<http://theses.univ-poitiers.fr>>

THÈSE

pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE POITIERS

(Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées)
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : SIMMEA

**Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des
structures et des surfaces**

Présentée par :

Fabien JAGAILLOUX

Développement et analyse des performances métrologiques d'un banc de
photoélasticimétrie infrarouge : Application à l'étude des contraintes résiduelles
dans des substrats de silicium cristallin pour l'industrie photovoltaïque.

Directeur de Thèse : V. Valle
Encadrant : J-C Dupré

Soutenance prévue le 18 février 2016 devant la Commission d'Examen

JURY

A. Chabli	Directrice de recherche, CEA LITEN	Examinatrice
JC. Dupré	Chargé de recherche CNRS, Université de Poitiers	Examinateur
JD. Penot	Ingénieur chercheur, CEA LIST	Examinateur
P. Picart	Professeur, Université du Maine	Rapporteur
Y. Renotte	Professeur, Université de Liège	Rapporteur
R. Rotinat	Maître de conférences, ENSAM Châlons	Examinateur
V. Valle	Professeur, Université de Poitiers	Examinateur

Résumé :

Le silicium obtenu par croissance cristalline de lingots massifs est l'une des matières les plus utilisées dans l'industrie du photovoltaïque (PV) en tant que substrat. Or des contraintes résiduelles de quelques MPa apparaissent durant les procédés thermiques et mécaniques de fabrication. Malgré leur(s) faible(s) intensité(s), ces contraintes sont dommageables car elles induisent des ruptures importantes durant la mise en forme et la mise en fonctionnement des cellules solaires. Le but de l'étude est de caractériser ces contraintes résiduelles. La photoélasticimétrie infrarouge est une méthode bien adaptée à la détermination des champs de contraintes de façon non-destructive, sans contact et in-situ à l'échelle du substrat. C'est pourquoi un dispositif spécifique a été développé afin de mener à bien cette étude et de mettre en relation les origines des contraintes résiduelles avec les différents procédés de fabrication.

Abstract:

During the fabrication of crystalline silicon wafers for solar panels, destructive residual stresses are induced. Both thermal gradient (cast or Czochralski process) and cutting processes (slurry or diamond wire based processes) bring these global stresses. Photoelasticimetry appears as a powerful method able to measure this low level of stresses. As an optical technique, it is non-destructive, contactless and it may be used in-situ. A full field automatic infrared polariscope has been made to study the residual stresses at the wafer level. The origin of the residual stresses has been dissociated. Two different cutting processes are mechanically compared.

1 Table des matières

Liste des symboles et notations	9
Notation :	9
Symboles	9
Introduction	13
1 Chapitre I : Propriétés des substrats cristallins de silicium	15
1.1 Caractéristiques du silicium cristallin.....	15
1.1.1 Caractéristiques mécaniques	16
1.1.2 Caractéristiques optiques.....	30
1.2 Procédés de fabrication des substrats photovoltaïques.....	37
1.2.1 Raffinage du silicium	38
1.2.2 Procédés de fonderie	39
1.2.3 Procédés de découpe	43
1.3 Quelques phénomènes induisant des contraintes résiduelles	51
1.3.1 Gradient Thermique	52
1.3.2 Impuretés	53
1.3.3 Abrasion mécanique	54
1.4 Conclusion du chapitre I.....	56
2 Chapitre II : Étude de la photoélasticimétrie.....	57
2.1 Présentation de quelques méthodes de mesure optique non destructives pour la mesure des contraintes résiduelles	57
2.2 Photoélasticimétrie appliquée au silicium	62
2.3 Théorie sur les ondes électromagnétiques se propageant dans un cristal de silicium.....	63
2.3.1 Cristal isotrope	64
2.3.2 Cristal anisotrope.....	65
2.3.3 Interférences	67
2.4 Calcul des contraintes	71
2.5 Définition d'un polariscope classique	73
2.5.1 Formalisme de Stokes-Mueller	74
2.5.2 Application	80
2.6 Présentation de quelques méthodes d'analyse pour la photoélasticimétrie en transmission.....	85
2.6.1 Méthodes d'extraction du paramètre isochrome	86

2.6.2	Méthodes d'extraction du paramètre isocline	96
2.6.3	Atouts et limites des méthodes d'analyse	100
2.7	Présentation des principales études associées à la détermination des contraintes résiduelles par photoélasticité dans des substrats cristallins de silicium.....	104
2.8	Conclusion du chapitre II	106
3	Chapitre III : Le dispositif expérimental	107
3.1	Contexte.....	107
3.2	Solutions de conception.....	109
3.2.1	Différents polariscopes en transmission.....	109
3.2.2	Conception mécanique	111
3.2.3	Les choix optiques.....	112
3.2.4	Automatisation et pilotage	123
3.2.5	Logiciel d'analyse	125
3.3	Performances mécaniques du montage.....	126
3.4	Développement de techniques d'analyse.....	129
3.4.1	Extraction du paramètre isocline par minimisation.....	130
3.4.2	Extraction du paramètre isochrome.....	135
3.4.3	Performances des techniques d'analyse	139
3.4.4	Conclusion sur les performances des méthodes d'analyse.....	157
3.5	Conclusion du chapitre III	158
4	Chapitre IV : Résultats	159
4.1	Détermination du coefficient photoélastique du silicium.....	159
4.2	Détermination des contraintes résiduelles	168
4.2.1	Substrats monocristallins.....	169
4.2.2	Substrats Mono-likes.....	172
4.2.3	Substrats polycristallins.....	175
4.3	Discussion.....	184
4.3.1	Synthèse des résultats	185
4.3.2	Mise en relation des résultats avec les procédés de fabrication	186
4.4	Conclusion du chapitre IV	189
5	Conclusion générale	191
6	Références	195
7	Annexes.....	203
7.1	Annexe 1 : Méthode du suivi de marqueur.....	203

7.2	Annexe 2 : Grains et joints de grains.....	204
7.2.1	Grains	204
7.2.2	Joints de grains	205
7.3	Annexe 3 : Présentation des substrats à partir de mesures en transmission proche infrarouge	207
7.3.1	Substrats monocristallins.....	207
7.3.2	Substrats mono-like.....	208
7.3.3	Substrats polycristallins.....	209
7.4	Annexe 4 : Étape de mise au point des dispositifs expérimentaux.....	212
7.5	Annexe 5 : CAO de quelques pièces du dispositif	214
7.6	Annexe 6 : Quelques images du montage expérimental.....	218
7.7	Annexe 7 : Conception et réalisation de Cartes électroniques	221
7.8	Annexe 8 : Programme C/C++	224
7.8.1	Pilotage du dispositif	224
7.8.2	Logiciel d'analyse	225
7.9	Annexe 9 : calcul du coefficient photoélastique à partir d'un logiciel de calcul formel (Maxima).....	226
7.10	Annexe 10 : D'autres résultats	233

Liste des symboles et notations

Notation :

Dans ce manuscrit, les lettres majuscules surmontées d'une flèche en gras italiques (\vec{E} , \vec{H} , etc.) désignent des vecteurs tandis que les lettres en caractères gras italiques (σ , C , etc.) désignent des matrices. Les scalaires sont désignés par des lettres italiques (E , μ , x , etc.) à la différence, les valeurs constantes dans tous les cas (e.g $\pi = 3.14159$) ne sont pas en caractères italiques. Par simplification, des paramètres matriciels sont désignés par des scalaires dans certains cas (notamment dans les cas isotropes).

Symboles

Paramètre mécanique	
Symbole	Grandeur
\vec{E}	Tenseur des modules d'Young
$\vec{\nu}$	Tenseur des coefficients de Poisson
\vec{G}	Tenseur des modules de cisaillement
$\vec{\sigma}$	Tenseur des contraintes
$\vec{\varepsilon}$	Tenseur des déformations
\vec{K}	Tenseur d'élasticité
\vec{R}	Matrice de passage (Rotation)
P	Poids
f	Flèche
I_{Gz}	Moment quadratique d'une poutre $BH^3/12$
l	Longueur d'une poutre
b	Épaisseur d'une poutre
T_x	Effort tranchant
M_{fz}	Moment fléchissant
I_{Gz}	Moment quadratique
Ω	Orientation cristalline dans le plan
h	Hauteur d'une poutre
ρ	Densité
α_t	Coefficient de dilatation thermique
ΔL	Retrait
ΔT	Gradient thermique
d	Espacement entre plans cristallins
C_p	Capacité thermique
ω	Fréquence

Paramètre optique	
Symbole	Grandeur
T	Transparence optique
I	Intensité lumineuse transmise
I _i	Intensité lumineuse incidente
A	Absorbance optique
n ₀	Indice de réfraction optique
$\overline{\overline{\beta}}$	Imperméabilité diélectrique
$\overline{\overline{\pi}}$	Propriété piézo-optique
λ	Longueur d'onde
ρ	Densité
I _b	Intensité diffracté sous angle de Bragg
θ	Angle de diffraction
v	Vitesse de propagation d'une onde
$\overline{\overline{\chi}}$	Permittivité diélectrique
$\overline{\overline{\mu}}$	Perméabilité magnétique
c	Célérité
\vec{K}	Vecteur d'onde
$\overline{\overline{C}}$	Tenseur photo
β	Paramètre isocline
φ	Paramètre isochrome
\vec{E}	Intensité du champ électrique
χ_0	Pouvoir inducteur spécifique du vide
μ_0	Perméabilité magnétique du vide
\vec{H}	Intensité du champ magnétique
n	Indice de réfraction
c	Célérité
v	Vitesse de propagation

En optique [1] l'éclairement e correspond à un flux lumineux dF (puissance lumineuse émise dans toutes les directions par une source) reçu par unité de surface dS (lm/m²) :

$$e = \frac{dF}{dS}$$

L'intensité lumineuse I dépend quant à elle du flux émis dF par la source par unité d'angle solide $d\Lambda$ dans une direction donnée :

$$I = \frac{dF}{d\Lambda}$$

Or comme l'angle solide peut être exprimé comme :

$$d\Lambda = \frac{\cos(\tau)}{r^2} dS$$

On peut définir l'éclairement e en fonction de l'intensité I par la relation :

$$e = \frac{I}{r^2} \cos(\tau)$$

Le paramètre r représente la distance entre la source et l'observateur tandis que τ représente un angle par rapport à la normal à la surface. Malgré cette différence entre l'éclairement et l'intensité lumineuse, on parlera d'intensité en niveau de gris dans la suite de ce manuscrit autant pour l'éclairement que pour l'intensité lumineuse par abus de langage.

Introduction

Le contexte socio-économique fait des énergies renouvelables un sujet d'actualité. Plusieurs voies se présentent pour la recherche et le développement d'énergies dites vertes. Parmi ces voies, le solaire est l'une des énergies les plus novatrices et les plus estimées. Non seulement cette énergie est aujourd'hui accessible à tous mais elle est aussi une source d'énergie renouvelable utilisée dans le domaine spatial.

Plusieurs aspects sont traités afin d'optimiser les panneaux solaires. Les recherches actuelles tendent à améliorer le rendement des cellules [2], augmenter leur durée de vie, trouver de multiples formes possibles rigides ou souples, tester de nouveaux matériaux, etc... Dans cette course au progrès, les panneaux de silicium cristallin restent les plus abondamment utilisés. Dans le cadre de cette étude nous nous intéresserons aux contraintes résiduelles dans les substrats de silicium qui induisent des ruptures lors de leur fabrication ou lors de leur utilisation [3]. Afin de répondre à cette problématique, il est important de comprendre l'impact mécanique que les procédés de fabrication ont sur les substrats. La détermination des contraintes résiduelles est un moyen d'obtenir des informations sur les procédés de fabrication et les substrats.

L'évaluation des contraintes résiduelles est complexe. Des mesures expérimentales sont nécessaires pour pouvoir les quantifier. En effet certains types de substrats sont difficilement modélisables car ils sont composés d'une structure granulaire aléatoire (e.g substrats polycristallins). Ils sont aussi tous différents et proviennent d'un ensemble de procédés de fabrication complexes. Des mesures expérimentales sur ces substrats nécessitent l'utilisation de moyens particuliers. C'est pourquoi, des dispositifs expérimentaux spécifiques ont été développés. Dans cette étude, le choix s'est porté sur la photoélasticimétrie bidimensionnelle. Non seulement très peu de méthodes expérimentales permettent de déterminer des contraintes résiduelles sur un champ complet, mais en plus la photoélasticité est une méthode non destructive, non intrusive et possiblement adaptable à une chaîne de fabrication. En effet, des contrôles non destructifs sur les substrats durant leur fabrication permettraient de les trier selon leur état de contrainte et ainsi d'améliorer la durée de vie des panneaux solaires une fois mis en fonctionnement.

Afin de présenter ces travaux, ce manuscrit est découpé en 4 chapitres. Nous verrons dans le premier chapitre les caractéristiques mécaniques et optiques du silicium cristallin ainsi que les procédés de fabrication des substrats. Ce chapitre met en avant les informations importantes pour la compréhension des phénomènes mis en jeu dans les chapitres suivants. Le chapitre II est consacré à la présentation des méthodes de mesure optique de contraintes résiduelles et de la photoélasticité en transmission. Il justifie certains choix techniques, notamment le choix des méthodes d'analyse utilisées. Les équations qui régissent les lois optico-mécaniques de la photoélasticité sont succinctement définies. Par la suite, les caractéristiques techniques du polariscope, développé spécifiquement pour cette étude, sont détaillées dans le chapitre III. Ce chapitre contient aussi une évaluation des performances métrologiques du dispositif. Le chapitre IV expose quelques résultats tenant compte de tous les aspects vus auparavant. Enfin,

une conclusion synthétise le travail effectué et laisse une ouverture sur une discussion et des perspectives.

1 Chapitre I : Propriétés des substrats cristallins de silicium

Le silicium est une matière première exploitée de manière intensive. Cette ressource naturelle est l'un des éléments chimiques les plus abondants sur la planète. Il n'existe pas sous forme cristalline pure, mais plutôt sous forme de silice et de dioxyde de silicium. Sa forme cristalline pure a été découverte en 1854 par Sainte-clair Deville, ce qui est récent. Ses caractéristiques, qu'elles soient d'ordre atomique, physique, thermique, etc... font de cette ressource un composant de premier choix pour l'industrie du solaire. Seules les propriétés physicomécaniques et optiques du silicium nous intéressent pour cette étude.

1.1 Caractéristiques du silicium cristallin

Plusieurs formes de silicium existent aujourd'hui ; composé ou pur, amorphe ou cristallin, biologique ou minéral, etc... Son comportement mécanique diffère suivant sa forme. L'étude se concentre uniquement sur les caractéristiques du silicium cristallin pur puisque les substrats étudiés sont cristallins.

Le cristal de silicium se présente sous la structure dite diamant (Figure 1) dans le réseau de Bravais. Cette structure se rapproche de la structure cubique face centrée Cfc. Ses propriétés optiques et mécaniques sont largement traitées dans la littérature [4] [5] [6]. Cependant, certaines propriétés, notamment le module d'élasticité, sont sujettes à controverse dans la littérature [7]. Les travaux les plus récents sont ici privilégiés. On part du principe qu'au cours du temps, les résultats se sont affinés, en lien avec les améliorations technologiques mises en œuvre pour les obtenir.

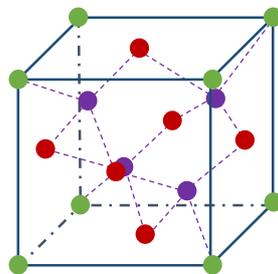


Figure 1 : Structure diamant du silicium

Puisque les comportements mécaniques et optiques des substrats cristallins nous intéressent, ce chapitre sera découpé en trois parties. Les deux premières parties s'intéressent aux caractéristiques mécaniques (première partie) et optiques (deuxième partie) du silicium. La dernière partie est consacrée aux procédés de mise en forme des substrats et à la définition des contraintes résiduelles.

1.1.1 Caractéristiques mécaniques

La compréhension des propriétés mécaniques est nécessaire pour appréhender le comportement mécanique des substrats de silicium, qui peuvent être perçus comme un agencement de structures atomiques de silicium.

1.1.1.1 Généralités

La première impression que l'on a lorsque l'on touche un substrat de silicium cristallin est qu'il est très rigide et fragile à température ambiante. Il semble avoir une faible capacité à se déformer élastiquement et l'énergie nécessaire pour propager une fissure est faible. Dans un monocristal¹, la fissure est nette et très orientée [8]. Elle se propage linéairement selon un plan cristallin. Ces impressions générales montrent que le comportement du silicium cristallin ne peut être assimilé à celui d'un matériau amorphe. En effet, le silicium cristallin est un matériau classé comme fragile et sa ténacité lui confère une faible capacité à résister à la propagation de fissures. Son module d'Young E , quant à lui, témoigne d'un matériau très rigide avec une faible résistance à la déformation élastique. Le Tableau 1 compare ses caractéristiques avec celles de l'acier et du verre.

¹ Certains substrats sont monocristallins. Ils sont présentés plus loin.

Tableau 1: comparaison des caractéristiques mécaniques du silicium (valeurs approximatives)

Matériau	Ténacité (MPa /m2)	Module D'Young E (GPa)	Coefficient de Poisson ν	Module de Cisaillement (GPa) G	Résistance à la traction (GPa) [7]	Densité (Kg/m3)
Silicium	≈ 1	≈ 150	≈ 0.3	≈ 60	1.2	2330
Verre	0.8	69	≈ 0.2	≈ 0.025	0.06	2532
Acier	200	210	0.3	81	≈ 0.180 à 1	8000

La densité d'énergie de surface nécessaire pour propager une fissure dans le silicium pur (ou l'énergie libérée par la fissure) est de l'ordre de $\gamma = 1$ à 3 J/m^2 [9]. Son critère de Griffith Gr est souvent utilisé dans la littérature pour montrer que sa limite élastique est très proche de sa limite à la rupture [10]. Nous pouvons alors supposer que sa déformation plastique est relativement très faible. L'agencement interatomique étant quasi parfait dans un cristal, il en découle une anisotropie mécanique [11]. Ainsi l'énergie nécessaire pour propager une fissure est dépendante de l'orientation cristalline du silicium. L'agencement atomique aléatoire des matériaux amorphes permet de formuler une hypothèse de caractéristiques mécaniques isotropes. Cela ne semble pas être le cas pour certains domaines cristallins. Il est donc nécessaire de savoir si le comportement mécanique du silicium est anisotrope et si, dans ce cas, il peut être négligé.

1.1.1.2 Propriétés de phase

Les propriétés thermomécaniques sont complexes et ne concernent pas le sujet étudié mais il est important de les évoquer pour comprendre les procédés thermiques de fabrication des substrats. Elles peuvent être résumées par le diagramme de phases silicium-carbone (Figure 2). Les substrats de siliciums cristallins étudiés comportent un très faible pourcentage d'impureté (très peu de carbone). Le silicium utilisé pour fabriquer les substrats a subi un raffinage dont le procédé est rapidement expliqué dans le sous-chapitre des procédés de fabrication. Le silicium est donc quasiment pur. En thermodynamique, il est caractérisé comme hypoeutectique (peu de carbone).

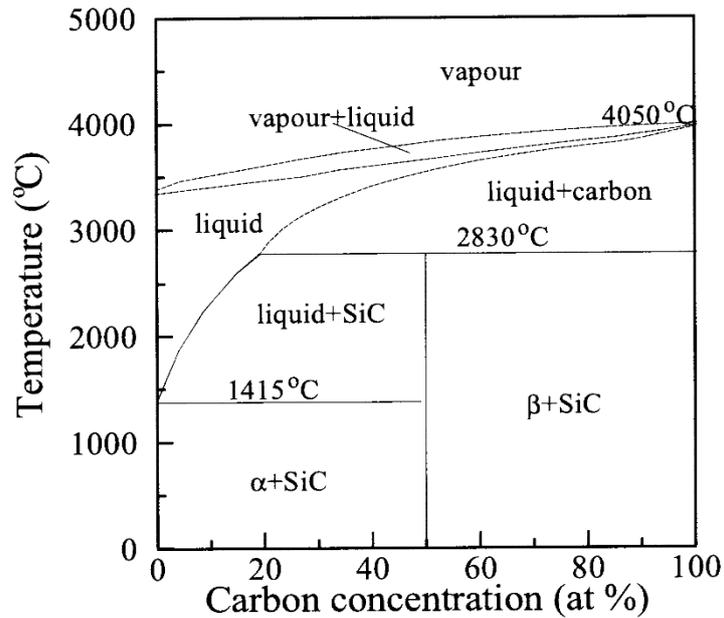


Figure 2 : diagramme de phase du système binaire silicium-carbone [12]

L'état d'équilibre du silicium, défini dans le diagramme de phase de la Figure 2, montre que le silicium atteint son point de fusion à 1415°C, où il passe directement de la phase solide (domaine biphasé) à la phase liquide. Il ne passe pas à une température de transformation allotropique, et ne change pas de domaine solide-solide. Ainsi son comportement mécanique ne subit pas de changement important durant les procédés de mise en forme comme la fonderie. Il est à noter que dans le domaine solide, le silicium est un alphagène (il stabilise la ferrite). Il apparaît donc que le silicium a une déformation plus grande lorsque sa concentration en carbone est plus faible. Le diagramme nous permet de faire l'hypothèse que les substrats (ensemble de cristaux) gardent les caractéristiques thermodynamiques du cristal de silicium.

1.1.1.3 Comportement mécanique cristallin

Si les valeurs données dans le Tableau 1 (module d'Young E , coefficient de Poisson ν et module de cisaillement G) ne sont pas exprimées de façon précises c'est parce que le silicium est anisotrope mécaniquement. L'agencement cristallin ordonné en est la conséquence. Il apparaît des propriétés mécaniques différentes selon les plans et les orientations cristallines.

1.1.1.3.1 Plans cristallins et propriété mécanique

Les orientations et plans cristallins sont définis en cristallographie par les indices de Miller et les indices de directions (Figure 3). Cette notation par indices est largement répandue dans le domaine de la physique et de la métallurgie. Ils permettent de décrire l'agencement ordonné périodique des réseaux de Bravais.

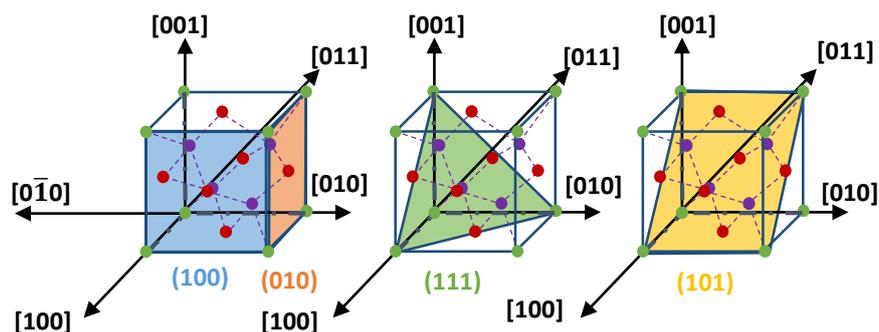


Figure 3 : indices de Miller appliquées à une *structure diamant*. Les vecteurs d'orientation sont indiqués entre crochets et les plans cristallins sont indiqués entre parenthèses.

Pour un réseau de Bravais Cfc, la structure est représentée par quatre nœuds. Les plans cristallins sont représentés par des informations tridimensionnelles entre parenthèses (ex : (100), (311), (220)) tandis que les directions sont notées entre crochets (ex : [100], [211], ...). Lorsqu'un cristal a des propriétés équivalentes dans plusieurs plans ou orientations cristallines, une écriture générale est utilisée pour exprimer ces groupes d'orientations et de plans cristallins. Dans le cas d'une structure Cfc, la symétrie est cubique, alors la notation $\{hkl\}$ permet de désigner les plans : (hkl), (hlk), (khl), (klh), (lkh), (lkh). Dans le cas des orientations cristallines, c'est la notation $\langle uvw \rangle$ qui permet de désigner les directions : [uvw], [vuw], [wuv], [uwv], [vwu], [wvu]. Les indices de Miller ainsi que le réseau de Bravais (Figure 3) sont alors utilisés pour faire le lien entre l'agencement cristallin et le comportement mécanique. Puisque le silicium est un cristal anisotrope mécaniquement, suivant l'agencement des plans, les valeurs fondamentales du module d'Young, du coefficient de poisson ainsi que du module de cisaillement sont différentes. Cependant, les substrats ayant les plans cristallins (100), (010) et

(001) parallèles à la surface (donc des orientations de surfaces de [001], [010] et [100]) auront le même comportement mécanique. Pour parler des plans et des orientations de ces substrats on utilisera alors les désignations {100} et <100> (Figure 4).

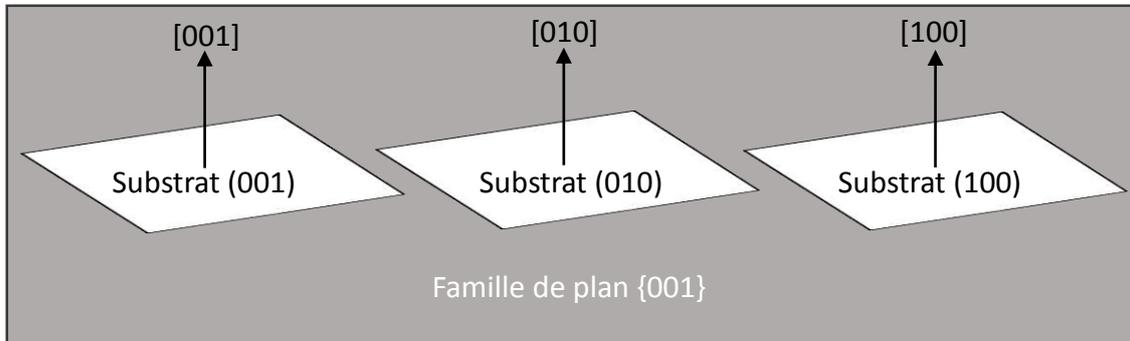


Figure 4 : notation des plans cristallins par rapport aux plans des substrats

Ainsi les paramètres mécaniques peuvent être rassemblés par groupes, dépendant de l'agencement de la structure cristalline. Par exemple, l'identification mécanique d'un seul plan peut être généralisée pour tous les plans de la même famille. Ces identifications sont généralement réalisées par des essais expérimentaux. Malgré le rassemblement des propriétés mécaniques par groupes de familles, il reste fastidieux de faire des essais pour toutes les familles cristallines. Il est alors plus facile de définir les coefficients mécaniques à partir d'un calcul numérique [13]. Pour cela une représentation tensorielle de l'élasticité est utilisée.

Le tenseur d'élasticité définit la loi d'élasticité générale du matériau par la relation de la déformation et de la contrainte. Du fait de ses propriétés fragiles et rigides on peut supposer que la déformation du silicium ne sera que de faible amplitude et linéaire quelle que soit la valeur de l'effort appliqué à celui-ci. La loi de Hook généralisée (1-1) peut alors être utilisée pour caractériser l'interaction entre les contraintes σ et les déformations ε :

$$\bar{\sigma} = \bar{\bar{K}} \bar{\varepsilon} \quad 1-1$$

Les paramètres des contraintes principales $\bar{\sigma}$ et déformations principales $\bar{\varepsilon}$ sont exprimés sous la forme de tenseurs d'ordre deux. Le tenseur d'élasticité $\bar{\bar{K}}$ est un tenseur d'ordre

quatre. En utilisant la notation de Voigt² et la convention de sommation d'Einstein³ dans l'espace de Minkowski⁴, la loi de Hook généralisée peut s'écrire sous la forme tensorielle :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{11} & K_{12} & K_{13} & K_{14} & K_{15} & K_{16} \\ K_{21} & K_{22} & K_{23} & K_{24} & K_{25} & K_{26} \\ K_{31} & K_{32} & K_{33} & K_{34} & K_{35} & K_{36} \\ K_{41} & K_{42} & K_{43} & K_{44} & K_{45} & K_{46} \\ K_{51} & K_{52} & K_{53} & K_{54} & K_{55} & K_{56} \\ K_{61} & K_{62} & K_{63} & K_{64} & K_{65} & K_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad 1-2$$

L'intérêt de l'écriture sous forme tensorielle est la représentation du comportement dans les trois dimensions de l'espace, écriture nécessaire dans les cas de comportement anisotrope. Suivant l'orientation du plan cristallin établie dans la Figure 3, le module d'élasticité ne reflète pas le même comportement mécanique [11]. Dans le cas d'une structure diamant, la symétrie cubique ainsi que les conditions de cisaillement équivalentes pour toutes les directions nous permettent de simplifier les composantes du tenseur d'élasticité sous la forme suivante (1-3) :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{11} & K_{12} & K_{13} & 0 & 0 & 0 \\ K_{12} & K_{22} & K_{23} & 0 & 0 & 0 \\ K_{13} & K_{23} & K_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & K_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & K_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & K_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad 1-3$$

Le tenseur est alors composé de six paramètres distincts. Or la structure diamant du silicium est apparentée à la structure Cfc par simplification. Les études sur l'anisotropie mécanique de cette structure cristalline sont largement répandues [7] [14] [15]. En cristallographie, la forme du module d'élasticité pour la structure Cfc est l'une des plus simples de par sa symétrie cubique. Son comportement est équivalent dans les trois directions principales.

² Les indices 1 à 3 définissent les axes de compression/traction principaux tandis que les indices de 4 à 6 définissent les axes de cisaillement.

³ C'est un raccourci de notation. Un indice répété devient muet et un indice non muet devient libre.

⁴ Espace à 4 dimensions.

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{11} & K_{12} & K_{12} & 0 & 0 & 0 \\ K_{12} & K_{11} & K_{12} & 0 & 0 & 0 \\ K_{12} & K_{12} & K_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & K_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & K_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & K_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad 1-4$$

Dans le cas de la structure Cfc, le tenseur d'élasticité peut être calculé à partir des valeurs fondamentales mécaniques du silicium [14] par la relation :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1 - \nu_{yz}\nu_{zy}}{E_y E_z \Delta} & \frac{\nu_{yx} + \nu_{yz}\nu_{zy}}{E_y E_z \Delta} & \frac{\nu_{zx} + \nu_{yx}\nu_{zy}}{E_y E_z \Delta} \\ \frac{\nu_{xy} + \nu_{xz}\nu_{zy}}{E_x E_z \Delta} & \frac{1 - \nu_{xz}\nu_{zx}}{E_x E_z \Delta} & \frac{\nu_{zy} + \nu_{zx}\nu_{xy}}{E_x E_z \Delta} \\ \frac{\nu_{xz} + \nu_{xy}\nu_{yz}}{E_x E_y \Delta} & \frac{\nu_{yz} + \nu_{xz}\nu_{yx}}{E_x E_y \Delta} & \frac{1 - \nu_{yx}\nu_{xy}}{E_y E_x \Delta} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} \\ \varepsilon_{xy} \end{bmatrix} \quad 1-5$$

G_{yz}
 G_{xz}
 G_{xy}

Avec :

$$\Delta = \frac{1 - \nu_{xy}\nu_{yx} - \nu_{yz}\nu_{zy} - \nu_{zx}\nu_{xz} - 2\nu_{xy}\nu_{yz}\nu_{zx}}{E_x E_y E_z} \quad 1-6$$

Ce tenseur n'est pas celui d'un matériau isotrope. En effet un matériau isotrope a son tenseur d'élasticité défini par :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B & B \\ B & A & B \\ B & B & A \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} \\ \varepsilon_{xy} \end{bmatrix} \quad 1-7$$

D
 D
 D

Avec :

$$A = \frac{E(1 - \nu)}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}$$

$$B = \frac{E\nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad 1-8$$

$$D = \frac{E}{(1 + \nu)}$$

Ainsi les composantes du tenseur d'élasticité peuvent être déterminées à partir de techniques d'identification (exemple : essais mécaniques de sollicitation en traction). Pour ne pas réitérer l'expérimentation pour chaque orientation cristalline, il est plus simple de procéder par calcul numérique [13]. Kaajakari [15] montre qu'à partir d'un tenseur d'élasticité connu, les propriétés mécaniques du silicium pour tous les plans et orientations cristallines peuvent être déterminées à partir de quatre matrices de rotations ($\bar{\mathbf{R}}$) :

$$K_{ijkl} = \sum_{p=1}^3 \sum_{q=1}^3 \sum_{r=1}^3 \sum_{s=1}^3 R_{pi} R_{qj} R_{rk} R_{sl} K_{pqrs} \quad 1-9$$

Les composantes K_{pqrs} appartiennent au tenseur d'élasticité connu. Les matrices $R_{pi}, R_{qj}, R_{rk}, R_{sl}$ sont des matrices de passages qui définissent la position de la nouvelle base cristalline (ijkl) par rapport à l'ancienne base (pqrs). Les composantes résultantes de ce calcul K_{ijkl} sont alors les composantes du tenseur d'élasticité du silicium pour le plan cristallin ijkl. Les modules mécaniques peuvent alors être recalculés pour ce plan à partir des équations 1-5 et 1-6 en procédant en sens inverse. Cela permet à l'expérimentateur de connaître les modules mécaniques qui lui sont nécessaires sans passer par des identifications expérimentales pour chaque orientation et plan cristallin. Kaajakari [15] propose un code Matlab pour déterminer ces tenseurs. Il en est de même pour Lin et al [13] qui proposent un code de calcul sous Python.

La littérature dans le domaine de la physique est riche d'informations sur les propriétés fondamentales de la mécanique pour certaines orientations [14] [16] car le silicium est très utilisé comme substrat pour les expérimentations de films minces. Le Tableau 2 résume les valeurs des coefficients mécaniques trouvées dans la littérature (ou déterminées à partir des codes de calculs proposés par Kaajakari et Lin) pour les 3 plans cristallins les plus utilisés (100), (110) et (111).

Tableau 2 : Valeurs fondamentales des différents coefficients mécaniques pour trois plans cristallins en GPa

Modules	plans cristallins		
	(100) [14]	(110) [14]	(111) [16]
E_x (GPa)	130	169	186
E_y (GPa)	130	169	186
E_z (GPa)	130	130	186
ν_{xy}	0.28	0.064	0.18
ν_{yz}	0.28	0.36	0.26
ν_{zx}	0.28	0.28	0.26
G_{xy} (GPa)	79.6	50.9	57.8
G_{yz} (GPa)	79.6	79.6	58
G_{zx} (GPa)	79.6	79.6	67

À partir des valeurs de la littérature et des équations 1-5 et 1-6, le tenseur de rigidité des plans cristallins {100} ((100), (010) et (001)) s'exprime par [13] :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 167.5 & 63.9 & 63.9 & 0 & 0 & 0 \\ 63.9 & 167.5 & 63.9 & 0 & 0 & 0 \\ 63.9 & 63.9 & 167.5 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 79.6 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 79.6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 79.6 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad 1-10$$

Le tenseur de rigidité pour des plans cristallins équivalents à {110} est, quant à lui, défini par :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 194.5 & 35.7 & 64.1 & 0 & 0 & 0 \\ 35.7 & 194.5 & 64.1 & 0 & 0 & 0 \\ 64.1 & 64.1 & 165.7 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 79.6 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 79.6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 50.9 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad 1-11$$

Le tenseur d'élasticité des plans {100} est le plus simple. Il n'est formé que de 3 composantes puisque ces plans n'ont qu'une valeur de module d'élasticité, de coefficient de poisson et de module de cisaillement. Le plan {100} est tout de même anisotrope. Pour une même contrainte appliquée, même suivant les directions cristallines principales [100], [010] ou [001], les déformations ne sont pas équivalentes. La Figure 5 représente deux substrats monocristallins comportant des cristaux de silicium dont les plans cristallins sont différents. La déformation n'est pas équivalente pour une même contrainte appliquée dans la même direction.

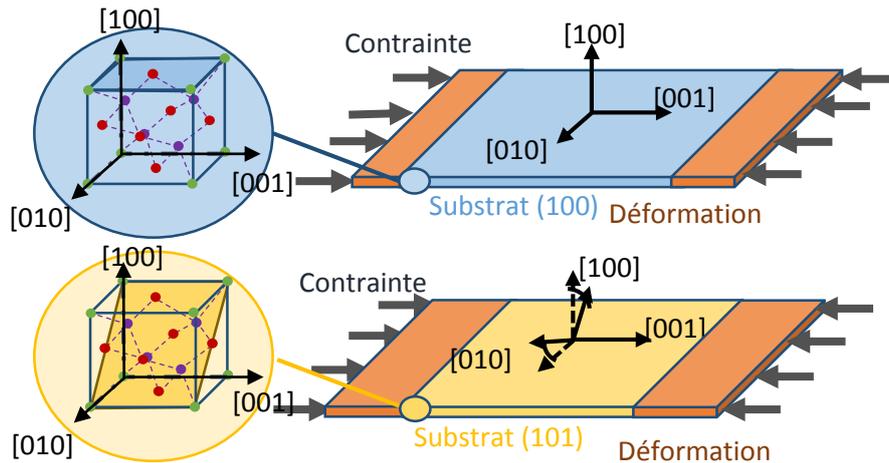


Figure 5 : schéma du comportement mécanique anisotrope dans un substrat de silicium monocristallin

En conclusion, les orientations et plans cristallins ont un impact sur le comportement mécanique du silicium. Il est nécessaire de tenir compte de l'orientation des plans cristallins lors de l'étude des contraintes dans les substrats. La complexité de fabrication des substrats, n'a pas permis de mesurer expérimentalement l'anisotropie présentée au cours de cette étude. Le présent travail s'appuie par la suite sur l'état de l'art concernant les aspects mécaniques mentionnés.

1.1.1.3.2 Orientation cristalline dans le plan et propriétés mécaniques

Si le comportement mécanique du silicium est anisotrope suivant les plans cristallins (en deux dimensions), on peut supposer que c'est aussi le cas pour les orientations cristallines dans le plan (en trois dimensions). Non seulement les réponses mécaniques des substrats sont différentes entre les familles de plans (paragraphe 1.1.1.3.1), mais en plus les cristaux cubiques ont un comportement distinct dans le plan étudié pour chaque famille (Figure 6). Dans le cas d'un substrat (100), le comportement mécanique est le même suivant les orientations principales [010] et [001] comme le montre le tenseur d'élasticité décrit précédemment. Ce n'est pas le cas pour les autres orientations.

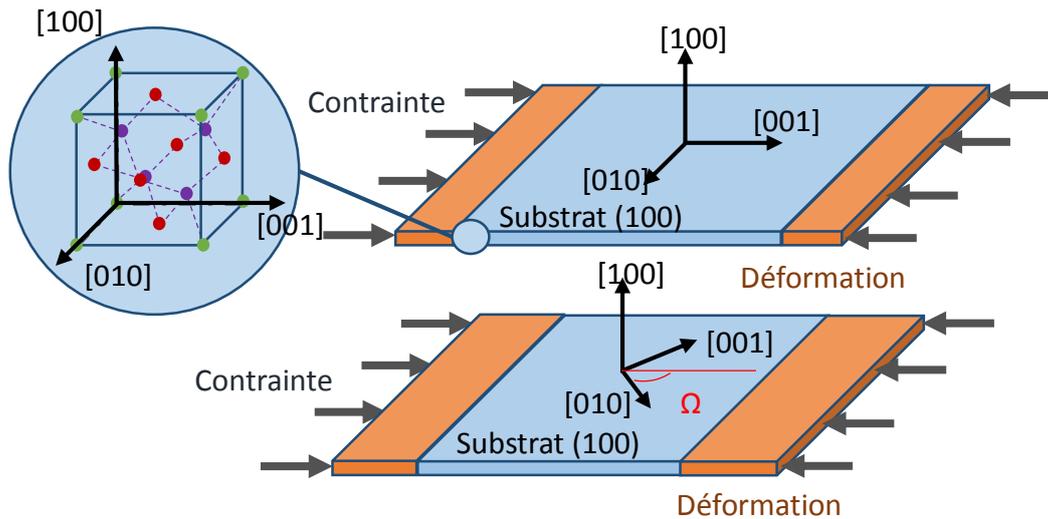


Figure 6 : schéma de l'anisotropie dans le plan

Des essais expérimentaux sur des substrats monocristallins (100) (le plus facile à fabriquer) sont mis en place pour identifier cette anisotropie mécanique. Une méthode d'identification en flexion trois points a été utilisée pour confirmer les travaux de Hopcroft [14] sur l'anisotropie du silicium (100). Pour cela, des poutres ont été découpées dans un substrat monocristallin (100) (Figure 7). Chaque poutre a été soumise à un essai de flexion trois points. La méthode des poutres s'appuie sur des hypothèses sur le matériau⁵, sur l'effort⁶ et la section (Bernoulli⁷ ainsi que Navier-Bernoulli⁸).

⁵ La poutre est généralisée à un cas isotrope, homogène et continu dont la longueur de la ligne moyenne est grande par rapport à la section.

⁶ Les pressions hydrostatiques sont négligées et les efforts appliqués sont invariants.

⁷ Les sections restent planes durant l'essai. L'hypothèse des contraintes planes : les contraintes de striction et le cisaillement est négligé.

⁸ La section droite est constante et évolue uniquement dans le plan. Le gauchissement est négligé.

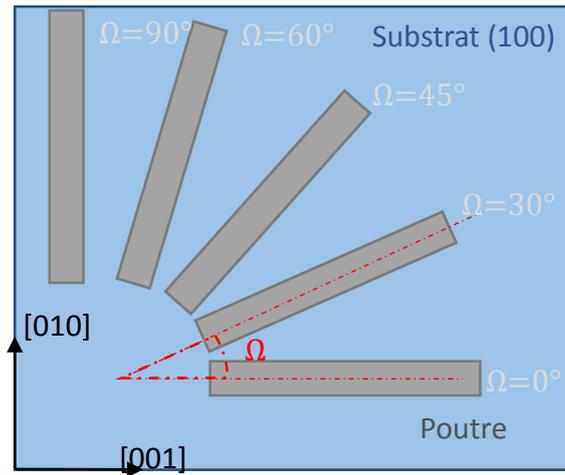


Figure 7 : Découpe de poutres dans un même monocristal

La géométrie des poutres ainsi que la force appliquée étant connues, la mesure de la flèche f permet de calculer le module d'élasticité à partir du théorème des poutres (1-12).

$$f = \frac{P \cdot l^3}{48 \cdot E \cdot I_{Gz}} \quad 1-12$$

Le poids P appliqué sur la poutre provient de masses posées sur une surface de chargement. La précision des masses est de l'ordre de 10^{-2} N (masse de 1 gramme). La longueur l de la poutre est définie entre ses deux points d'appuis solidaires du bâti. Le moment quadratique I_{Gz} dépend des paramètres de la section de la poutre et vaut $bh^3/12$.

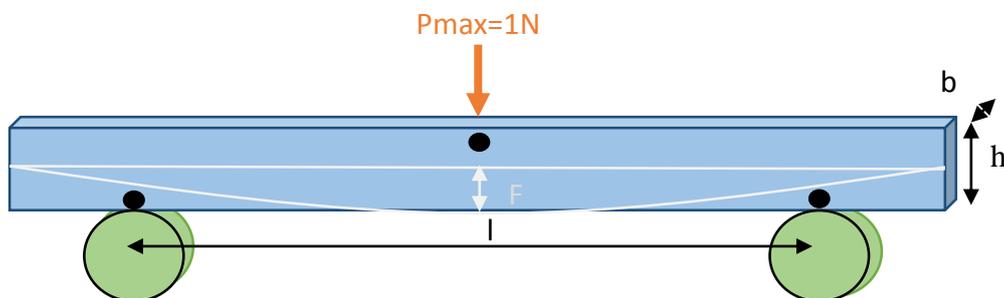


Figure 8 : schéma de l'emplacement des marqueurs

La flèche f est mesurée à partir de la méthode du suivi de marqueurs (Figure 9) expliquée en annexe 1. Le montage mis en place permet de définir la longueur L égale à 80 mm, pour des

poutres de tailles diverses (hauteur $h \approx 8 \text{ mm}$, et épaisseur $B \approx 0.18 \text{ mm}$). On peut supposer que le déplacement mesuré sera très faible ($f \approx 12 \cdot 10^{-3} \text{ mm}$) au vu des caractéristiques géométriques des poutres. C'est pourquoi, la mesure optique nécessite un fort grossissement. Trois caméras (focale 50 mm) mesurent la position des trois marqueurs (de 45 pixels de diamètre).

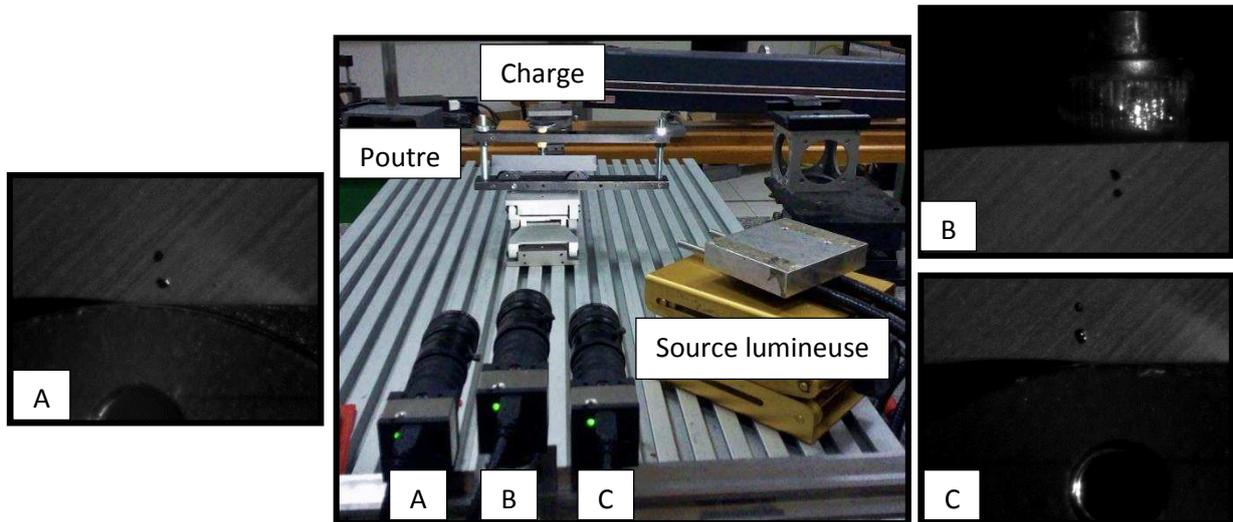


Figure 9 : montage expérimental pour le suivi de marqueur

Dans ce contexte, les risques d'introduire des erreurs de manipulation sont élevés. C'est pourquoi, les incertitudes de mesure doivent être soigneusement prises en compte. Elles sont récapitulées dans le Tableau 3.

Tableau 3 : incertitude de mesure en flexion trois points

Caractéristiques générales des poutres	Épaisseur b (mm)	Hauteur h (mm)	Longueur l (mm)	Poids P (N)	suiti de marqueur (mm)	Mise en place (hors plan) mm
Valeur moyenne	0.18	8.2	79.5	1.5 ⁹	-----	0
Incertitude (+/-)	0.015	0.1	0.1	0.08	$4 \cdot 10^{-3}$	1

D'après Bretagne et al [17], pour un marqueur entre 32 et 50 pixels de diamètre, l'erreur de mesure est comprise entre 0.04 et 0,025 pixel. À partir du montage réalisé, le grandissement étant de $8 \mu\text{m}$ par pixel, on peut définir l'erreur de mesure propre à la méthode de suivi de marqueur d'environ $0.4 \mu\text{m}$. Même si l'erreur calculée ne tient pas compte de l'évolution de l'intensité lumineuse du marqueur (reflet par exemple), celle-ci reste faible par rapport aux

⁹ La phase de chargement est constituée de plusieurs étapes. Un poids de 0.1 N est ajouté jusqu'à obtenir un poids total de 1.5 N. Les incertitudes de mesures liées aux frottements et aux glissements de la poutre aux appuis ne sont pas négligeables dans le cas du montage réalisé.

incertitudes du montage. Les incertitudes de mesures les plus importantes sont liées au déplacement hors plan. En effet, la poutre se déplace légèrement lorsqu'elle se met en place au début du chargement. Elle a, de plus, tendance à flamber à la fin du chargement (tendance due à son moment quadratique faible). C'est pourquoi les premiers et derniers points de mesures ne sont pas pris en compte dans la détermination du module d'élasticité.

Malgré des incertitudes de mesures fortes, une anisotropie mécanique est démontrée par la mesure des modules d'élasticité (Figure 10). Les résultats confirment l'étude de Hopcroft sur l'anisotropie du silicium dans le plan.

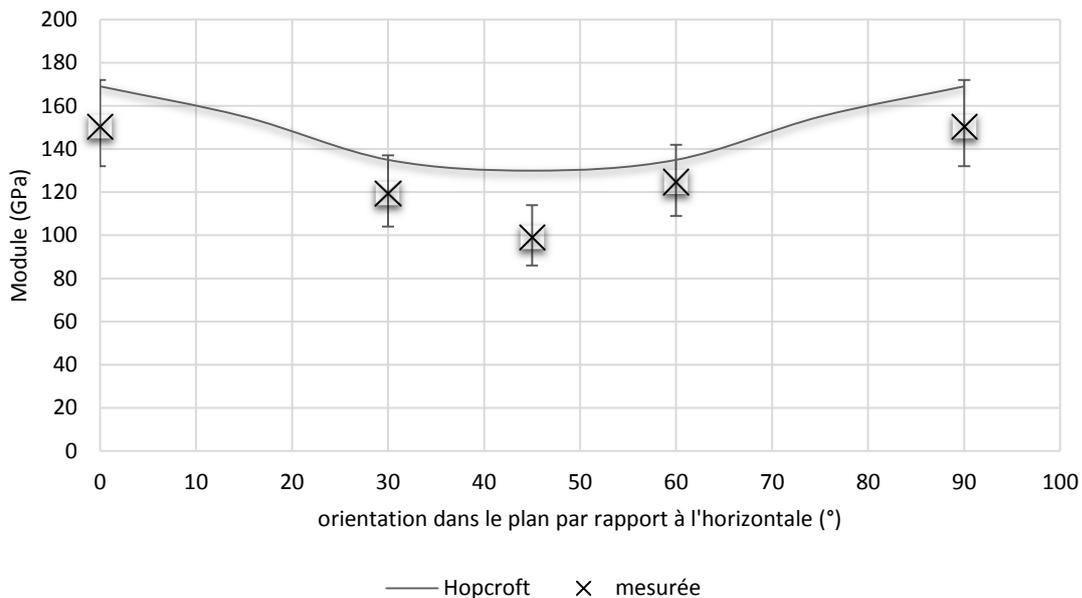


Figure 10 : Variations du module d'élasticité dans le plan cristallin (100)

Ainsi une contrainte appliquée à 45° dans le plan cristallin (100) impliquera une déformation plus grande qu'à 0° ou 90°. On remarque une variation du module d'élasticité maximale de 31%. Cette variation notable du comportement mécanique doit être prise en compte durant l'étude mécanique des substrats. On remarque de plus que les poutres à 0° (orientation [001]) et à 90° (orientation [010]) ont le même comportement mécanique. Cette remarque rejoint le point abordé sur l'écriture du tenseur d'élasticité dans un cristal Cfc.

En conclusion, le comportement mécanique anisotrope du silicium est complexe. Ce comportement risque d'avoir un impact conséquent sur la fabrication des substrats. Malgré l'utilisation d'une méthode de mesure optique déterminant les contraintes, la prise en compte de l'anisotropie mécanique est tout de même importante (l'identification du coefficient photoélastique est abordée dans le Chapitre IV).

1.1.2 Caractéristiques optiques

Certaines propriétés optiques, propres aux matériaux, caractérisent les comportements des milieux en fonction de leurs propriétés isotropes ou anisotropes et des actions extérieures appliquées au milieu. Très peu de matériaux sont réellement isotropes. La plupart du temps, le caractère isotrope résulte d'une simplification du milieu anisotrope. L'hypothèse du comportement isotrope est généralement admise en fonction des conditions de l'étude (échelle de travail, précision voulue...). Dans ce cas les propriétés du milieu sont exprimées sous forme de coefficients caractérisant l'interaction entre le corps et les actions extérieures. Au contraire, dans le cas des études tenant compte d'anisotropie, les propriétés concernées sont exprimées à l'aide de tenseurs.

D'ailleurs, ces propriétés correspondent généralement à un seul type d'actions. Par exemple la propriété piézoélectrique manifeste une évolution de la polarisation diélectrique d'un solide sous l'action de phénomène électrique. La propriété ferromagnétique traduit quant à elle la capacité d'un corps à s'aimanter... Puisque la lumière est décrite comme une onde électromagnétique et que dans notre cas la partie magnétique sera le pendant de la partie électrique, seuls les propriétés du silicium de l'une des deux parties sont nécessaires (ici électrique). La mesure de la réfraction est un moyen d'obtenir des informations sur certaines propriétés du milieu lorsqu'une onde s'y propage. Ce phénomène est dépendant des propriétés optiques du milieu, décrites ci-dessous.

1.1.2.1 Transmittance

La première propriété importante pour l'étude des substrats cristallins en transmission est sa transmittance. La transmittance¹⁰ d'un milieu est le rapport entre le flux lumineux transmis I au travers de celui-ci et le flux lumineux incident I_i .

$$T = \frac{I}{I_i} \quad 1-13$$

La transmittance T et l'absorbance A (aussi appelée densité optique) sont des paramètres liés :

$$T = 10^{-A} \quad 1-14$$

¹⁰ L'inverse de la transmittance est appelé opacité.

Il est très rare de trouver des informations dans la littérature sur la transmittance du silicium dans le proche infrarouge. La plupart du temps les études s'attardent plus sur sa transparence au moyen et lointain infrarouge. On peut alors penser que celui-ci ne commence à être transparent qu'à partir d'une longueur d'onde de 1 μm . Green et al en 1995 [18] ont cependant mesuré l'absorbance du silicium dans les longueurs d'onde du visible et du proche infrarouge. Le diagramme ci-dessous présente leurs travaux. L'échelle de la transmittance est exprimée en pourcentages tandis que l'échelle de l'absorbance utilisée est logarithmique (Log10). L'étude s'intéresse à la transmission du silicium dans les longueurs d'onde entre 900 et 1200 nm.

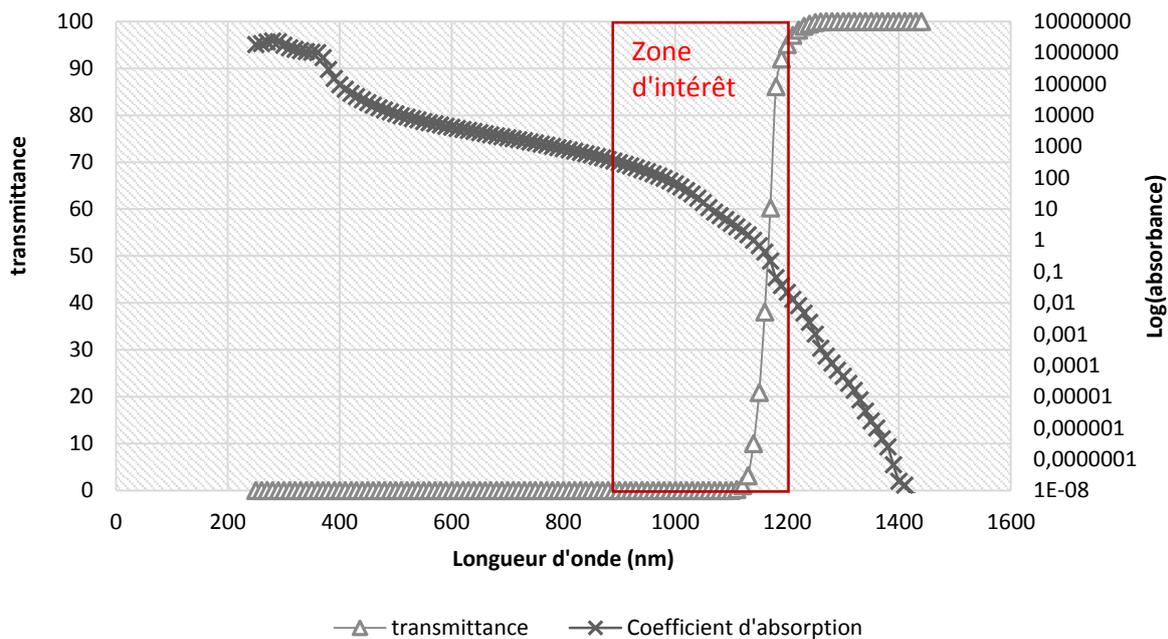


Figure 11 : transmittance et absorbance du silicium

Le silicium commence à être transparent à partir de 900 nm avec une transmittance très faible. Sa transmittance n'est pas nulle au-delà des ondes proches infrarouges.

1.1.2.2 Indice de réfraction et propriété d'imperméabilité

Contrairement à son comportement mécanique, le comportement optique du silicium est défini comme isotrope. Tous les cristaux de structures cubiques le sont selon Nye [11] [19]. Lorsqu'une source incidente se propage dans un cristal de silicium ne subissant aucune sollicitation extérieure, celle-ci ne subit, à priori, pas de variation particulière, hormis la réfraction de l'onde. La propriété traduisant ce phénomène est son indice de réfraction n_0 . Dans le cas des cristaux cubiques, un seul indice de réfraction n_0 est mesuré. Cet indice dépend de la température ambiante, de la pression ainsi que de la longueur d'onde incidente. Dans le cas

d'une pression et d'une température ambiante normale, l'indice optique du silicium se situe respectivement entre 3.62 et 3.56 (Figure 12) pour une longueur d'onde entre 900 et 1000 nm [18] [20] [21].

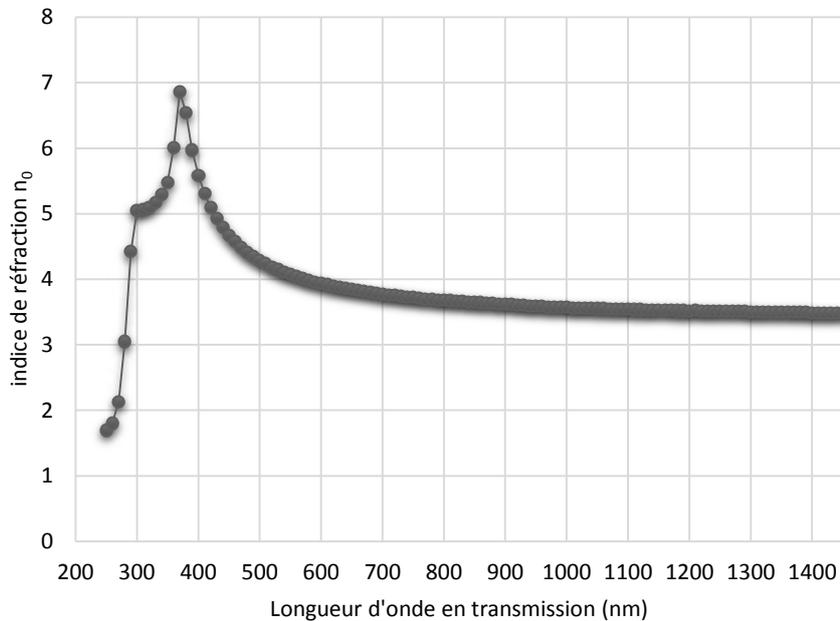


Figure 12 : Indice de réfraction n_0 du silicium cristallin [18]

C'est la propriété d'imperméabilité diélectrique (ou l'inverse de la constante diélectrique principale) qui traduit l'état de réfraction de la lumière dans le milieu. Cet état donne des informations sur la direction de propagation et sur la valeur de l'indice de réfraction. Il s'exprime généralement sous forme tensorielle afin d'avoir une vision tridimensionnelle du problème. Dans le cas du silicium, qui est de forme cubique, le tenseur est symétrique :

$$\bar{\beta} = \begin{bmatrix} \beta_1 & \beta_4 & \beta_5 \\ \beta_4 & \beta_2 & \beta_6 \\ \beta_5 & \beta_6 & \beta_3 \end{bmatrix} \quad 1-15$$

Les composantes du tenseur représentent les indices de réfraction des trois directions principales : $\beta_1 = \frac{1}{n_1^2}$, $\beta_2 = \frac{1}{n_2^2}$ et $\beta_3 = \frac{1}{n_3^2}$. Dans le cas d'un cristal de silicium qui n'est pas sollicité par de quelconques actions extérieures, le tenseur d'imperméabilité peut être simplifié puisqu'il n'y a qu'un seul indice de réfraction : $\beta_0 = \frac{1}{n_0^2}$

$$\begin{bmatrix} \frac{1}{n_0^2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{n_0^2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{n_0^2} \end{bmatrix} \quad 1-16$$

Ce tenseur est géométriquement représenté sous sa forme de quadrique relative appelée indicatrice des indices. L'équation traduisant cette indicatrice est régie par l'équation suivante :

$$\beta_1 x_1^2 + \beta_2 x_2^2 + \beta_3 x_3^2 + 2\beta_4 x_2^2 x_3^2 + \beta_5 x_3^2 x_1^2 + \beta_6 x_1^2 x_2^2 = 1 \quad 1-17$$

Les cristaux de structures cubiques ne subissant aucune sollicitation ont leurs indicatrices représentées par une sphère (Figure 13), tout comme les matériaux isotropes.

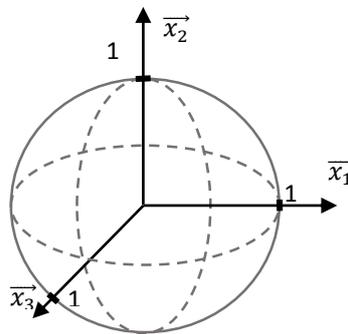


Figure 13: *indicatrice d'un cristal isotrope*

Si, par contre, le silicium est sollicité par une action extérieure, l'onde incidente se divisera en deux ondes ayant des indices de réfraction différents (ce phénomène est expliqué dans le chapitre II). Le silicium devient alors anisotrope optiquement. On dit qu'il est biréfringent. Le tenseur d'imperméabilité diélectrique redevient de forme quelconque et l'indicatrice des indices n'est plus représentée par une sphère mais par un ellipsoïde dont la forme dépend de l'orientation de la déformation. Le cristal devient alors « uniaxe » ou bien « biaxe » suivant l'état de sollicitation. Dans le cas des cristaux uniaxes, l'ellipsoïde est représenté par deux valeurs d'indices. Un de ses axes est défini par l'indice de réfraction n_0 , soit le « rayon ordinaire ». L'autre rayon n'ayant pas le même indice de réfraction, il est appelé « rayon extraordinaire ».

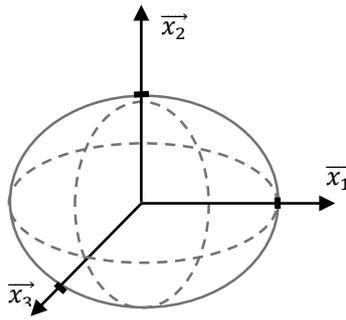


Figure 14: *indicatrice d'un cristal uniaxe*

Les composantes principales du tenseur d'imperméabilité diélectrique sont alors définies comme :

$$\beta_1 = \beta_3 = \frac{1}{n_0^2} \text{ et } \beta_2 = \frac{1}{n_2^2} \quad 1-18$$

Pour un cristal biaxe, en général, aucun des trois axes de l'ellipsoïde n'est défini par rapport à l'indice de réfraction neutre. Les rayons sont dits extraordinaires. L'indicatrice est alors représentée par un ellipsoïde n'ayant pas les mêmes valeurs sur ces trois axes orthogonaux.

En conclusion, le silicium est isotrope optiquement lorsqu'il n'est pas sollicité. Son indice de réfraction est équivalent pour toutes les directions d'onde se propageant au travers. Il est dit biréfringent car son tenseur d'imperméabilité varie en fonction de la sollicitation qu'on lui impose (ce sujet est traité dans le chapitre II). Sa biréfringence est représentée graphiquement par les indicatrices.

1.1.2.3 Propriété piézo-optique

La propriété piézo-optique notée $\overline{\overline{\overline{\pi}}}$ d'un solide exprime l'évolution du tenseur d'imperméabilité $\Delta\beta$ du milieu considéré sous l'action d'une contrainte mécanique¹¹ $\overline{\overline{\sigma}}$ appliquée :

¹¹ Si l'évolution du tenseur d'imperméabilité est induite par des champs électrique ou magnétique extérieurs, alors ce sont les tenseurs électro-optique et magnéto-optique qui traduisent ces variations.

$$\overline{\Delta\beta} = \overline{\overline{\pi}\overline{\sigma}} \quad 1-19$$

Puisque le silicium est isotrope optiquement, la variation des indices de réfraction est définie comme :

$$\begin{aligned} \Delta\beta_1 &= \beta_1 - \beta_0 \\ \Delta\beta_2 &= \beta_2 - \beta_0 \\ \Delta\beta_3 &= \beta_3 - \beta_0 \end{aligned} \quad 1-20$$

Le tenseur piézo-optique de la structure Cfc est un tenseur symétrique [22]. Le silicium fait partie de la classe des cristaux cubiques m3m dont les axes cubiques sont quaternaires [11]. Le tenseur est donc représenté par :

$$\overline{\overline{\pi}} = \begin{bmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} \end{bmatrix} \quad 1-21$$

Puisque cette propriété traduit l'état optique en fonction de l'état mécanique, il est normal de retrouver la forme tensorielle du tenseur d'élasticité. Les variations d'imperméabilité diélectrique principales et les contraintes principales s'écrivent alors sous la forme :

$$\begin{bmatrix} \Delta\beta_1 \\ \Delta\beta_2 \\ \Delta\beta_3 \\ \Delta\beta_4 \\ \Delta\beta_5 \\ \Delta\beta_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} \quad 1-22$$

Ce tenseur est propre au matériau. Il est défini dans la base du cristal. Ce tenseur est exprimé différemment selon l'orientation des contraintes dans cette base cristalline. Dans le cas de mesure dans les substrats, ce tenseur est aussi dépendant de l'orientation cristalline dans la base principale du substrat. Il faut alors utiliser des matrices de passages pour exprimer ce

tenseur dans la base du substrat. Après avoir appliqué ce changement de base, les composantes du tenseur piézo-optique sont exprimées en fonction de l'orientation cristalline (tridimensionnelle) et de l'orientation de la contrainte dans la base du substrat. Ces questions ont été largement abordées en physique des cristaux [11] [19]. Ce développement montre qu'il faut tenir compte de l'anisotropie mécanique dans la mesure optique.

Les composantes du tenseur sont généralement obtenues à partir de techniques expérimentales complexes nécessitant des moyens importants [23] [24]. Biegelsen [25] a par exemple utilisé des ondes acoustiques pulsées (0.5µsec) à 225 MHz dans un cube de silicium d'orientation cristalline connu (1 cm³) couplé à un laser de longueur d'onde de 3.39 µm. À partir de la mesure de la vitesse acoustique et de l'indice de réfraction de l'onde se propageant dans le cube, il détermine les coefficients du tenseur piézo-optique par la formule :

$$I' = \frac{I_b}{I} = \sin^2 \left(\frac{\pi^2}{2\lambda_0^2} \left(\frac{l_T}{h_T} \right) \frac{\pi^2 n^6}{\rho v^3} P_{ac} \right) \quad 1-23$$

L'intensité lumineuse en sortie I' est définie comme la division de l'intensité diffractée sous l'angle de Bragg I_b par l'intensité lumineuse transmise I . Cette intensité dépend de la longueur d'onde de la source lumineuse dans le vide λ_0 , de la densité du silicium ρ , de la vitesse v , de la puissance acoustique P_{ac} de l'onde et de la taille du transducteur (h et l). Toutes ces valeurs sont connues, ainsi le coefficient piézo-optique π' peut être extrait de la formule (1-23). L'étude suivante n'essaie pas de déterminer les composantes des tenseurs piézo-optiques. Nous allons uniquement les utiliser.

1.1.2.4 Coefficient photoélastique

Le coefficient photoélastique¹² C est exprimé en fonction du tenseur piézo-optique et de l'indice de réfraction n_0 . Les deux tenseurs sont liés par l'expression :

$$\bar{C} = \frac{n_0^3}{2} \bar{\pi}^{-1} \quad 1-24$$

Ce coefficient est plus communément utilisé comme la représentation du tenseur piézo-optique par une valeur algébrique. Gamarts et al [19] comptent parmi les premiers auteurs qui, en 1993, montrent que le coefficient photoélastique du silicium est dépendant de l'orientation

¹² L'effet piézo-optique et l'effet photoélastique traduisent le même effet : une évolution des propriétés optiques en fonction d'une sollicitation mécanique sous forme de contraintes.

crystalline et de la contrainte. Ils montrent également que le plan cristallin (111) est l'unique plan isotrope ayant un coefficient photoélastique équivalent à :

$$C = \frac{n_0^3}{6} (\pi_{11} - \pi_{12} + 2\pi_{44}) \quad 1-25$$

Comme pour les propriétés mécaniques, le plan (111) est isotrope. C'est pourquoi cette orientation est l'une des plus utilisées dans le domaine de la physique (réalisation de substrats pour l'étude des couches minces) (12). Pour le plan cristallin (100), Gamarts et al définissent le coefficient photoélastique comme :

$$C = \frac{-n_0^3}{2} \frac{(\pi_{11} - \pi_{12})\pi_{44}}{\sqrt{(\pi_{11} - \pi_{12})^2 \sin^2(2\beta) + \pi_{44}^2 \cos^2(2\beta)}} \quad 1-26$$

Le coefficient est dépendant de l'orientation β de la contrainte appliquée par rapport au repère du tenseur piézo-optique. Il est aussi dépendant de l'orientation cristalline via les composantes du tenseur piézo-optique. Gamarts [19] montre que si cette anisotropie est ignorée, alors le calcul des contraintes est erroné d'au maximum 11%.

Les orientations cristallines sont des paramètres maîtrisés et généralement connus durant la fabrication de certains substrats. C'est rarement le cas pour l'orientation des contraintes résiduelles. Bien que les paramètres du tenseur piézo-optiques soient difficiles à obtenir, les coefficients photoélastiques sont plus simples à déterminer expérimentalement. C'est pourquoi cette étude se focalisera plus sur ce paramètre au chapitre IV. Une méthode pour déterminer les coefficients est proposée.

1.2 Procédés de fabrication des substrats photovoltaïques

La caractéristique de semi-conducteur intrinsèque/extrinsèque¹³ du silicium en fait un élément de choix pour le solaire. En effet, le silicium n'est utilisé qu'en tant que substrat sur lequel un dépôt « n-p » est ajouté. Ce sont ces dépôts chimiques, plus généralement appelés impuretés, qui modifient les caractéristiques électriques du silicium. Suivant les impuretés utilisées, des électrons sont ajoutés ou enlevés à la surface du silicium. Les substrats étudiés n'ont pas encore reçu ce dopage. Ainsi l'étude ne tient pas compte des effets liés à ces dépôts.

¹³ Un semi-conducteur intrinsèque est un semi-conducteur parfaitement pur, c'est-à-dire sans défaut de structure ni impureté (les substrats monocristallins sont presque purs). Il conduit très peu le courant. Un semi-conducteur extrinsèque doit être dopé « n-p » afin de conduire le courant.

Il faut être particulièrement rigoureux lors de la fabrication des substrats. En effet les substrats sont des éléments quasi-purs, dont l'arrangement atomique est structuré et les procédés de fabrication permettant cette qualité de substrat sont régis par de multiples lois d'ordre physicochimique. Il existe différents procédés de fabrication et en conséquence des substrats de silicium variés.

Depuis la création des premiers panneaux solaires, les méthodes de la métallurgie, de la chimie et de l'abrasion ont évolué afin de diminuer le coût de la production, d'augmenter la durée de vie des panneaux et d'améliorer leur rendement [3]. Pour cela, les industries du photovoltaïque (PV) réalisent des lingots plus gros (450 Kg aujourd'hui), augmentent la cadence de production et modifient leurs processus de dépôt. Cependant la succession des étapes de fabrication reste quasiment inchangée. Les lingots obtenus par procédé de fonderie sont produits en grandes dimensions pour ensuite être découpés en briques (squaring, grinding) puis en substrats (wafering). Ils sont par la suite traités chimiquement, dopés et montés en séries pour former un panneau. La Figure 15 présente les étapes de fabrication associées à cette étude. Seules les étapes subies par les substrats étudiés sont présentées ici.

Raffinage	Réduction carbothermique Purification (chimique/métallurgique) Siemens Elkem ...		
Cristallisation	Czochralski	Solidification dirigée	Solidification dirigée avec germe
Mise en forme	Squaring Grinding Wafering		
Substrats	Monocristallin	Polycristallin	Mono-like

Figure 15 : étapes de fabrication des substrats

1.2.1 Raffinage du silicium

Les substrats étudiés proviennent d'une épuration contrôlée du silicium. Dans le domaine de la métallurgie on parle de grade de qualité en fonction de la pureté des lingots obtenus. Les premières étapes de fabrication comprennent la création de lingot de qualité métallurgique (MG_Si). Ces lingots sont purs à 99% (2N) et obtenus dans le four à arcs électriques classique par la mise en fusion de la silice et du carbone à 1415°C. Les granulats en sortie sont par la suite purifiés à 99.99% (4N) par d'autres procédés complexes. Il existe plusieurs méthodes de purification du silicium d'ordre plutôt métallurgique [26] ou chimique [27]. Par exemple pour

la méthode métallurgique, un creuset est utilisé pour contenir les granulats et le tout est chauffé à 1500°C dans une atmosphère contrôlée avec un gaz noble. Cette montée en température permet de désolidariser les impuretés du silicium. Un refroidissement lent contrôle la remontée des impuretés pour produire un laitier. Le silicium étant soumis à un refroidissement lent, des grains de grosses tailles sont visibles après purification.

1.2.2 Procédés de fonderie

Avec le temps plusieurs procédés de fonderie ont vu le jour et ont été utilisés dans l'industrie du PV¹⁴. Les procédés utilisés étant très nombreux, nous nous contenterons d'évoquer les méthodes classiques. Aujourd'hui les méthodes de fonderie permettent de réaliser des lingots de plus de 450 kg (Figure 16). Ces différentes méthodes peuvent être regroupées en fonction de l'état d'équilibre des phases durant la fabrication. Les groupes des méthodes de solidification sont les plus représentés avec 80% du marché. Un refroidissement graduel de la phase liquide est utilisé dans tous les cas pour les méthodes de solidification.



Figure 16 : Exemple de lingot de silicium de 450kg

1.2.2.1 Lingots monocristallins

Les substrats monocristallins proviennent en général de lingots obtenus par la méthode de Czochralski [28]. Ces lingots sont caractérisés par un agencement atomique quasi parfait. Les procédés de fabrication ordonnent l'agencement atomique de telle sorte qu'il est admis de définir des lingots de plusieurs centaines de kilogrammes avec une seule orientation cristalline.

¹⁴ Certaines méthodes restent ponctuelles dans le temps et ne sont plus utilisées tandis que d'autres sont toujours d'actualité.

On peut faire l'hypothèse que le comportement mécanique du lingot est le même que celui de la structure cristalline définie dans le sous-chapitre précédent.

Les moyens de mise en œuvre nécessitent deux systèmes mécaniques :

- La partie inférieure comprend un creuset ainsi qu'un élément chauffant comme une induction haute fréquence ou encore un chauffage résistif. Le creuset qui accueille le silicium doit être constitué d'un matériau neutre chimiquement car sa température de fusion est haute (1414°C). La plupart du temps ce sont des creusets en quartz qui sont utilisés. Les éléments chauffants permettent de maintenir l'état liquide du silicium durant toute la manipulation.
- La partie supérieure est une tête de tirage. Elle est composée de mécanismes permettant la rotation et la translation d'un germe cristallin. C'est ce germe qui définit les orientations cristallines du lingot. Il a été tout d'abord travaillé et affiné pour éviter tout défaut cristallographique.

Le principe de mise en œuvre peut être résumé ainsi : L'étape de cristallisation débute par une montée en température du silicium au point de fusion. Lorsque la surface à l'air du silicium en fusion se trouve à la température limite de solidification, un germe monocristallin est plongé dans le liquide en fusion. La surface du liquide doit être la plus plate possible afin d'éviter certains défauts. Le silicium liquide se solidifie lentement sur le germe tout en suivant l'orientation cristallographique. À partir de la tête de tirage, avec un mouvement de rotation, le silicium en fusion se transforme en un lingot monocristallin. La croissance débute par la réalisation de la tête du cristal. Cette tête, qui devient de forme conique, permet d'atteindre lentement le diamètre nominal. Le tirage du lingot qui s'ensuit doit avoir son diamètre le plus stable possible. Pour cela il ne faut pas de variation de vitesse de rotation et de translation. À la fin du processus, le cristal est sorti et rejoint une base de refroidissement.

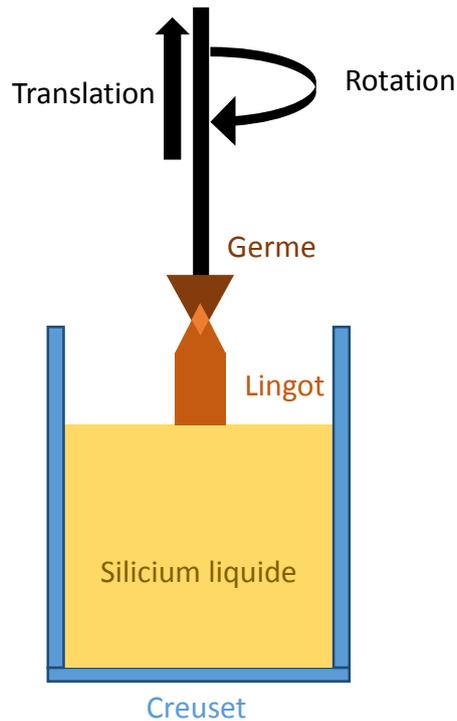


Figure 17 : schéma du procédé de Czochralski utilisé pour former des substrats monocristallins

La méthode nécessite un contrôle précis de la température et de la vitesse de tirage tout au long de la manipulation. La perfection du cristal est souvent liée à la précision mécanique du dispositif de tirage ainsi qu'au dispositif thermique entourant le creuset.

1.2.2.2 Lingots polycristallins

Les substrats polycristallins monophasés sont les plus répandus et les moins coûteux. Ils proviennent de lingots réalisés par divers procédés. Les procédés les plus connus restent ceux du type solidification dirigée (HEM, TCVP ou encore Bridgman-Stockbarger). Les lingots étudiés provenant de cette dernière technique de solidification, nous nous intéresserons uniquement à ce procédé. La technique de solidification dirigée de Bridgman-Stockbarger permet de contrôler la cristallisation d'un mélange stœchiométrique¹⁵. Le but est de créer un gradient thermique entre deux zones chauffées contrôlables et de diriger la solidification par changement de température pour permettre une solidification à l'interface solide/liquide du silicium progressivement sur tout le lingot (Figure 18).

Il existe plusieurs dispositifs, horizontal ou vertical, avec une charge partiellement ou complètement fondue. Comme toute méthode de fonderie, le choix du matériau du creuset est

¹⁵ C'est un mélange dont tous les réactifs sont censés être totalement consommés. Ici c'est le silicium.

déterminant car il peut être la cause de germinations et de contaminations modifiant la qualité cristalline du produit final.

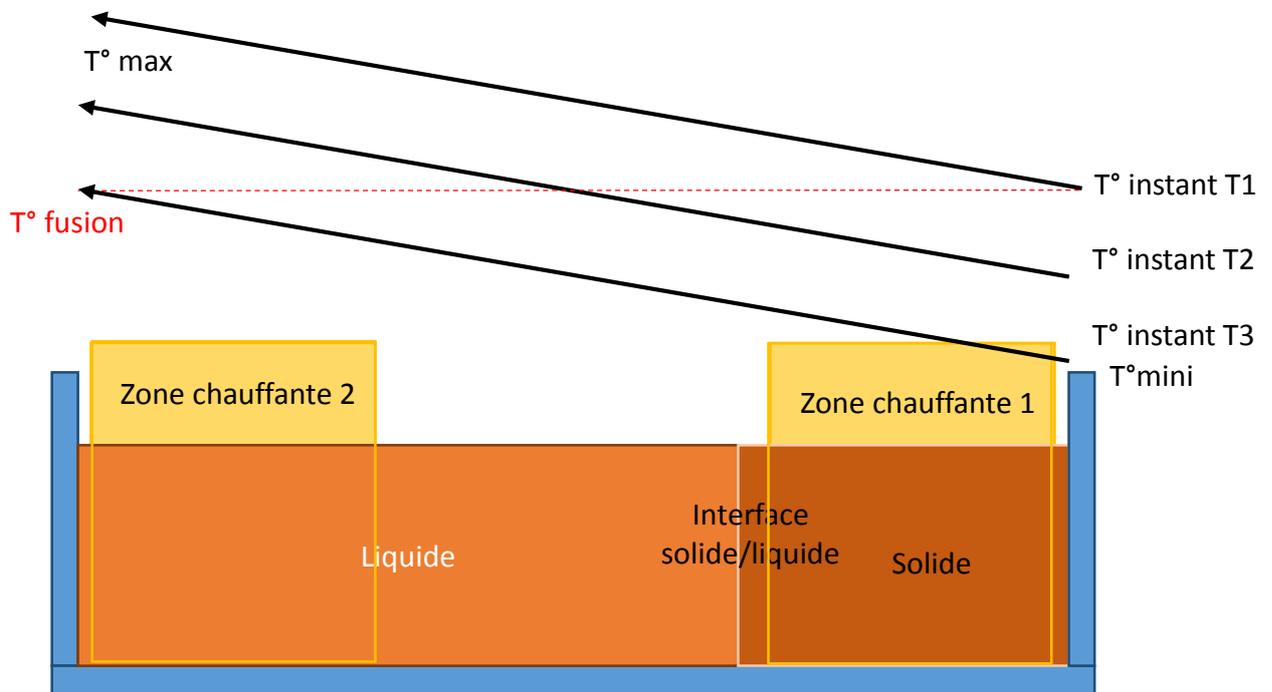


Figure 18 : Principe de fonderie en solidification dirigée utilisé pour former des substrats polycristallins

Les lingots sont alors composés de plusieurs grains et joints de grains d'orientations cristallines aléatoires. Le module d'élasticité et le coefficient photoélastique sont hétérogènes et de valeurs différentes dans le lingot. Cependant ce procédé de solidification dirige la croissance cristalline. Cela signifie que le comportement mécanique n'est pas aléatoire. L'annexe 2 précise ce que sont des grains et des joints de grains.

1.2.2.3 Lingots quasi-mono (ou mono-like)

Tout comme les polycristallins, les substrats mono-like sont composés de plusieurs grains et joints de grains. Suivant les procédés de fabrication, les grains sont plus ou moins étendus et plus ou moins nombreux. Le creuset utilisé pour porter à fusion le silicium est similaire à celui qui est utilisé pour fabriquer les lingots polycristallins (Figure 19). Seulement dans ce cas de gros germes de même plan cristallin sont tapis dans le fond du creuset. Ce sont ces germes qui dirigent la croissance cristalline. Elles permettent de choisir l'orientation cristalline du lingot et de former de gros grains (d'où le nom de quasi-mono). La solidification est alors dirigée du bas du creuset jusqu'en haut de celui-ci.

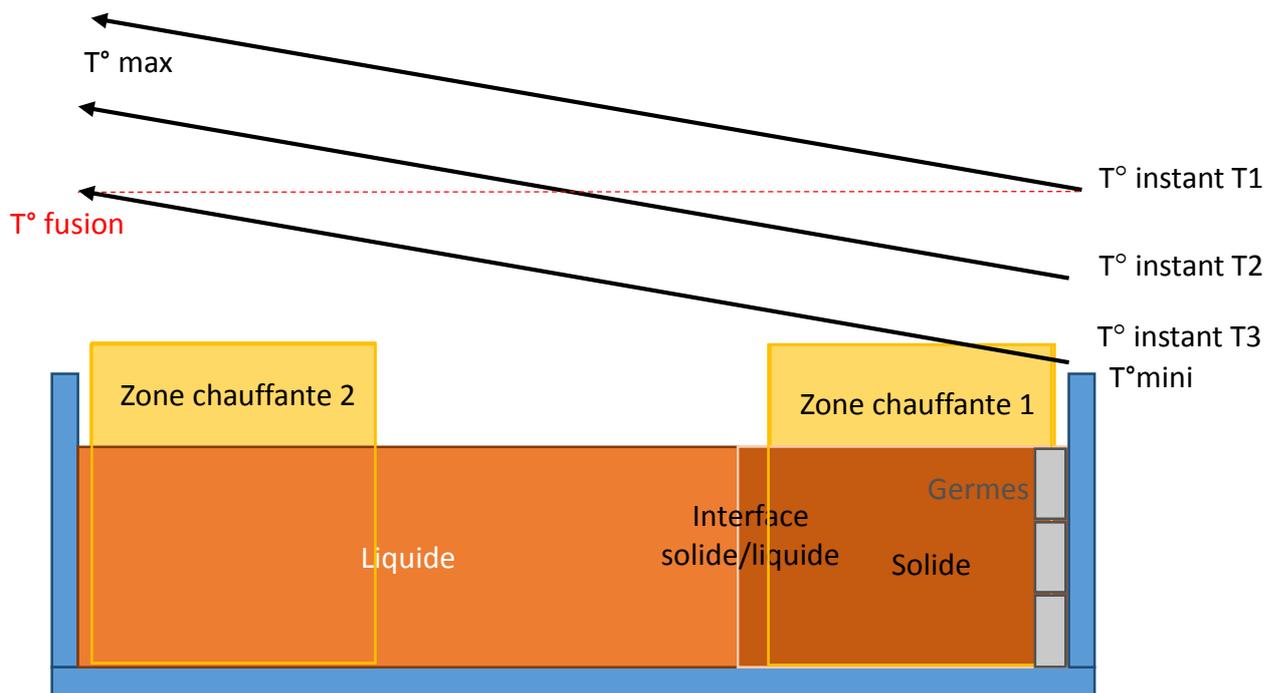


Figure 19 : Principe de fonderie en solidification dirigée utilisé pour former des substrats mono-like

1.2.3 Procédés de découpe

Une fois ces différents lingots obtenus, il est nécessaire de les transformer en substrats. Aujourd'hui les méthodes de découpe ont un rôle très important dans l'industrie solaire d'un point de vue mécanique et économique. Ces procédés reviennent environ à 15% du prix du panneau solaire. La chaîne de production compte trois étapes de découpe. Les découpes par « abrasion »¹⁶ sont les seuls moyens économiques d'usiner et de polir des matériaux très fragiles avec des caractéristiques de dureté très haute. La première étape permet de transformer les lingots en briques de 156*156 mm² (le squaring). La suivante enlève les bords les plus impurs (le grinding ou cropping). Et la dernière étape transforme les briques en substrats de 200 μm d'épaisseur environ (le wafering). Trois méthodes de découpe sont communément utilisées. Ces découpes, chacune ayant ses avantages et ses inconvénients, sont présentées par la suite.

¹⁶ On parle autant d'abrasion pour l'usinage que pour le polissage.

1.2.3.1 Découpe à bande

La découpe à bande est aujourd'hui désuète dans l'industrie PV. Elle était utilisée avant 2010 pour les deux premières étapes de découpe (squaring et cropping). La bande, robuste mais très large, causait une perte de matière élevée. Le processus était lent puisqu'au maximum 15 découpes peuvent se faire en parallèle sur un lingot.



Figure 20 : lingot découpé à la scie à bande

1.2.3.2 Découpe diamant

La découpe au fil diamanté remplace la découpe à bande pour le squaring. Elle est aussi très utilisée pour le cropping et le wafering. Pour les trois étapes de découpe, les dispositifs sont différents (Figure 21) mais le principe de base reste le même. Ce procédé d'abrasion a l'avantage de découper un grand nombre de matières en parallèle (des centaines pour le wafering). La taille du fil assure une perte de matière négligeable par rapport à la découpe à bande (0.36 mm de perte contre 1-2 mm pour la scie à bande). Son intérêt est certain pour l'industrie PV. La recherche R&D est largement présente dans ce domaine.

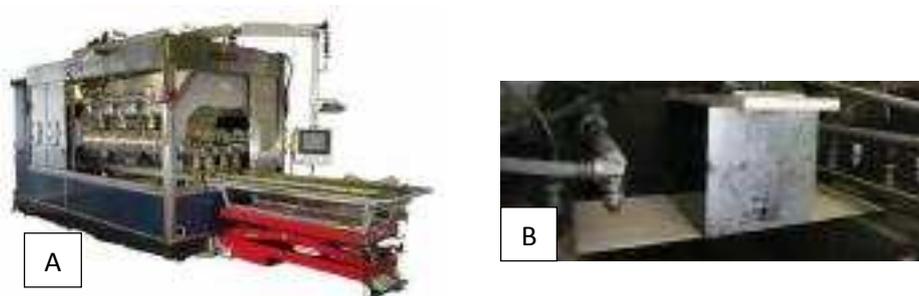


Figure 21 : machine de cropping au fil diamanté (a) et découpe à la scie multi-fils (b)

Les dispositifs de découpe sont composés d'un fil d'acier (ou plusieurs) enroulé et tendu autour de plusieurs cylindres lui conférant une vitesse de découpe et une tension quasi équivalente sur tous les brins de découpe. Des particules de diamant sont liées au fil d'acier. Ainsi la découpe diamant peut être définie par deux corps (Figure 22). Un corps sert d'abrasif (le fil diamanté) tandis que l'autre est abrasé (le silicium).

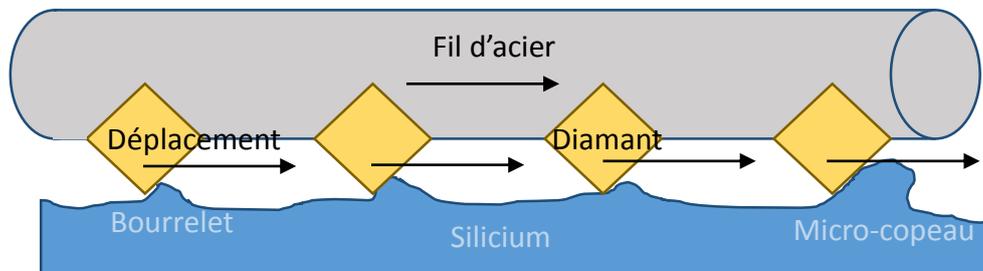


Figure 22 : schéma de principe de la découpe par fil diamanté

Dans le domaine de la tribologie, la découpe au fil diamanté est définie comme une « abrasion deux corps ». Le diamant, défini comme un « super-abrasif », est souvent utilisé pour des tâches spécifiques. « L'abrasion deux corps » arrache la matière. Le diamant garde une trajectoire rectiligne, et par glissement, enlève la matière en arrachant des micros-copeaux (enlèvement de matière) et des bourrelets (déplacement de matière) (Figure 23).

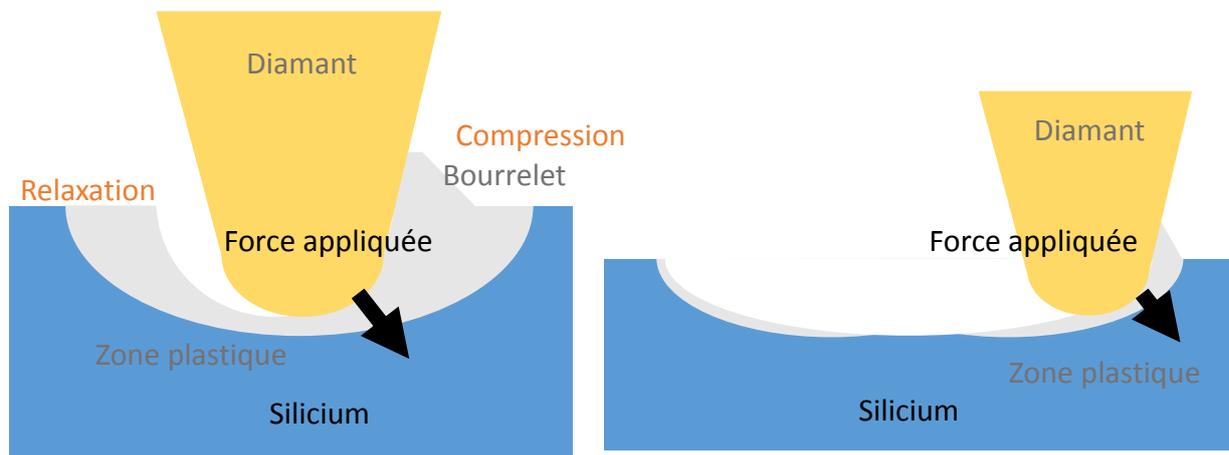


Figure 23 : principe de la découpe diamant

Cette découpe induit des contraintes de cisaillement et de compression dans les zones plastiques conduisant à des phénomènes de propagation de microfissures selon Felder [29]. Des sillons sont visibles à l'œil nu sur les substrats découpés au fil diamanté en lumière réfléchi. On remarque une orientation de découpe bien définie, rectiligne au microscope

interférométrique (Figure 24). La découpe détériore la surface en créant des sillons d'environ 3 μm de profondeur.

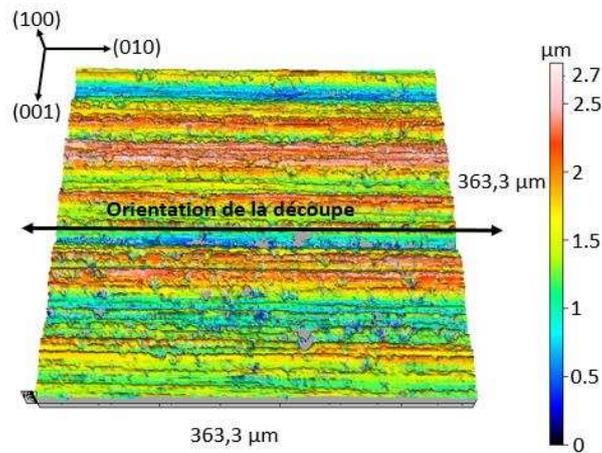


Figure 24 : état de surface d'un substrat découpé au fil diamanté obtenu par microscope interférométrique

Cependant ce processus a un coût relativement élevé et a l'inconvénient d'être difficile à mettre en œuvre. Par exemple, la taille des grains joue un rôle prépondérant. Il est difficile de tailler tous les grains à la bonne dimension (critère : nombre de Grit) pour une bonne répartition granulométrique. Les super-abrasifs tels que le diamant ont nécessairement des caractéristiques mécaniques et thermiques particulières pour l'utilisation. Cela induit une fabrication complexe.

Leur dureté extrême leur procure un pouvoir abrasif important et les grains évoluent relativement peu durant le fonctionnement. Leurs indices de friabilité étant élevés, les grains évoluent plutôt par rupture durant l'utilisation, apportant des arêtes tranchantes accélérant le processus de découpe. Une cartographie de l'épaisseur de substrats découpés au fil diamanté montre une épaisseur assez constante sur toute la surface, confirmant le peu d'évolution des particules de diamant (Figure 25).

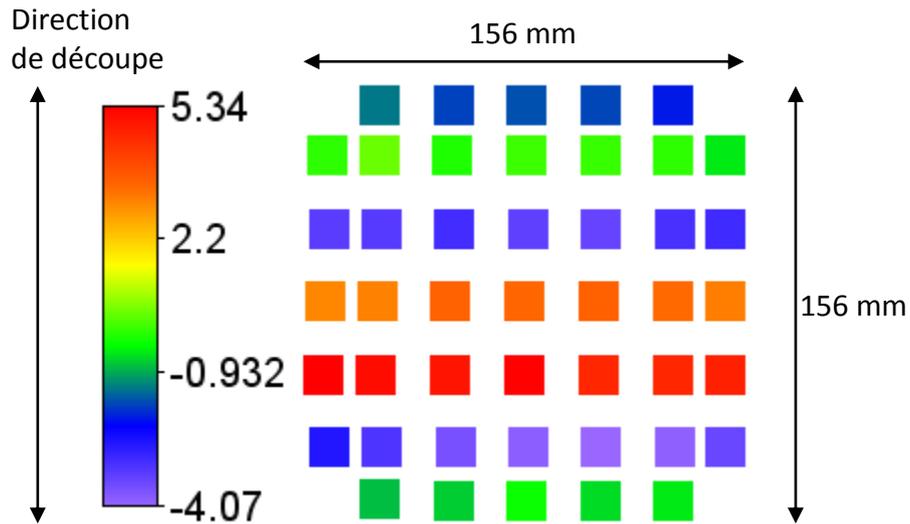


Figure 25 : variation de l'épaisseur sur un substrat découpé au fil diamanté

L'intérêt de « l'abrasion deux corps » est de conserver une épaisseur constante sur tout le substrat. Les surfaces restent parallèles durant le processus de découpe avec le dispositif multi-fil (Figure 26).

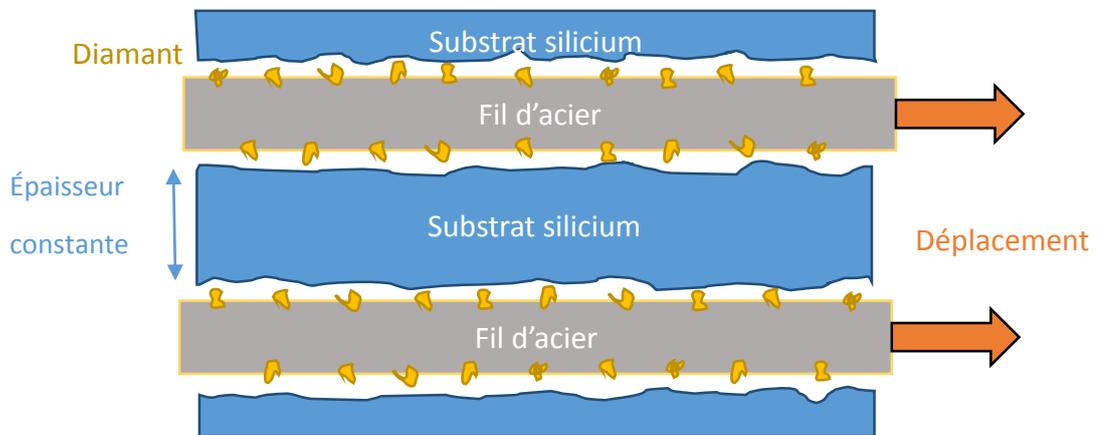


Figure 26 : principe de découpage multi-fil par abrasion deux corps

Les différents types de substrats découpés au fil diamanté sont présentés dans l'Annexe 3.

1.2.3.3 Découpe slurry

La découpe slurry est très utilisée pour l'étape de wafering. Elle a été utilisée durant le processus de squaring mais a été très vite remplacée par la découpe diamant. Tout comme la découpe au fil diamanté, la découpe slurry est une découpe par abrasion. Elle a aussi l'avantage de réaliser un grand nombre de coupes en parallèle (une centaine) grâce à un fil relié entre des cylindres le mettant en mouvement. La perte de matière est négligeable. Tout comme la découpe au fil diamanté, cette méthode est en développement constant.

Le dispositif de découpe comprend un fil d'acier enroulé et tendu autour de plusieurs cylindres et du slurry. Ce sont des particules libres de carbure de silicium (SiC) mélangées dans une solution huileuse. Le SiC est considéré comme « abrasifs conventionnels », un matériau fabriqué industriellement. Il ne se trouve pas à l'état naturel et il est relativement facile de le mettre en œuvre (frittage à chaud par exemple). La granulométrie et la taille des grains sont alors un paramètre ajustable, ce qui en fait une technique relativement peu coûteuse. Contrairement à l'abrasion au fil diamanté, la découpe par procédé slurry est définie comme une « abrasion trois corps », plus lente et plus énergivore (Figure 27). Le slurry est un corps servant d'abrasif, le fil apporte l'énergie nécessaire à l'abrasion, tandis que le silicium est la pièce à découper.

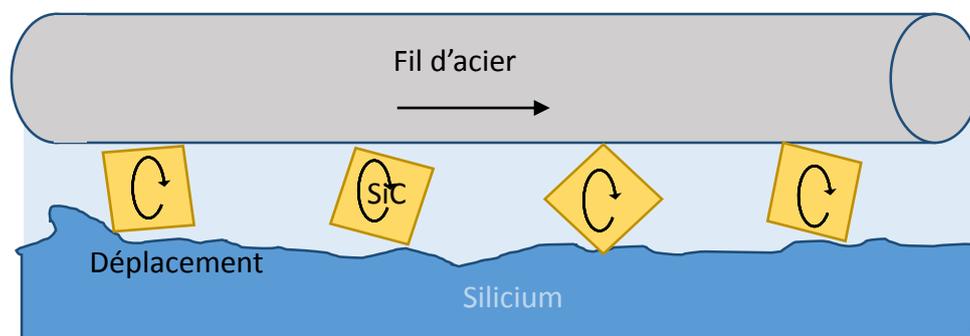


Figure 27 : Schéma du principe de découpe par procédé slurry

Un fil d'acier se déplace rectilignement, mettant ainsi en mouvement les grains libres. Sous l'action de la force normale et du déplacement, les grains créent des microfissures [29] et plastifient la zone d'impact (Figure 28).

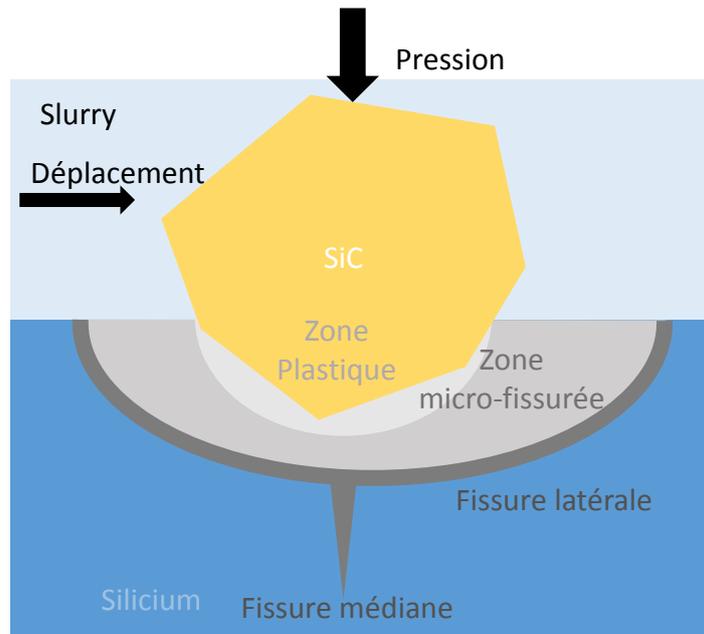


Figure 28 : schéma du principe de la découpe par procédé slurry

La trajectoire de ces grains durant l'utilisation est composée d'un mouvement de glissement et de roulement. La mesure par interférométrie optique montre un agencement aléatoire de la surface sans orientation de découpe visible (Figure 29).

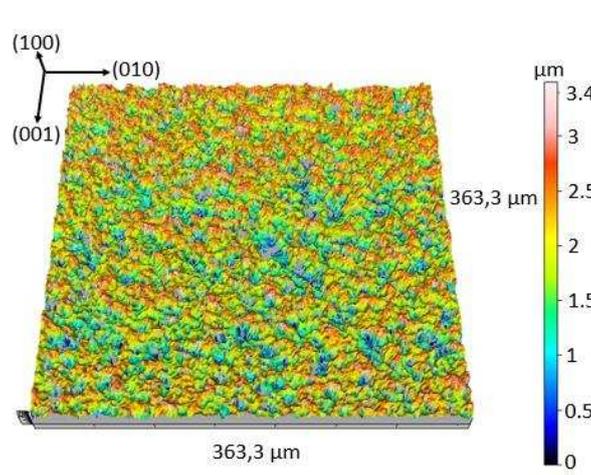


Figure 29 : état de surface d'un substrat découpé par procédé slurry mesuré par microscopie interférométrique

La solution huileuse permet de gérer les propriétés dépendantes de la température des grains durant l'abrasion. Comme tous matériaux à dureté élevée, la dureté du SiC et du diamant décroît lorsque leurs températures augmentent. Cette caractéristique modifie les propriétés de découpe durant l'utilisation. De plus la dureté et l'indice de friabilité du carbure de silicium ne

sont pas aussi hauts que le diamant. Cela entraîne une évolution géométrique des grains durant l'abrasion. La cartographie de l'épaisseur de substrats découpés par procédé slurry montre une épaisseur évoluant entre le début et la fin de la découpe (Figure 30).

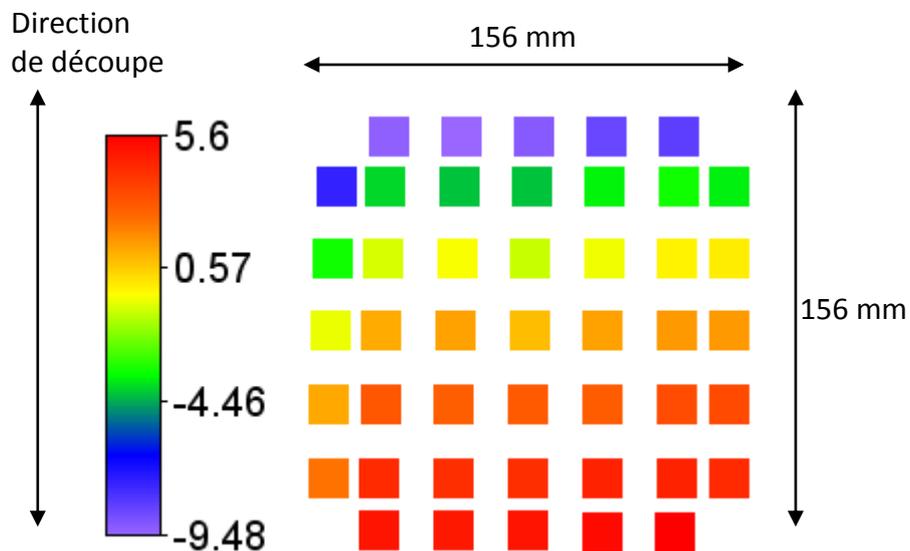


Figure 30 : variation de l'épaisseur sur un substrat découpé par procédé slurry

Même si les fils d'acier orientent les grains de slurry, l'abrasion induit des variations d'épaisseur des substrats (Figure 31).

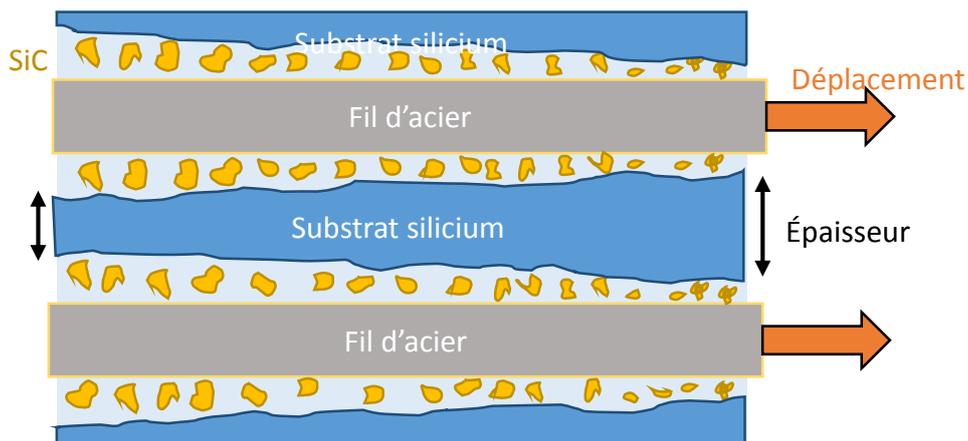


Figure 31 : Principe de découpe slurry multi-fil

Les différents types de substrats découpés par procédé slurry sont présentés dans l'Annexe 3.

1.3 Quelques phénomènes induisant des contraintes résiduelles

Dans un article publié en 2001 [30], Withers décrit les contraintes résiduelles comme celles qui ne sont pas nécessaires pour maintenir l'équilibre entre l'élément et son environnement. Elles sont multiaxiales statiques. Elles peuvent être triées en fonction du procédé qui les induit, de leur intensité et de l'échelle à laquelle on les mesure. Très peu d'éléments sont dépourvus de contraintes résiduelles (certains cristaux parfaits seulement). En mécanique cristalline nous pouvons classer ces contraintes résiduelles sur trois niveaux différents (Figure 32).

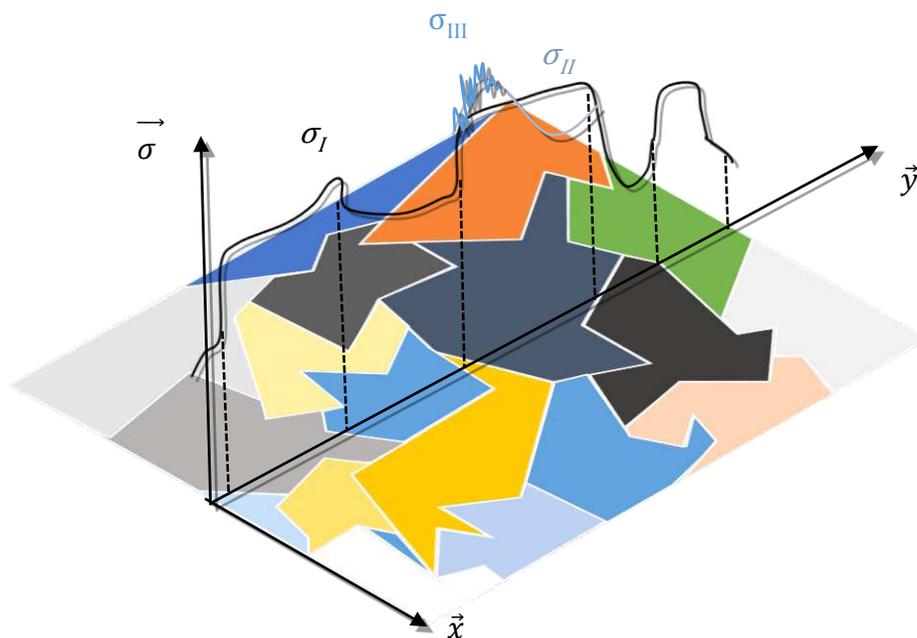


Figure 32: échelles des contraintes résiduelles

Le premier niveau « σ_I » prend en compte les contraintes résiduelles dont les variations sont macroscopiques, proportionnelles à la taille de l'élément (ici le substrat). Si elles sont plus petites que l'élément mais intenses, elles sont aussi prises en compte. Elles proviennent par exemple d'un perçage dans l'élément, d'une flexion, d'une torsion ou d'une traction de celui-ci. Le deuxième niveau « σ_{II} » prend en compte les contraintes résiduelles dont les variations sont de la taille d'un grain. Ces contraintes sont plus faibles que dans le premier niveau. Par exemple les contraintes induites par un gradient thermique de grande amplitude (niveau I) ont des conséquences à plus petite échelle (niveau II). Le troisième niveau « σ_{III} » comprend les contraintes résiduelles dont les variations sont à l'échelle de la structure du cristal, notamment sa structure atomique. Par exemple, ces contraintes sont induites par des dislocations et des impuretés atomiques (trous atomiques par exemple).

Le nombre d'évènements induisant des contraintes résiduelles est très difficile à quantifier. De manière générale, ce sont des hétérogénéités de structures (qui sont censées être ordonnées) ou de paramètres (électrique, chimique, physique,...) qui, durant les procédés de mise en œuvre, induisent des contraintes résiduelles. Cette étude essaie de mesurer des contraintes résiduelles de niveau I et II dans les substrats de silicium cristallin. Pour cela, il faut tenir compte de l'anisotropie mécanique du silicium, et pouvoir mesurer des contraintes de la taille d'un grain. Nous verrons que certains phénomènes microscopiques induisent des contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique (niveau II). Dans ce cadre, tous les procédés de fabrication des substrats étudiés induisent des contraintes résiduelles. Les plus gros phénomènes induisant des contraintes résiduelles sont rappelés par la suite.

1.3.1 Gradient Thermique

Les procédés de fonderie cités au paragraphe 1.2.2, sont des créateurs de gradients thermiques même si la croissance dirigée limite les forts niveaux de contraintes résiduelles. Le silicium a une expansion thermique isotrope et uniforme dans toutes les directions (2.6 ppm/k à température ambiante) [31] car il appartient à la classe des cristaux m3m. Son coefficient de dilatation thermique est très faible : $\alpha_t = 2,49.10^{-6} K^{-1}$ (Figure 33), ce qui est dix fois moindre que celui de l'aluminium.

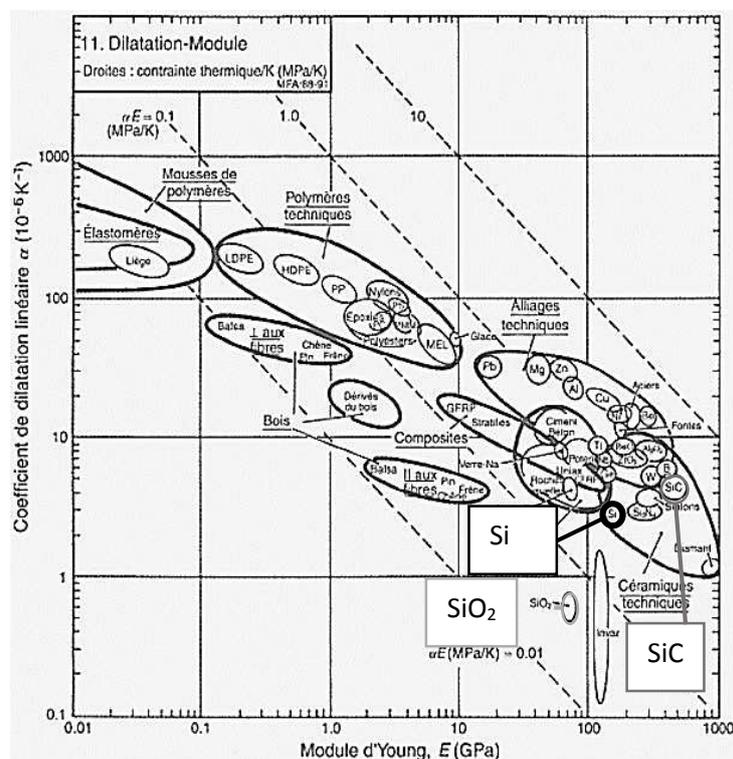


Figure 33: Coefficient de dilatation du silicium par rapport à son module d'Young [32]

Pour un matériau isotrope, le retrait Δl induit par le gradient thermique ΔT est défini comme :

$$\Delta l = \alpha_t \cdot l_0 \cdot \Delta T \quad 1-27$$

Le paramètre l_0 représente la longueur initiale. Lors du procédé de fonderie, la température du silicium au cœur est supérieure à la température au niveau des bords. Cela a pour conséquence d'amener une différence de contraction et/ou dilatation de la matière entre les bords et le cœur. Les deux parties exercent des contraintes de traction et/ou de compression l'une sur l'autre. La contrainte qui en résulte s'exprime alors en fonction du gradient thermique ΔT et du coefficient de dilatation du silicium α_t :

$$\sigma_{T^\circ} = E \cdot \alpha_t \cdot \Delta T \quad 1-28$$

Si ces contraintes sont trop élevées à un instant particuliers durant la fabrication, alors elles provoqueront des fissures pouvant engendrer la casse complète du lingot. Il est donc nécessaire de veiller à minimiser le niveau de contraintes internes en utilisant une méthode de croissance dirigée au lieu d'une méthode classique de fonderie. Malgré la montée en température élevée, des impuretés peuvent être bloquées entre les grains qui ont fini de croître et de se solidifier (SiC et SiO₂ par exemple). Les impuretés restantes, n'atteignant pas leurs points de fusion, restent à l'état solide et de proche en proche solidifient le silicium en fusion. Ces impuretés sont une des causes d'apparition de joints de grains.

1.3.2 Impuretés

Comme le montre le diagramme de phases silicium-carbone (Figure 2), on remarque que le silicium passe de la phase solide à la phase liquide à 1414°C. Même si le carbone est peu présent lors des procédés métallurgiques, le peu de chaînes atomiques de carbure de silicium (SiC) reste en phase solide durant la montée en température. Le SiC est une impureté qui restera bloquée. La plupart seront déplacées par la croissance dirigée dans le laitier puis enlevées. Cependant, une partie reste dans les joints de grains. Ces impuretés sont des atomes allogènes¹⁷ qui par substitution occupent des positions d'atome de silicium. Par leurs comportements différents de la structure qui les entoure, ils induisent des contraintes résiduelles. Des trous dans la structure (lacunes) ou des surpopulations d'atomes (interstitiels), sont aussi présents. Leur contribution reste négligeable au niveau II en ce qui concerne les contraintes résiduelles. De plus, l'étape de

¹⁷ Ces atomes sont étrangers à la structure qui les entoure.

purification du silicium en 4N est réalisée dans le but de minimiser ces problèmes réduisant au mieux le nombre d'impuretés.

1.3.3 Abrasion mécanique

Durant les processus d'abrasion, les particules abrasives (diamant et slurry) induisent des contraintes mécaniques par arrachement d'atomes de silicium à la surface des substrats. Des microfissures apparaissent générant ou relaxant les contraintes résiduelles. Puisque le comportement mécanique diffère suivant l'orientation cristalline, on peut s'attendre à ce que l'arrachement de matière n'induisse pas forcément des contraintes équivalentes d'un grain à un autre dans un substrat polycristallin. Il en est de même pour des substrats monocristallins n'ayant pas la même orientation cristalline.

Pour la découpe slurry, les particules libres de SiC sont assimilées à des phénomènes d'indentation [33] [34]. Lorsque les particules pénètrent le silicium elles induisent dans un premier temps des fissures qui se referment ensuite lorsque les particules s'en vont. La fissure médiane est à l'origine d'écaillage [35] responsable de l'aspect granuleux des substrats. Les particules induisent plus ou moins de fissures selon leur usure. Par conséquent des hétérogénéités de contraintes résiduelles pourraient être visibles sur la surface. Par ailleurs une zone plastique apparaît pendant le processus d'indentation. Cette plasticité est très particulière dans le cas du silicium car celui-ci subit une transition de phase cristalline en phase amorphe¹⁸ due à l'augmentation de la pression du SiC [36]. Le diamètre de la zone amorphe dépend de la pression appliquée. La pression d'indentation est considérée comme une source de contraintes résiduelles surfaciques. À la suite de l'indentation se produit un changement de la structure du silicium sur la surface par phénomène chimique. La surface en contact avec l'oxygène change les liaisons atomiques du silicium (oxydation) [37]. Cela peut créer une interaction différente entre la couche supérieure du substrat et son cœur. L'oxydation due aux procédés de découpe concerne une épaisseur d'environ 20 nm au-dessus de la surface cristalline.

Lorsque cette couche, après changement de phase, est polie avec un grain grossier, les stries du fil de découpe apparaissent, ressemblant à celles de la découpe diamant (Annexe 3). Selon De Coligny [38], ces stries ont une période dépendante de la vitesse d'avance de découpe. C'est le processus de back&forth qui induit ces phénomènes périodiques. Comme pour un sciage classique, le fil a un mouvement alternatif, d'avant en arrière puis d'arrière en avant pour découper les lingots. Le procédé de Back&forth permet d'optimiser la découpe et l'usure du fil. Son effet est non négligeable, en plus d'améliorer l'évacuation de la température de découpe, ce procédé permet de mélanger au mieux les particules de slurry neuves et usées et donc de diminuer au mieux les variations d'épaisseur entre le début et la fin de la découpe. Les fissures et zone plastiques seront spatialement plus homogènes sur la surface. Comme nous l'avons vu il n'en reste pas moins des variations d'épaisseur. Suivant l'épaisseur du film fluide et du fil

¹⁸ La littérature utilise des MEB (SEM) pour visualiser le silicium amorphe.

d'acier entre les deux substrats, les particules ont une force normale plus ou moins forte. Ce qui implique que la découpe ne génère pas le même niveau de contraintes partout.

La découpe au fil diamanté génère aussi des contraintes résiduelles à partir de différents phénomènes (thermique, mécanique de contact, fissuration, ...). De nombreuses expériences ont été mises en œuvre pour comprendre les phénomènes d'abrasion par rayures de surfaces¹⁹. La découpe au fil diamanté est aussi communément assimilée à des phénomènes d'indentation [39]. La surface de découpe devient une zone amorphe sur environ 1 μm [40]. Il ne semble pas exister beaucoup de travaux quantifiant les contraintes résiduelles induites par le procédé de découpe. Cependant Hotake et al [41] ont montré que la découpe au fil diamanté génère plus de contraintes résiduelles en surface que la découpe laser. Dans les deux cas de découpe, les états de surface dépendent en grande partie de l'orientation cristalline du substrat découpé [42].

¹⁹ Ces études sont plus fréquemment appelées « scribing » et « scratch » dans le monde de la physique.

1.4 Conclusion du chapitre I

Ce premier chapitre rappelle les caractéristiques mécaniques et optiques du silicium cristallin importantes pour cette étude-ci. Le silicium cristallin apparenté à la structure Cfc est caractérisé comme anisotrope mécaniquement et isotrope optiquement. Cependant lorsque le cristal subit une contrainte il devient anisotrope optiquement. Les propriétés mécaniques dépendent alors de l'orientation cristalline ainsi que de l'orientation de la contrainte sur le cristal cubique. Par conséquent il convient d'utiliser un formalisme tensoriel pour les propriétés photoélastiques afin de tenir compte de cette anisotropie. Il faudra alors identifier les coefficients photoélastiques nécessaires en relation avec les orientations des contraintes et les orientations cristallines. De plus, puisque le silicium n'est transparent qu'à partir du proche infrarouge, alors les moyens expérimentaux de mesures en transmission nécessitent une source infrarouge.

Des généralités sur les différents procédés de fabrication des substrats ont été abordées. Les substrats étudiés sont issus de procédés thermiques et mécaniques (découpes). Les méthodes de fonderie par solidification dirigée et Czochralski permettent d'obtenir des lingots polycristallins, mono-like et monocristallins. Les deux découpes mécaniques de wafering ont été présentées : la découpe mécanique au fil diamanté et le procédé slurry. Les mécanismes mis en jeu sont complexes et touchent de nombreux domaines.

Il n'en reste pas moins que ces mécanismes génèrent des contraintes résiduelles destructrices. Cette étude se propose d'observer les contraintes résiduelles de niveau I voir de niveau II. Parmi d'autres possibilités, les contraintes résiduelles principales semblent provenir de gradients thermiques, d'impuretés ou encore d'actions mécaniques d'abrasion. La littérature a montré que maints d'efforts sont portés sur la compréhension des effets induits par les procédés de fonderie et de découpes mécaniques [43]. Malgré le fait que les techniques de découpe sont souvent corrélées à des phénomènes d'indentation, la littérature est peu fournie au sujet du niveau des contraintes résiduelles induit par ces procédés. On peut cependant s'attendre à avoir des contraintes faibles puisque les procédés de fabrication sont de manière générale bien connus et maîtrisés. Pour mesurer ces faibles niveaux de contrainte, il est nécessaire de choisir et d'utiliser une technique de mesure adaptée.

2 Chapitre II : Étude de la photoélasticimétrie

Ce chapitre présente la photoélasticité, méthode optique retenue pour mesurer les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium. Elle est dans un premier temps comparée à d'autres méthodes de mesures de contraintes résiduelles afin d'en justifier le choix. Ensuite, les équations de la photoélasticité nécessaires à l'étude sont exposées ainsi que les travaux de différents chercheurs s'appuyant sur cette méthode pour des études comparables à celle-ci.

2.1 Présentation de quelques méthodes de mesure optique non destructives pour la mesure des contraintes résiduelles

Les contraintes sont des grandeurs mécaniques donnant des informations sur le matériau, sa structure et son comportement. Les performances d'ordre mécanique, électrique, de conductivité, etc... sont impactées, en bien ou en mal, par les contraintes, pouvant réduire/augmenter la durée de vie de l'objet ou encore modifier sa structure et son comportement. Un grand nombre de méthodes expérimentales permettent de déterminer des contraintes. Dans le cas des matériaux cristallins, les méthodes généralement utilisées dans le domaine de la physique sont par exemple la diffraction à rayons X, la spectroscopie Raman, l'ellipsométrie...

L'échelle de l'étude et l'intensité déterminent le niveau des contraintes résiduelles (I, II ou III). Seule une partie des méthodes citées sont adaptées pour déterminer les contraintes résiduelles de niveau I et II. Cela restreint le choix des méthodes possibles, qu'on présentera par la suite. Les méthodes destructives et semi-destructives [44] ne sont pas abordées ici.

Mesure par diffraction (neutron, électron, Rayons X)

Il existe beaucoup de différences entre les diverses méthodes de diffraction existantes, surtout en ce qui concerne la longueur d'onde de la source utilisée et la configuration de la mesure (transmission, réflexion,...). Afin de faciliter au mieux la présentation des mesures en diffraction, nous nous attarderons uniquement sur les caractéristiques communes utilisées pour calculer les contraintes résiduelles.

Ces méthodes sont plus communément utilisées pour mesurer les orientations cristallines mais elles peuvent aussi déterminer les contraintes indirectement. Leur but premier est de mesurer la diffraction d'une onde (lumineuse, neutron, électron...). Cette diffraction donne notamment des informations sur l'orientation cristalline. D'autres informations telles que la densité de maillage, l'entropie, les liaisons chimiques peuvent être retrouvées à partir de

l'intensité et de l'emplacement de l'onde diffractée. Les phénomènes de diffraction permettent de déterminer l'espacement entre les plans cristallins d à partir des lois de Bragg :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad 2-29$$

L'espacement est caractérisé en fonction de la longueur d'onde incidente λ et de l'angle de diffraction θ mesuré. Les déformations peuvent être calculées à partir de la différence entre l'espacement mesuré pour un échantillon contraint et l'espacement connu propre au matériau à l'état isotrope pour une orientation cristalline connue :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} \quad 2-30$$

Les contraintes sont déduites à partir de la loi de Hook généralisée :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \left(\varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1 - 2\nu} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \right) \quad 2-31$$

La mesure de contraintes par diffraction est souvent utilisée dans le cadre des couches minces [45]. Dans le cas où il y a trop d'inconnues sur les paramètres mécaniques du matériau (E , ν), certaines techniques mesurent l'espacement cristallin sur l'échantillon avant de lui appliquer des contraintes résiduelles. Cela ne limite pas la méthode dans le cas du silicium puisque son comportement mécanique est bien connu.

Cependant l'épaisseur mesurée limite l'application de la méthode sur les substrats de silicium qui sont trop épais. En diffraction X, la mesure ne pénètre en général que de quelques μm (20 à 30 μm pour le silicium) dans la couche supérieure du matériau avec une précision de mesure de 10 MPa. Ainsi la méthode ne peut pas forcément mesurer les contraintes résiduelles de niveau II. D'autant plus que sa définition spatiale n'est que de quelques dixièmes de millimètre. Des cartographies de contraintes résiduelles peuvent être réalisées par déplacement du point mesuré mais cela nécessite du temps de mise en œuvre. Ces méthodes coûtent cher et nécessitent un équipement important.

Mesure spectroscopique (photoluminescence, Raman,...)

La méthode consiste à utiliser des ondes lumineuses monochromatiques en réflexion sur l'échantillon pour mesurer des pics lumineux diffusés. Deux pics sont visibles. Le premier, le

plus intense, est le pic de Rayleigh et le second est le pic de Raman. La position du pic et son intensité donnent des informations sur les propriétés de l'échantillon, comme sa structure cristalline, sa composition, etc... L'analyse du silicium de microélectronique par spectroscopie existe depuis relativement peu de temps (depuis la fin du XX^{ème} siècle).

La détermination de contraintes résiduelles par spectroscopie Raman est aussi très récente. C'est à partir de la mesure de l'énergie vibrationnelle d'un phonon, que les informations sont recueillies. Par exemple pour le silicium, le pic de Raman est connu pour se situer à une fréquence de 521 Rcm⁻¹ [46]. Lorsque des contraintes sont appliquées sur le matériau, alors le pic se déplace [47]. La relation reliant les contraintes $\bar{\sigma}$ aux fréquences $\overline{\Delta\omega}$ est complexe, cependant l'idée principale est de définir les contraintes mesurées comme une variation des fréquences, à un des coefficients prédéfinis par le tenseur \bar{K} . Ce tenseur dépend du matériau analysé.

$$\bar{\sigma} = \bar{K} * \overline{\Delta\omega} \quad 2-32$$

Cette méthode est largement diffusée dans l'industrie des semi-conducteurs pour l'analyse des surfaces [48] [49]. La spectroscopie ne nécessite pas la préparation d'échantillons [50]. La mesure par spectroscopie est généralement appliquée à des petits échantillons car sa définition spatiale est restreinte (quelques dixièmes de mm). La méthode est limitée par sa précision de l'ordre de 0.02 cm⁻¹, soit 10 MPa dans le cas des contraintes dans le silicium.

Mesure ultrasonique

Le dispositif expérimental ne nécessite qu'un émetteur et un transducteur d'ondes acoustiques. La technique mesure des variations de vitesse des ondes. Lorsqu'un matériau est soumis à des contraintes, un changement de vitesse des ultrasons peut être observé. C'est le même cas lorsqu'il est soumis à des contraintes résiduelles. Il y a une variation de vitesse entre l'onde émise et l'onde réceptionnée. Pour déterminer ces contraintes, la méthode nécessite des coefficients adaptés dépendant de l'échantillon à analyser \bar{K} [30] [51]. Ces coefficients sont déterminés au préalable par exemple à partir de méthodes d'identification. Si le matériau est anisotrope, alors le coefficient acoustoélastique est un tenseur sinon il est exprimé par un coefficient. Les variations de la vitesse V sont proportionnelles aux contraintes principales par les lois :

$$\frac{\Delta V_1}{V_{t0}} = K_1 \sigma_1 + K_2 (\sigma_2 + \sigma_3) \quad 2-33$$

$$\frac{\Delta V_2}{V_{l0}} = K_3 \sigma_1 + K_4 \sigma_2 + K_5 \sigma_3$$

Cette méthode est relativement peu coûteuse à mettre en place, en comparaison d'un dispositif comme un spectromètre ou une machine de diffraction rayon X. Cependant sa résolution spatiale est petite et limitée par sa précision. Les mesures de variation de vitesse sont souvent des valeurs moyennes sur l'espace traversé par l'onde sonore. Pour de grands échantillons (plusieurs mm), la méthode scanne la zone d'intérêt. Il faut alors déplacer le transducteur ou l'échantillon [52]. Sa précision spatiale en est perturbée.

Mesure thermoélastique bidimensionnelle

Le principe de la méthode expérimentale est appelée thermoélasticimétrie. Le dispositif expérimental nécessite une caméra infrarouge bien calibrée et un système de sollicitation (souvent cyclique). La méthode se base sur la mesure d'énergies calorifiques. Ce sont des dissipations d'énergies potentielles, d'agitation ou de couplage [53]. La mesure thermoélastique est utilisée dans les mesures de fatigue [54]. À partir de la loi de Hook et des équations de Lord Kelvin, il est possible de remonter aux valeurs des contraintes. Dans le cas de contraintes appliquées, la différence de température thermique ΔT mesurée est proportionnelle aux contraintes principales. L'équation de la thermoélasticité dans un cas général (matériau isotrope) est définie comme [55]:

$$\Delta T = \frac{\alpha_t T_0}{\rho C_p} \Delta(\sigma_1 + \sigma_2) \quad 2-34$$

Cette différence de températures déterminée dépend des propriétés thermiques du matériau et des contraintes principales dans le plan de la zone d'intérêt. Le paramètre α représente le coefficient d'expansion thermique, T_0 est la température absolue, ρ est la densité du matériau et C_p est la capacité thermique du matériau. Dans le cas de la détermination de contraintes résiduelles l'équation ci-dessus devient alors [55]:

$$\Delta T = \frac{T_0}{\rho C_p} \left(\alpha - \frac{1}{E^2} \frac{\partial E}{\partial T} \sigma_{res} \right) \Delta \sigma \quad 2-35$$

La différence de températures déterminée est alors aussi fonction du module d'élasticité du matériau E et des contraintes résiduelles σ_{res} . Il est possible de mesurer des contraintes de l'ordre du MPa [53]. Cette méthode nécessite des moyens matériels importants (caméra et dispositif de sollicitation). L'étude est intrusive puisque le matériau est sollicité mécaniquement. Elle nécessite une très bonne calibration de l'équipement optique pour avoir une précision de mesure de l'ordre du MPa dans le silicium. La résolution spatiale dépend du matériel optique mais elle est globalement grande.

Mesure photoélastique bidimensionnelle

. Cette méthode appelée photoélasticimétrie porte d'autres noms selon le domaine où elle est mise en œuvre et quelques variations (ellipsométrie, polarimétrie) [56] [57] et elle peut être utilisée en réflexion ou en transmission. Le dispositif expérimental nécessite une source lumineuse, une caméra et des polariseurs.

La photoélasticité est une technique qui permet de déterminer la biréfringence qui est exprimée comme la différence des variations des indices de réfraction $\overline{\Delta n}$, des directions ordinaires et extraordinaires d'un milieu transparent. Les contraintes mécaniques (résiduelles ou non) provoquent une variation de la biréfringence. Les contraintes sont calculées à partir de coefficients photoélastique $\overline{\overline{C}}$, dépendant des propriétés du matériau.

$$\overline{\Delta n} = \overline{\overline{C}} \Delta \sigma \quad 2-36$$

Cette méthode est liée aux propriétés optiques du matériau. En effet, s'il n'est pas biréfringent, alors la mesure par photoélasticité ne peut avoir lieu. Sa résolution spatiale dépend de celle de la caméra et du grandissement de l'objectif utilisés. Elle peut donc être adaptée à de grands objets. Compte tenu des moyens actuels d'enregistrement et de traitement, la photoélasticité a aujourd'hui une précision de mesure de l'ordre du MPa pour le silicium [58]. Le Tableau 4 résume les caractéristiques principales des différentes méthodes décrites ci-dessus (paragraphe 2.1). Les valeurs caractéristiques sont issues des données de la littérature.

Tableau 4 : Comparaison des principales méthodes de mesure de champ de contraintes résiduelles

Méthodes	Coût du dispositif	Précision de mesure	Résolution spatiale	Facilité de mise en œuvre
Diffraction	*****	10 MPa	petit	*
spectroscopie	****	10 MPa	petit	*
Ultrasons	**	10 MPa	petit	***
Thermoélasticité	***	1 MPa	grand	**
photoélasticimétrie	*	1 MPa	grand	***

* faible ** plutôt faible *** moyen ****plutôt fort ***** fort

La mesure de contraintes résiduelles dans les substrats par photoélasticité semble être un bon choix. Comme cette méthode est non intrusive et non destructive, elle est adaptable à la chaîne de fabrication des substrats. Par exemple, elle pourrait être utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles dans les échantillons pour savoir s'il faut les mettre au rebus ou non. Par rapport aux méthodes sommairement présentées, elle semble être la méthode pouvant être utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium. Elle est de loin la plus précise avec une grande résolution spatiale et un coût relativement abordable. Des précisions sont apportées sur ce point dans la partie suivante (paragraphe 2.2).

2.2 Photoélasticimétrie appliquée au silicium

C'est en 1956 que les toutes premières images de biréfringence dans les substrats de silicium ont été obtenues [59]. Elles reviennent à Bond et Andrus [60] qui ont utilisé une source lumineuse infrarouge. Ils ont ainsi ciblé les dislocations²⁰ dans les substrats de silicium en utilisant des polariseurs et un microscope. Ils appliquaient une contrainte mécanique sur le substrat pour rendre visible les défauts en visualisant des concentrations de franges. Ils ciblaient ainsi les dislocations. La valeur des contraintes n'était pas calculée, l'étude restait qualitative mais ils ont montré que la photoélasticité était potentiellement adaptable à la détermination des contraintes dans le silicium. L'automatisation et les méthodes d'analyse n'étaient alors qu'au début de leurs utilisations.

Les recherches sur les propriétés physiques du silicium et notamment son comportement mécanique et optique étaient aussi d'actualité en 1956 [25]. Ces données, plus répandues dans le domaine de la physique fondamentale, avaient moins d'importance pour la recherche

²⁰ Discontinuités (glissement le long des plans cristallins) présentes dans une structure cristalline ordonnée provoquées par des contraintes de cisaillement. Elles modifient les propriétés électriques des semi-conducteurs et sont donc étudiées pour les substrats solaires.

appliquée. Les méthodes de mesure expérimentales étaient difficiles à mettre en œuvre. Il en ressort des études contradictoires au sujet des comportements du silicium. Cependant, les recherches s'accordent sur le fait que le silicium est anisotrope mécaniquement [19] [25].

Gamarts et al [19] ont été parmi les premiers à publier des travaux au sujet du coefficient photoélastique du silicium dans un but plus mécanique, pour la mesure des contraintes par biréfringence. Ils ont montré les conséquences des contraintes sur les propriétés électrophysiques dans les substrats. Ils ont souligné aussi que ces travaux n'avaient à l'époque que peu d'intérêt pour le monde industriel de la microélectronique.

Aujourd'hui, le comportement du silicium intéresse fortement les industries de la microélectronique et du solaire. Le mélange de la recherche en microélectronique et les possibilités d'automatisation des bancs expérimentaux (justement grâce à la recherche en microélectronique), font naître un intérêt grandissant pour la photoélasticité. Quelques laboratoires travaillent sur ce domaine, notamment aux États-Unis, en Espagne et au Japon. Ces recherches seront évoquées (paragraphe 2.7), lorsque la théorie de la photoélasticité sera exposée.

2.3 Théorie sur les ondes électromagnétiques se propageant dans un cristal de silicium

Dans le cas de la photoélasticité, ce sont les phénomènes de biréfringence et de polarisation qui sont principalement mis en jeu [61]. Cette partie de chapitre est consacré à leur compréhension sous forme d'analyse par les lois de l'électromagnétisme, à partir des équations de Maxwell. L'intérêt d'utiliser cette écriture mathématique est que l'on peut exprimer les états anisotropes par des tenseurs. Nye [11] est l'un des auteurs de référence sur le thème des propriétés physiques des cristaux par les lois de l'électromagnétique. L'objectif ici est de mettre en avant le lien qui existe entre le silicium, la double réfraction et le polariscope (Figure 34) Dans le chapitre I, nous avons déjà partiellement établi le lien entre la double réfraction (tenseur d'imperméabilité) et les contraintes mécaniques (tenseur des contraintes) par les propriétés piézo-optiques (tenseur photoélastique).

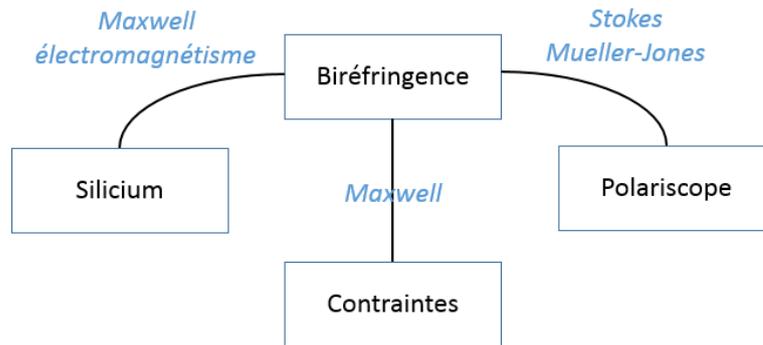


Figure 34 : Plan du chapitre 2

Un cristal de silicium est défini comme isotrope optiquement lorsqu'il n'est pas sollicité par des actions extérieures. Il n'est pas un biréfringent naturel. Cependant s'il est sollicité il devient anisotrope optiquement. Son anisotropie dépend de la sollicitation.

D'abord un lien sera établi entre l'état isotrope d'un cristal cubique et une onde polarisée le traversant. On verra ensuite que le changement de l'état optique du cristal, cette fois-ci anisotrope, induit de la biréfringence. Enfin la biréfringence sera associée à la mesure par photoélasticité à partir des matrices de Mueller et des vecteurs de Stokes.

2.3.1 Cristal isotrope

Un cristal de silicium est caractérisé comme un milieu diélectrique diamagnétique. Sa densité de courant est nulle et sa perméabilité est équivalente à celle du vide, il est ni conducteur ni magnétisable. Le cristal de silicium est à l'état isotrope optiquement lorsqu'il n'est pas sollicité par des actions extérieures. Cela induit que ses propriétés de susceptibilité diélectrique relative χ et de perméabilité magnétique relative μ sont exprimées sous forme de coefficients. Dans ce cas, l'équation de d'Alembert peut être déduite à partir des lois de Maxwell :

$$\text{div}(\text{grad}(\vec{E})) - \mu\chi\ddot{\vec{E}} = 0$$

Et

2-37

$$\text{div}(\text{grad}(\vec{H})) - \mu\chi\ddot{\vec{H}} = 0$$

Les champs électriques \vec{E} et magnétiques \vec{H} sont ici dissociés et les équations décrivent la variation dans l'espace et dans le temps d'une onde se propageant à une vitesse v .

Par corrélation avec l'équation de d'Alembert, nous pouvons en déduire qu'une onde incidente aura sa vitesse modulée en fonction des propriétés du milieu. Ces propriétés sont sa permittivité électrique ϵ et sa perméabilité magnétique μ . La vitesse v de l'onde dans le milieu est alors définie comme :

$$v = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \quad 2-38$$

Dans le vide, la vitesse de propagation de l'onde est la célérité c . on utilise les constantes de perméabilité magnétique μ_0 et de permittivité diélectrique du vide ϵ_0 :

$$c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}} \quad 2-39$$

L'indice de réfraction d'un diélectrique est défini comme le rapport entre les vitesses de propagation d'une onde lumineuse dans le vide c et dans le milieu considéré v . C'est une valeur adimensionnée :

$$n = \frac{c}{v} \quad 2-40$$

L'indice de réfraction est calculé à partir des constantes de perméabilité magnétique et de permittivité diélectrique (propriétés propres au matériau) et correspond à l'indice de réfraction n_0 du chapitre I de ce mémoire. Nous pouvons conclure que si le cristal diélectrique n'est pas sollicité (isotrope optiquement), alors les ondes lumineuses incidentes se propageront dans le milieu avec une réfraction d'indice n_0 . Voyons ce qu'il en est dans le cas où le cristal est sollicité, c'est-à-dire lorsqu'il est anisotrope optiquement.

2.3.2 Cristal anisotrope

D'après l'ouvrage de Nye [11], lorsqu'un cristal est anisotrope, les propriétés de permittivité et de perméabilité deviennent dépendantes de l'orientation de la sollicitation. Les paramètres sont alors décrits par des tenseurs de rang 2. Cela a pour conséquence la modification des vitesses de propagation des champs électrique et magnétique d'une onde incidente polarisée rectilignement se propageant dans le milieu, comme dans le cas d'un cristal

isotrope. La permittivité et la perméabilité sont des tenseurs, ainsi les vitesses de propagation des ondes ne sont pas équivalentes dans les trois directions principales :

$$v_1 = \frac{1}{\sqrt{\mu_1 \epsilon_1}}, v_2 = \frac{1}{\sqrt{\mu_2 \epsilon_2}}, v_3 = \frac{1}{\sqrt{\mu_3 \epsilon_3}} \quad 2-41$$

On parle plus souvent de double réfraction car une onde électromagnétique plane incidente se décompose en deux ondes perpendiculaires n'ayant pas les mêmes vitesses lorsqu'elle traverse un milieu anisotrope. La double réfraction est plus communément appelée biréfringence. Les indices de réfraction principaux (n_1, n_2, n_3) sont différents selon l'orientation de l'anisotropie :

$$n_1 = \frac{c}{v_1}, n_2 = \frac{c}{v_2} \text{ et } n_3 = \frac{c}{v_3} \quad 2-42$$

Nous constatons que le phénomène de biréfringence dans un milieu peut être caractérisé par une variation des propriétés électromagnétiques dans l'espace. Si des variations sur la susceptibilité ou/et la perméabilité du silicium se produisent, alors elles auront pour conséquence la variation des ondes électromagnétiques traversant le milieu.

Dans le cas du silicium, les orientations de propagation de l'onde lumineuses sont dépendantes des composantes des tenseurs de permittivité et de perméabilité et de l'orientation de la sollicitation. Ces propos confirment qu'il est alors nécessaire de connaître l'orientation cristalline ainsi que l'orientation de la contrainte pour déterminer la variation de l'indice de réfraction.

La biréfringence provoquée peut apparaître à partir de différentes sollicitations. Afin de provoquer l'effet électro-optique ou magnéto-optique, il est nécessaire de solliciter le milieu par un champ électrique ou magnétique pour appliquer une variation des indices de réfraction. Dans notre cas nous faisons l'hypothèse que les variations d'indices optiques par effets électro-optique et magnéto-optique sont nulles. Ainsi la biréfringence est uniquement provoquée par l'effet piézo-optique. Dans ce cas, ce sont les contraintes qui provoquent cette biréfringence.

2.3.3 Interférences

Comme nous l'avons vu précédemment (paragraphe 2.3.2), dans le cas étudié ce sont les contraintes résiduelles qui induisent une anisotropie optique. Les variations du paramètre de permittivité impliquent des variations d'indices de réfraction. À l'état initial, l'isotropie optique du silicium se traduit par des indices de réfraction égaux suivant les trois directions principales :

$$n_1 = n_2 = n_3 = n_0 \quad 2-43$$

Lorsque le milieu devient anisotrope optiquement il modifie les indices de réfraction. Ces variations sont dépendantes de l'orientation de la contrainte sur le cristal :

$$\begin{aligned} \Delta n_1 &= n_1 - n_0 \\ \Delta n_2 &= n_2 - n_0 \\ \Delta n_3 &= n_3 - n_0 \end{aligned} \quad 2-44$$

Soit une onde polarisée rectilignement se propageant suivant un axe unitaire \vec{u} :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \quad 2-45$$

Son vecteur d'onde \vec{k} est défini par la pulsation ω ainsi que la vitesse de propagation de l'onde v par :

$$\vec{k} = \frac{\omega}{v} \vec{u} \quad 2-46$$

Comme nous l'avons observé, dans un milieu diélectrique isotrope le vecteur d'onde est :

$$\vec{k} = \frac{\omega n_0}{c} \vec{u} \quad 2-47$$

La Figure 35 schématise ce phénomène :

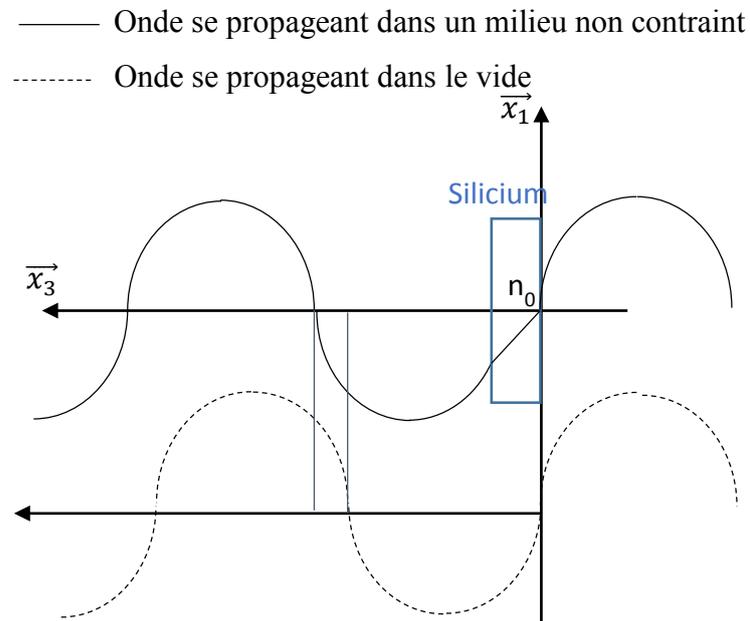


Figure 35 : propagation d'une onde dans un milieu diélectrique isotrope (l'onde incidente est en pointillée tandis que l'onde réfractée est en trait plein)

Lorsque le milieu diélectrique subit une contrainte uniaxe suivant \vec{x}_1 , alors :

$$\vec{k} = \frac{\omega(n_1 - n_0)}{c} \vec{x}_1 = \frac{\omega \Delta n_1}{c} \vec{x}_1 \quad 2-48$$

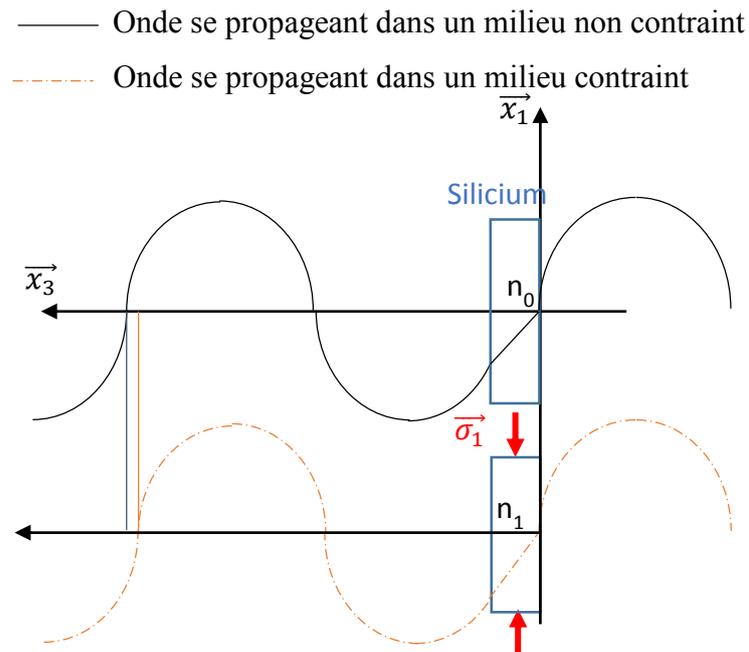


Figure 36 : propagation d'une onde dans un milieu diélectrique contraint

Pour une contrainte uniaxe, il apparaît un déphasage de l'onde lumineuse suivant l'axe \vec{x}_1 par rapport aux ondes dans les directions \vec{x}_2 et \vec{x}_3 . Dans le cas d'un problème plan, on émet l'hypothèse que la variation d'indice de réfraction dans la troisième direction est nulle $\Delta n_3 = 0$. En sortie du biréfringent les ondes dues à la double réfraction peuvent être définies comme :

$$\vec{E}_1 = \vec{E}_0 e^{i\omega\left(t - \frac{\Delta n_1 x_1}{c}\right)}$$

2-49

$$\vec{E}_2 = \vec{E}_0 e^{i\omega\left(t - \frac{n_0 x_2}{c}\right)}$$

Nous pouvons schématiser les variations d'indices par la Figure 37 :

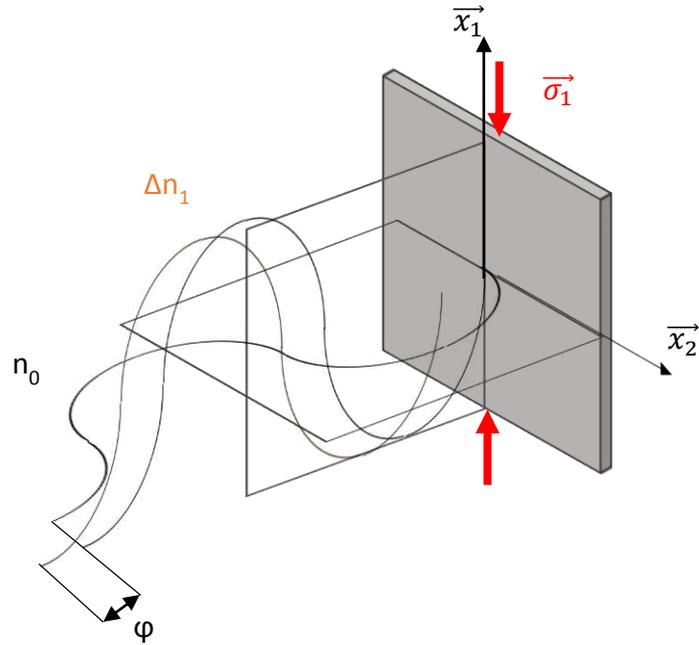


Figure 37 : double réfraction

Ainsi lorsqu'une onde lumineuse polarisée se propage dans un milieu diélectrique anisotrope uniaxe, des franges d'interférences sont visibles. Elles ne proviennent pas directement des variations d'indice optique mais plutôt un déphasage φ entre deux ondes polarisées. Par analogie au principe défini ci-dessus, nous pouvons conclure que dans le cas de contraintes suivant deux axes principaux (\vec{x}_1 et \vec{x}_2 par exemple), des interférences peuvent être visibles entre les deux ondes. Cependant, si ces contraintes sont égales dans les deux directions, alors il n'apparaîtra aucun déphasage entre les ondes bien qu'il y ait des contraintes appliquées.

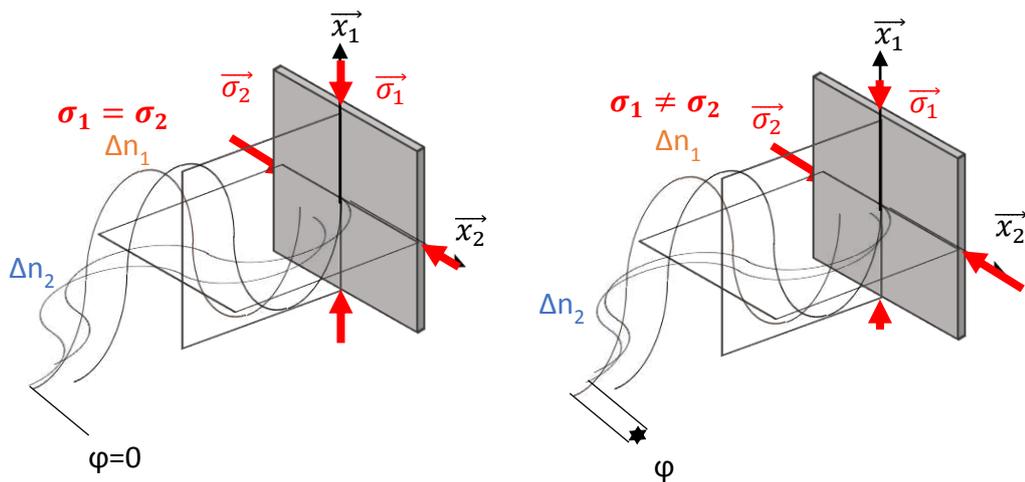


Figure 38 : propagation de la biréfringence dans des milieux contraints

Ce déphasage φ est dépendant de l'épaisseur e du matériau, de la longueur d'onde λ de l'onde monochromatique polarisée et de la différence des indices optiques des deux ondes biréfringentes :

$$\varphi = \frac{2\pi e}{\lambda} (n_1 - n_2) \quad 2-50$$

Puisque nous avons émis l'hypothèse d'utiliser une onde lumineuse polarisée pour exprimer la phase, alors il est nécessaire d'utiliser des polariseurs et un montage spécifique pour mesurer ce déphasage. On traite ici le cas où les ondes incidentes se propagent suivant les directions principales. Puisque le silicium est isotrope optiquement, alors ce cas est généralisé pour toutes les directions.

2.4 Calcul des contraintes

Pour rappel, dans un problème plan, les interférences mesurées par photoélasticité proviennent du déphasage entre deux ondes perpendiculaires provoqué par la biréfringence. Rappelons que ces interférences sont induites par des modifications des tenseurs de permittivité diélectrique et de perméabilité magnétique ce qui a pour effet la variation des indices de réfraction. Dans le cas d'une application de contrainte mécanique, on parle d'effet piézo-optique.

Le retard de phase peut être exprimé à partir de paramètres d'imperméabilité à la place des indices de réfraction puisque :

$$\Delta\beta_1 = \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_0^2} \right) = \left(\frac{n_0^2}{n_1^2 n_0^2} - \frac{n_1^2}{n_1^2 n_0^2} \right) = \left(\frac{(n_0 - n_1)(n_0 + n_1)}{n_1^2 n_0^2} \right) \quad 2-51$$

Les variations d'indice entre l'état optique isotrope et anisotrope sont faibles, il est habituellement admis que ($n_0 \approx n_1$) :

$$\Delta\beta_1 = \frac{(n_0 - n_1)2n_0}{n_0^4} = \frac{(n_0 - n_1)2}{n_0^3} \quad 2-52$$

Il en est de même pour la variation d'imperméabilité $\Delta\beta_2$. Les variations des indices de réfraction sont égales à :

$$\Delta n_1 = \frac{n_0^3 \Delta\beta_1}{2}$$

$$\Delta n_2 = \frac{n_0^3 \Delta\beta_2}{2}$$
2-53

Ainsi nous pouvons exprimer le retard de phase comme :

$$\varphi = -\frac{2\pi e}{\lambda} (n_1 - n_2) = -\frac{\pi n_0^3 e}{\lambda} (\Delta\beta_1 - \Delta\beta_2)$$
2-54

Cependant les variations du tenseur d'imperméabilité sont aussi exprimées à partir du tenseur piézo-optique d'un milieu et des variations des contraintes mécaniques appliquées $\bar{\sigma}$:

$$\overline{\Delta\beta} = \overline{\overline{\pi}} \cdot \bar{\sigma}$$
2-55

Puisque le tenseur photoélastique est proportionnel à l'inverse du tenseur piézo-optique défini dans l'équation 1-24, alors il vient :

$$(n_1 - n_2) = C(\sigma_1 - \sigma_2)$$
2-56

Le paramètre C représente la constante photoélastique. En photoélasticité bidimensionnelle, la différence des indices optiques des directions principales 1 et 2 est proportionnelle à la différence des contraintes principales 1 et 2. Le retard de phase mesuré par photoélasticité peut s'exprimer en fonction des contraintes principales :

$$\varphi = \frac{2\pi C e}{\lambda} (\sigma_1 - \sigma_2)$$
2-57

En notant f l'ordre de franges le retard de phase φ est exprimé comme :

$$\varphi = 2\pi f$$

$$(\sigma_1 - \sigma_2) = \frac{f\lambda}{eC} \quad 2-58$$

On remarque comme attendu, compte tenu des explications précédentes, que la photoélasticité permet de déterminer une différence de contraintes principales dans le plan. En mécanique, la différence de contraintes principales est liée au cisaillement maximal²¹ :

$$\tau_{max} = \frac{(\sigma_1 - \sigma_2)}{2} \quad 2-59$$

L'équation 2-59 peut alors être exprimée comme :

$$\varphi = \frac{C\pi e}{\lambda} \tau_{max} \quad 2-60$$

Cette dernière expression du retard de phase rappelle qu'il est difficile de dissocier les composantes du tenseur des contraintes principales en utilisant uniquement la photoélasticité. Par exemple des travaux ont déjà été réalisés sur cet aspect par Patterson et al [62] en combinant photoélasticité et thermoélasticité.

Dans la littérature les contraintes sont exprimées soit par le paramètre de cisaillement maximal τ_{max} soit comme différence de contraintes principales dans le plan $(\sigma_1 - \sigma_2)$ (il y a un facteur 2 entre les deux expressions). Dans ce manuscrit, il est choisi d'exprimer les contraintes sous la forme du cisaillement maximal.

2.5 Définition d'un polariscope classique

Différents formalismes sont utilisés pour exprimer mathématiquement les phénomènes de polarisation (Jones, Mueller, Maxwell,..). L'optique physique que nous avons vue dans la description de la biréfringence par les équations de Maxwell n'est pas la plus simple à appliquer

²¹ Représenté par le cercle de Mohr.

dans les phénomènes de polarisation. L'optique ondulatoire linéaire (Jones et Mueller) est le formalisme qui se prête le mieux à cet exercice.

2.5.1 Formalisme de Stokes-Mueller

L'intérêt du formalisme de Stokes-Mueller, contrairement à celui de Jones, est l'expression analytique des propagations d'onde dans un polariscope par l'obtention du paramètre d'intensité lumineuse et non des paramètres exprimant les champs électriques. En effet, de manière expérimentale il est plus facile de quantifier les intensités lumineuses, qui sont les paramètres enregistrés.

2.5.1.1 Vecteur de Stokes

Le vecteur de Stokes est composé de 4 paramètres décrivant tous les états de polarisation d'une onde lumineuse. Nous pouvons exprimer le vecteur de Stokes \vec{S} à partir de différentes situations de polarisation²² [56] :

$$\vec{S} = \begin{bmatrix} I \\ Q \\ U \\ V \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} I_{0^\circ} + I_{90^\circ} \\ I_{0^\circ} - I_{90^\circ} \\ I_{45^\circ} - I_{-45^\circ} \\ I_{CGche} - I_{Ccte} \end{bmatrix} \quad 2-61$$

Son premier composant, l'intensité lumineuse totale, est toujours positif. Les paramètres I, Q et U représentent l'intensité de polarisation rectiligne et le paramètre V exprime l'intensité de polarisation circulaire. Ce vecteur décrit alors tous les états de polarisation par combinaison de ces paramètres, selon leurs signes et leurs valeurs. À partir de cette représentation, les états classiques de polarisation sont définis par de simples vecteurs :

²² Les états de polarisation sont exprimés angulairement ayant comme base initiale l'horizontale.

Polarisation horizontale	$\begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$
Polarisation verticale	$\begin{bmatrix} 1 \\ -1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$
Polarisation à 45° et -45°	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ +/-1 \\ 0 \end{bmatrix}$
Polarisation Circulaire gauche/droite	$\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ +/-1 \end{bmatrix}$
Polarisation elliptique (quelconque)	$\begin{bmatrix} 1 \\ \cos(2\alpha) \cos(2\theta) \\ \sin(2\alpha) \cos(2\theta) \\ \sin(2\theta) \end{bmatrix}$

Dans le cas d'une onde monochromatique à polarisation totale, les paramètres I, Q, U et V du vecteur de Stokes sont définis par la relation d'équilibre :

$$I^2 = Q^2 + U^2 + V^2 \quad 2-62$$

On remarque que le paramètre d'intensité prend en compte les effets de polarisations rectiligne, circulaire et elliptique.

2.5.1.2 Matrice de Mueller-Jones

Tandis que Stokes condense l'écriture des intensités lumineuses décrivant tous les états de polarisation en un vecteur, Mueller met en évidence une relation entre un système optique expérimental et le vecteur de Stokes S. L'équation générale peut être définie comme :

$$\overrightarrow{S}_{sortie} = M \overrightarrow{S}_{entrée} \quad 2-63$$

Le vecteur de Stokes de sortie provient d'un produit d'une matrice M par un vecteur de Stokes d'entrée. Ce produit matriciel met en évidence une simplification des calculs pour un

assemblage d'éléments optiques. En effet la matrice M est définie comme une succession de produits matriciels décrivant l'état de polarisation d'une onde au travers des éléments optiques. Lorsque le nombre d'éléments est grand, le calcul analytique peut être très compliqué, mais ce principe est relativement simple à implémenter dans un logiciel de calcul formel²³. Ces matrices sont simplement des matrices de passages décrivant les états de polarisation de la lumière. Les éléments optiques les plus utilisés sont les polariseurs et les lames à retard de phase.

Les biréfringents sont aussi définis par les matrices de Mueller. La matrice représentant l'état de polarisation d'un matériau biréfringent, de retard de phase φ et d'orientation β est :

$$M_S = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & C_S^2 + S_S^2 C\varphi & C_S S_S (1 - C\varphi) & S_S S\varphi \\ 0 & C_S S_S (1 - C\varphi) & S_S^2 + C_S^2 C\varphi & -C_S S\varphi \\ 0 & -S_S S\varphi & C_S S\varphi & C\varphi \end{bmatrix} \quad 2-64$$

$$C_S = \cos(2\beta); S_S = \sin(2\beta); S\varphi = \sin(\varphi); C\varphi = \cos(\varphi)$$

L'orientation β définit la position angulaire de l'axe rapide du retard de phase par rapport à un référentiel absolu²⁴ (Figure 39) :

²³ Le logiciel de calcul formel Maxima a été utilisé pour déterminer les équations des intensités lumineuses dans tous les cas de polarisation.

²⁴ Pour un référentiel galiléen, l'axe rapide est défini angulairement par rapport à l'horizontale.

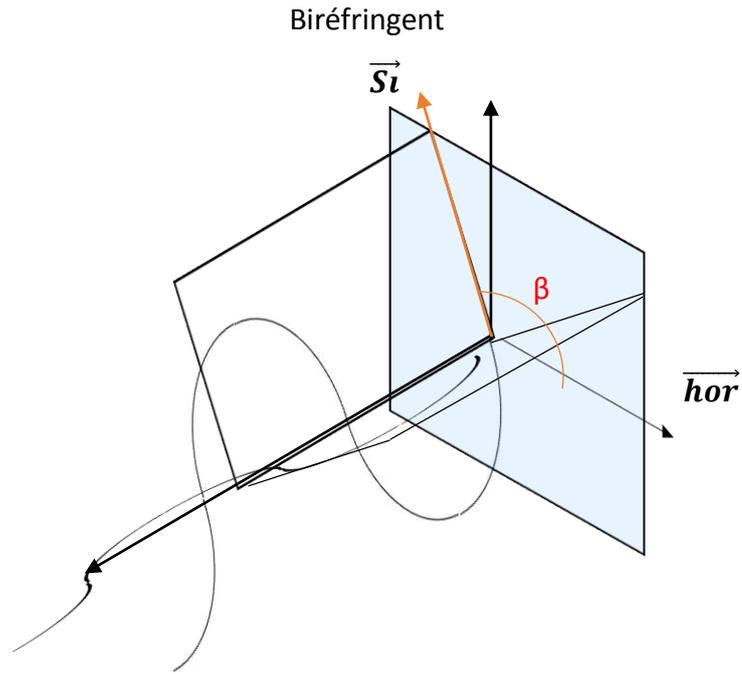


Figure 39 : expression d'un biréfringent par les matrices de Mueller

Les polariseurs projettent une onde incidente quelconque dans un plan d'axes \vec{P} ayant une orientation définie par rapport à un référentiel absolu (Figure 40).

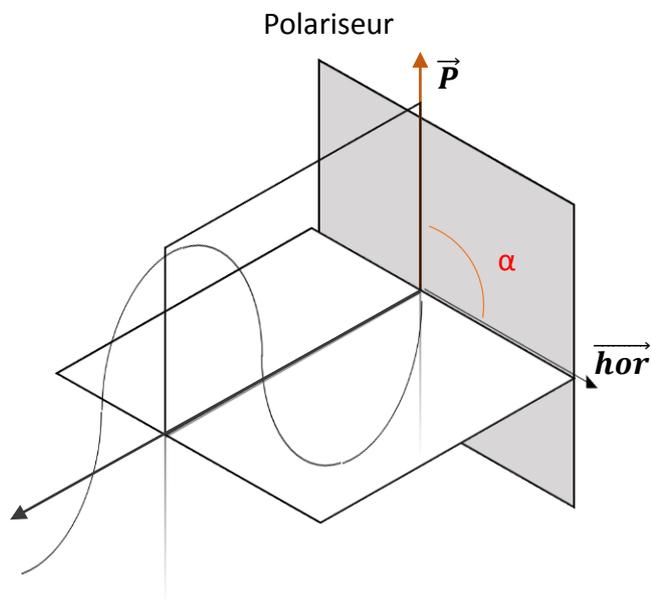


Figure 40 : expression d'un polariseur par les matrices de Mueller

La matrice de Mueller représentant l'état de polarisation d'un polariseur pour un angle α quelconque est :

$$\mathbf{M}_P = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & C_p & S_p & 0 \\ C_p & C_p^2 & C_p S_p & 0 \\ S_p & C_p S_p & S_p^2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad 25 \quad 2-65$$

$$C_p = \cos(2\alpha); S_p = \sin(2\alpha)$$

Les lames à retard de phase modifient une onde quelconque en onde elliptique et dans un cas particulier en onde circulaire. Elles sont caractérisées comme des biréfringents par Mueller. Elles ajoutent donc un retard de phase qui est dépendant de leurs positions angulaires dans un référentiel. La matrice représentant une lame quart d'onde, un cas spécifique de lames retardatrices, est similaire à celle d'un matériau biréfringent, comportant une phase ($\pi/2$) et une orientation θ de son axe rapide (par rapport au référentiel absolu) cette fois-ci connues :

$$\mathbf{M}_{Qa} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & C_{Qa}^2 & C_{Qa} S_{Qa} & -S_{Qa} \\ 0 & C_{Qa} S_{Qa} & S_{Qa}^2 & C_{Qa} \\ 0 & -S_{Qa} & -C_{Qa} & 0 \end{bmatrix} \quad 2-66$$

$$C_{Qa} = \cos(2\theta); S_{Qa} = \sin(2\theta)$$

²⁵ La matrice de Mueller de l'analyseur comporte un « a » comme indice à la place du « p » de la matrice du polariseur.

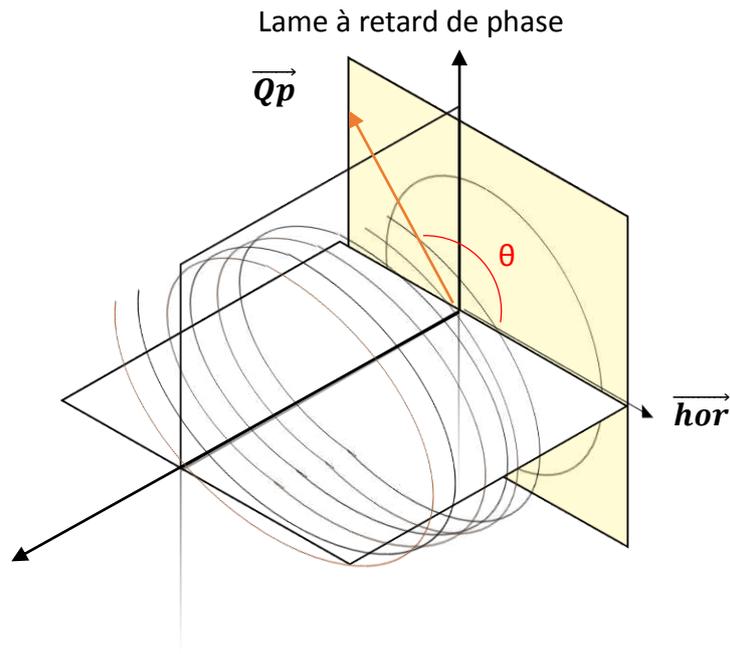


Figure 41 : expression d'une lame retardatrice par les matrices de Mueller

2.5.1.3 Sphère de Poincaré

La schématisation par la sphère de Poincaré est une méthode géométrique qui permet d'interpréter l'état de polarisation d'un vecteur dans le cas d'une polarisation totale. Elle permet ainsi de visualiser les calculs matriciels de Mueller-Jones et les vecteurs de Stokes. Cette sphère décrit tous les états de polarisation en coordonnées polaires puisqu'un vecteur de Stokes quelconque n'est composé que de deux angles provenant de trois paramètres indépendants :

$$I^2 = 1 = (\cos(2\alpha) \cos(2\theta))^2 + (\sin(2\alpha) \cos(2\theta))^2 + \sin^2(2\theta) \quad 2-67$$

L'angle α , aussi appelé azimut, est représenté par la longitude. L'angle θ , correspondant à l'ellipticité, est représenté par latitude. La forme garde toujours celle d'une sphère et le vecteur de Stokes définit un point sur cette sphère (Figure 42) :

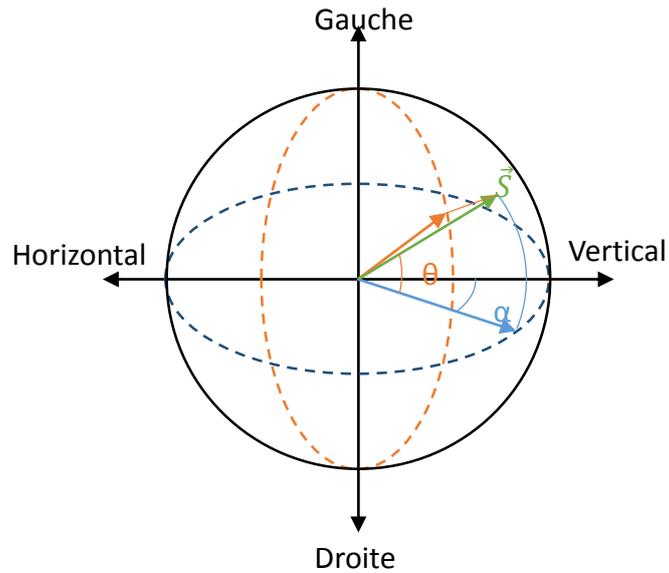


Figure 42 : sphère de Poincaré

Les pôles représentent les états de polarisations circulaires gauche et droite tandis que l'équateur représente les polarisations rectilignes. L'hémisphère nord représente l'ellipticité gauche et celle du sud l'ellipticité droite.

2.5.2 Application

Les dispositifs expérimentaux composés de polariseurs et de lames retardatrices sont appelés des polarisopes. Ils permettent de transformer le retard de phases (interférences) en intensité lumineuse exprimée mathématiquement par le formalisme décrit au paragraphe précédent (vecteurs de Stokes et matrice de Mueller).

Deux types de polariscope sont classiquement utilisés en transmission lumineuse : le polariscope rectiligne et le polariscope elliptique. Le polariscope rectiligne décrit un champ d'onde rectiligne. Il exprime tous les états du vecteur de Stokes suivant la longitude α de la sphère de Poincaré. Pour cela, il utilise uniquement des polariseurs.

Le polariscope elliptique décrit un champ d'onde elliptique, et dans un cas particulier un champ circulaire. Ce polariscope est bien plus complet puisqu'il exprime tous les autres états du vecteur de Stokes dans la sphère de Poincaré. Si le vecteur de Stokes se situe au niveau des pôles alors la polarisation en sortie est en configuration particulière circulaire droite ou circulaire gauche. En plus des polariseurs, il utilise des lames retardatrices.

2.5.2.1 Polariscope rectiligne

Dans le cas d'une configuration de mesure en transmission en polarisation totale, le polariscope rectiligne utilise deux polariseurs. Le premier est appelé polariseur tandis que le second est plus généralement appelé analyseur. Le polariseur modifie les ondes incidentes en ondes planes. Cela permet alors d'utiliser une onde incidente polarisée sur le biréfringent. Cette exigence est absolument nécessaire pour satisfaire aux conditions requises par la description mathématique de l'onde utilisée dans l'équation 2-50 dans la théorie des ondes électromagnétiques ci-dessus. L'analyseur qui est positionné à la suite du biréfringent permet de projeter les deux ondes ordinaire et extraordinaire (si elles existent) dans un unique plan. La polarisation en sortie du biréfringent est nécessaire pour que des franges d'interférences apparaissent grâce aux deux ondes projetées (s'il y a un retard de phase). C'est le point qui était étudié précédemment (paragraphe 2.5.1) au sujet des indices de réfraction.

Un polariscope rectiligne est schématisé dans la Figure 43. Les axes de polarisation et de retard ont leurs positions angulaires exprimées dans un référentiel absolu (\vec{x} , \vec{y}) :

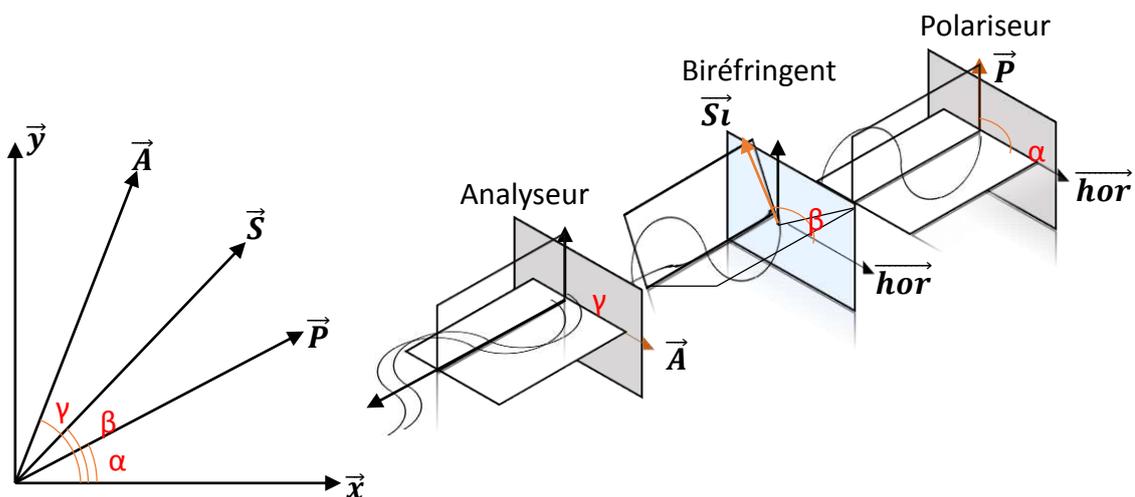


Figure 43 : schéma des vecteurs intervenants dans la configuration rectiligne

Au vu du formalisme de Stokes-Mueller, le vecteur de Stokes décrivant l'état de polarisation d'un polariscope rectiligne est défini comme :

$$\vec{S}_{sortie} = M_a M_{Si} M_P \vec{S}_{entrée} \quad 2-68$$

Les matrices M_p et M_a expriment les états des polariseurs tandis que la matrice M_{si} exprime l'état du biréfringent (silicium). En appliquant les équations 2-62 et 2-68 nous retrouvons l'intensité lumineuse en sortie :

$$\begin{aligned}
 I_{sortie} = & - \left(\left(\cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) - 1 \right) \cdot \cos(2\alpha)\cos(2\beta)\sin^2(2\beta) \right. \\
 & + \left(1 - \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) \sin(2\alpha)\cos^2(2\beta) - \sin(2\alpha) \left. \right) \sin(2\gamma) \\
 & + \left(\left(\cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) - 1 \right) \sin(2\alpha)\cos(2\beta)\sin(2\beta) \right. \\
 & + \left(\cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) - 1 \right) \cos(2\alpha)\cos^2(2\beta) \\
 & \left. - \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos^2(2\alpha) \right) \cos(2\gamma) - 1 \Big/ 4
 \end{aligned} \tag{2-69}$$

Dans le cas où les axes de polarisation sont croisés ($\gamma - \alpha = \frac{\pi}{2} + k\pi$), l'équation ci-dessus se simplifie :

$$I_{sortie} = I_0 \left(\sin^2(2\beta) \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b \tag{2-70}$$

Cette configuration est nommée « champ rectiligne sombre ». Dans le cas d'une mesure optique expérimentale, une amplitude I_0 et du bruit de fond continu I_b , sont ajoutés. Lorsque les polariseurs ont leurs axes parallèles ($\gamma - \alpha = 0 + k\pi$), alors l'intensité du « champ rectiligne clair » est définie comme :

$$I_{sortie} = I_0 \left(1 + \sin^2(2\beta) \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b \tag{2-71}$$

Les équations du champ rectiligne décrivent ainsi l'état de polarisation d'un matériau biréfringent placé entre deux polariseurs. Un autre moyen classique pour déterminer l'intensité lumineuse en fonction des paramètres du biréfringent (φ et β) est d'utiliser un polariscope en configuration elliptique.

2.5.2.2 Polariscope elliptique ou circulaire

Le polariscope en configuration elliptique est composé de 2 polariseurs et de 2 lames retardatrices. Les lames transforment une onde lumineuse quelconque en onde elliptique et dans un cas particulier en onde circulaire. Elles ajoutent un retard de phase connu à l'onde incidente les traversant. Elles sont définies par deux axes (rapide et lent) dont les orientations sont connues. Une lame retardatrice a donc un axe privilégié induisant un retard de phase. L'ellipticité et le retard de phase de l'onde en sortie dépendent de l'orientation de la lame et de l'onde d'entrée. Ses paramètres (orientation et retard de phase) sont associés dans sa matrice de Mueller. Un schéma d'un polariscope elliptique est présenté dans la Figure 44.

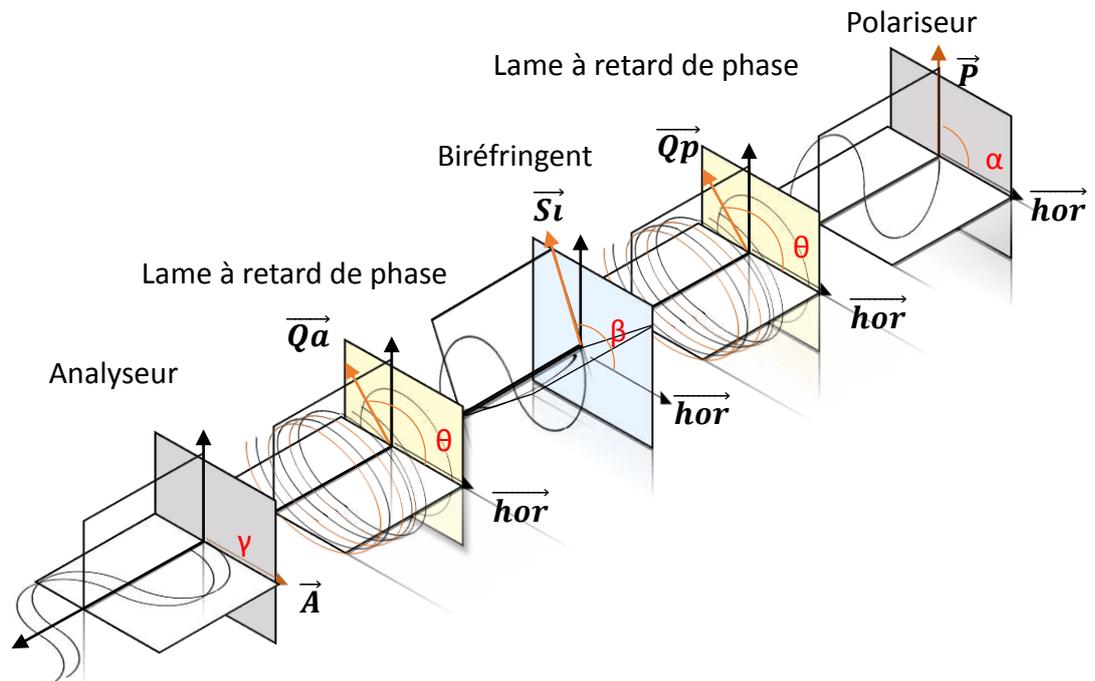


Figure 44 : schéma de la configuration elliptique

Chaque élément optique est défini par son axe. \vec{A} et \vec{P} sont les axes des plans de polarisation tandis que \vec{Qa} et \vec{Qp} sont les axes rapides des lames retardatrices. L'orientation du biréfringent est définie par l'axe \vec{Si} (Figure 45). Tous ces vecteurs sont positionnés angulairement par rapport à un référentiel absolu (\vec{x}, \vec{y}) :

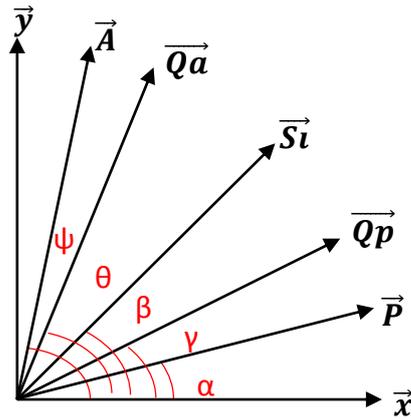


Figure 45 : schéma des vecteurs intervenant dans la configuration elliptique

L'état du vecteur de Stokes en sortie d'un polariseur elliptique est obtenu à partir des matrices de Mueller définies précédemment (paragraphe 2.5.3) :

$$\overrightarrow{S}_{sortie} = M_a M_{Qa} M_S M_{Qp} M_P \overrightarrow{S}_{entrée} \quad 2-72$$

Le calcul matriciel pour la configuration elliptique est fastidieuse à la main mais facile à partir d'un logiciel de calcul formel. Même en utilisant des lames quart d'onde l'équation générale est complexe. C'est pourquoi le Tableau 5 récapitule uniquement quelques configurations particulières obtenues avec des lames quart d'onde :

Tableau 5 : configurations possibles à partir d'un polariseur elliptique

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
0	90	45	90	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
-45	90	90	0	$I_2 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
90	45	45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_4 = \frac{I_0}{2}(1 - (\sin(\varphi)\cos(2\beta))) + I_b$
90	45	45	0	$I_5 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_6 = \frac{I_0}{2}(1 + \cos(\varphi)) + I_b$

Les quatre premières configurations sont celles d'une onde elliptique tandis que les deux dernières configurations sont celles d'une onde circulaire.

Il est à noter que les configurations ci-dessus sont des possibilités parmi tant d'autres. Dans le cas où nous avons 4 angles imposables (α, β, θ et ε), et puisque les positions angulaires particulières des polariseurs et lames quart d'onde sont : $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ et -45° nous avons 4^4 , soit 256 possibilités de configurations particulières des 6 cas. Ces 256 possibilités donnent les mêmes intensités lumineuses que celles décrites dans le Tableau 5. Il existe bien d'autres équations, cependant elles sont plus complexes. Certaines de ces équations sont données ci-dessous (paragraphe 2.6.1) lors de la présentation de techniques existantes d'extraction des paramètres photoélastiques φ et β .

2.6 Présentation de quelques méthodes d'analyse pour la photoélasticimétrie en transmission

Les développements des méthodes d'analyse en photoélasticité sont en partie liés aux avancées numériques. Initialement c'est en pointant manuellement les franges ou à l'aide de compensateurs (Bravais, Babinet) que les images étaient analysées. Puis sont apparues les premières caméras numériques avec lesquelles on pouvait sauvegarder un nombre restreint d'images. Les premières techniques utilisaient trois images au minimum. La phase fut calculée numériquement en tous points d'une image à partir de 1968 [63].

Aujourd'hui plusieurs techniques d'analyse existent. Certaines méthodes utilisent la modulation de la longueur d'onde incidente pour extraire la phase [64] [65]. L'utilisation de plusieurs sources lumineuses serait intéressante pour cette étude mais nous ne les utiliserons pas dans le chapitre III. D'autres méthodes déterminent la phase en appliquant une biréfringence par l'application de contraintes mécaniques [66]. Dans le cas de mesures de contraintes résiduelles par méthode non-intrusive, ces techniques d'analyse ne nous intéressent pas.

Les techniques classiques d'extraction utilisent les configurations de polariscopes présentées ci-dessus (paragraphe 2.5.6 et 2.5.7). En photomécanique, les termes isochrome et isocline définissent les deux paramètres couramment extraits. Ils correspondent au retard de phase φ et à son orientation β respectivement. Six techniques d'analyse d'isochrome ainsi que six techniques d'analyse d'isocline sont présentées ci-dessous. Il existe d'autres méthodes d'extraction des paramètres photoélastiques mais celles qui sont présentées dans cette partie sont les plus couramment utilisées ou sont les plus récentes.

2.6.1 Méthodes d'extraction du paramètre isochrome

Six techniques d'extraction d'isochrome sont présentées. Toutes les techniques permettent d'extraire les paramètres photoélastiques à l'aide de configurations de polariscopes elliptique et circulaire. Tous les angles positionnent les éléments optiques dans un référentiel absolu.

2.6.1.1 Modulation de phase avec cinq images de Hecker et Morche :

Hecker et Morche en 1986 [67], font partie des pionniers dans l'utilisation d'images numériques pour calculer le paramètre isochrome. Ils ont adapté la méthode d'analyse d'interférence de Carré [68] à la photoélasticité en 1966. À partir d'une configuration de polariscopes elliptique et circulaire il enregistre cinq images dont les positions angulaires des éléments optiques sont données dans le tableau suivant :

Tableau 6 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Hecker et Morche pour le paramètre isochrome

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
0	45	0	0	$I_1 = \frac{I_0}{2} (1 - \sin(\varphi) 2\sin(2\beta)) + I_b$
0	45	60	60	$I_2 = \frac{I_0 \sin(\varphi)}{2} (1 + \sin(2\beta) + \sqrt{3}\cos(2\beta)) + I_b$
0	45	-60	-60	$I_3 = \frac{I_0 \sin(\varphi)}{2} (1 + \sin(2\beta) - \sqrt{3}\cos(2\beta)) + I_b$
0	45	45	0	$I_4 = \frac{I_0}{2} (1 - \cos(\varphi)) + I_b$
0	45	-45	45	$I_5 = \frac{I_0}{2} (1 + \cos(\varphi)) + I_b$

On remarque que le polariseur P et sa lame quart d'onde Qp ne sont pas sollicités en rotation. Pour les configurations elliptiques, l'analyseur A et sa lame quart d'onde Qa ont la même orientation. Les configurations elliptiques utilisent des positions angulaires de +/-60°. En associant les intensités des vecteurs de Stokes nous pouvons retrouver l'équation 2-73 :

$$\frac{(I_2 + I_3 - 2I_1)}{3} = I_0 \sin(\varphi) \sin(2\beta)$$

2-73

$$\frac{(I_2 - I_3)}{\sqrt{3}} = I_0 \sin(\varphi) \cos(2\beta)$$

Afin de dissocier la partie isocline de la partie isochrome, Hecker et Morche ont sommé et mis au carré l'équation 2-73 :

$$I_0 \sin(\varphi) = \frac{\sqrt{2[(I_1 - I_2)^2 + (I_2 - I_3)^2 + (I_3 - I_1)^2]}}{3} \quad 2-74$$

$$I_0 \cos(\varphi) = \frac{(I_5 - I_4)}{2}$$

Finalement, la phase est extraite par :

$$\varphi = \text{atan}\left(\frac{I_0 \sin(\varphi)}{I_0 \cos(\varphi)}\right) = \text{atan}\left(\frac{2\sqrt{2}\sqrt{[(I_1 - I_2)^2 + (I_2 - I_3)^2 + (I_3 - I_1)^2]}}{3 \cdot (I_5 - I_4)}\right), \varphi \in [0, \pi] \quad 2-75$$

Il est important de noter que le paramètre φ est extrait à partir d'une fonction trigonométrique atan²⁶. Cette technique est pratique car elle est facile à mettre en œuvre. Les éléments optiques P et Qp restent statiques tandis que A et Qa tournent en général de la même orientation (soit un multiple de 60° ou de 45°).

2.6.1.2 Modulation de phase avec six images de Wang et Patterson :

Wang et Patterson [69] utilisent le même principe d'analyse d'isochrome que Hecker et Morche. Ils utilisent cette fois-ci six configurations de polariscope elliptique et circulaire. Quatre configurations, dont les configurations en champ circulaire, sont obtenues sans tourner le polariseur et sa lame quart d'onde. Ce n'est pas le cas pour les deux autres images. Chaque élément optique se situe à $\pi/4 + k\pi/2$ du référentiel absolu :

Tableau 7 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Wang et Patterson pour le paramètre isochrome

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	

²⁶ Bien que le déroulage de phase ne soit pas traité durant cette étude, il est à noter que la technique d'extraction de Hecker et Morche complexifie le déroulage de phase s'il est nécessaire (plus d'une frange). En effet, le numérateur est toujours positif. Cela induit que la discontinuité mathématique de la fonction atan n'apparaît pas. On ne peut pas savoir facilement quand on passe à la frange suivante lorsque l'on déroule la phase.

-45	90	0	90	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
-45	90	90	0	$I_2 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
90	45	45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_4 = \frac{I_0}{2}(1 - (\sin(\varphi)\cos(2\beta))) + I_b$
90	45	-45	0	$I_5 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
90	45	45	0	$I_6 = \frac{I_0}{2}(1 + \cos(\varphi)) + I_b$

Le paramètre φ est extrait par une fonction atan, selon le même principe que Hecker et Morche :

$$\varphi = \text{atan}\left(\frac{(I_3 - I_4)}{(I_6 - I_5) * \cos(2\beta)}\right) \quad 2-76$$

$$\varphi = \text{atan}\left(\frac{(I_2 - I_1)}{(I_6 - I_5) * \sin(2\beta)}\right)$$

On remarque que la méthode nécessite un minimum de quatre images puisque les deux équations permettent de calculer le retard de phase qui est en théorie le même. Cependant les dénominateurs des deux équations ne sont pas équivalents. Une différence notable existe entre les deux équations. Si l'orientation β du retard de phase est à $\pi/4+k\pi/2$ alors la première équation n'a pas de solution. Ce n'est pas le cas pour la seconde. Cependant celle-ci a son dénominateur nul lorsque l'orientation de la phase est égale à $0+k\pi/2$. Ashokan et Ramesh [70] proposent alors d'utiliser ces six images pour extraire la phase comme :

$$\varphi = \text{atan}\left(\frac{(I_3 - I_4) * \cos(2\beta) + (I_2 - I_1) * \sin(2\beta)}{(I_6 - I_5)}\right), \varphi \in [-\pi, \pi] \quad 2-77$$

Cette technique d'analyse nécessite la connaissance du paramètre isocline β à la différence de la technique de Hecker et Morche.

2.6.1.3 Modulation de phase avec huit images de Quiroga :

La méthode de modulation de phase à huit images de Quiroga et al [71] utilise la même configuration elliptique que Wang et Patterson. Les huit images associées sont les mêmes que précédemment, hormis deux nouvelles configurations en champ circulaire.

Tableau 8 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Quiroga pour le paramètre isochrome

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
-45	90	0	90	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
-45	90	90	0	$I_2 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
90	45	45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_4 = \frac{I_0}{2}(1 - (\sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	45	0	$I_5 = \frac{I_0}{2}(1 + \cos(\varphi)) + I_b$
90	45	-45	0	$I_6 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
-45	90	0	45	$I_7 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
-45	90	90	45	$I_8 = \frac{I_0}{2}(1 + \cos(\varphi)) + I_b$

Pour obtenir ces deux nouvelles images Quiroga et al tournent les quatre éléments optiques. Le paramètre isochrome est obtenu à partir d'une fonction atan :

$$\varphi = \text{atan} \left(\frac{(I_3 - I_4)\cos(2\beta) + (I_2 - I_1)\sin(2\beta)}{\frac{(I_6 - I_5) + (I_7 - I_8)}{2}} \right), \varphi \in [-\pi, \pi] \quad 2-78$$

À la différence de la méthode proposée par Wang et Patterson, celle-ci permet de ne pas avoir d'ambiguïté sur les signes lorsque la valeur de la phase se situe aux extrémités π et $-\pi$. En effet dans ces zones, la phase calculée par la soustraction de I_3-I_4 est relativement différente de celle calculée par I_2-I_1 . La méthode propose d'utiliser un filtre passe-bas pour lisser les résultats à ce niveau-là. Cette méthode nécessite aussi la connaissance du paramètre isocline β .

2.6.1.4 Modulation de phase de Yoneyama

Yoneyama et Kikuta [72] proposent une méthode d'analyse à cinq images. Le polariscope est configuré pour mesurer des champs d'ondes elliptiques. Les retards induits par les lames ne sont pas forcément connus et le dispositif n'utilise pas obligatoirement des lames quart d'onde. Ces lames retardatrices n'ont pas non plus besoin d'être spécifiques avec la

longueur d'onde incidente. Cependant les deux lames retardatrices doivent délivrer le même retard de phase ε . Les cinq configurations proposées par Yoneyama et Kikuta sont :

Tableau 9 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Yoneyama pour le paramètre isochrome

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
90	45	-45	-45	$I_1 = \frac{I_0}{2} \left(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)\sin(\varepsilon) + \cos(\varepsilon)\sin(4\beta) + \cos^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b$
90	-45	-45	-45	$I_2 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \sin(\varphi)\cos(2\beta)\sin(\varepsilon) + \cos(\varepsilon)\sin(4\beta) + \cos^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b$
90	-45	-45	90	$I_3 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \cos(\varphi)\sin^2(\varepsilon) + \sin(\varphi)\sin(2\beta)\sin(2\varepsilon) + \cos^2(\varepsilon)(\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi)\sin^2(2\beta)) \right) + I_b$
90	-45	45	90	$I_4 = \frac{I_0}{2} \left(1 + \cos(\varphi)\sin^2(\varepsilon) + \cos^2(\varepsilon)(\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi)\sin^2(2\beta)) \right) + I_b$
90	45	45	90	$I_5 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \cos(\varphi)\sin^2(\varepsilon) - \sin(\varphi)\sin(2\varepsilon)\sin(2\beta) + \cos^2(\varepsilon)(\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi)\sin^2(2\beta)) \right) + I_b$
90	-45	0	0	$I_6 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)\sin(\varepsilon) - \cos(\varepsilon)(\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi)\sin^2(2\beta)) \right) + I_b$

On remarque que ce sont les mêmes configurations que celles utilisées par les auteurs précédents (Wang/Patterson, Ashokan/Ramesh et Quiroga). Seulement Yoneyama et Kikuta n'ont pas simplifié l'équation générale du champ elliptique en posant $\varepsilon=\pi/2$. Le paramètre isochrome est alors extrait à partir de l'équation:

$$\varphi = \text{atan} \left(\frac{2(I_1 - I_2) * \sin(\varepsilon)}{(-I_3 + 2I_4 - I_5)\sin(2\beta)} \right), \varphi \in [-\pi, \pi] \quad 2-79$$

L'extraction de la phase nécessite la connaissance du paramètre isocline et du paramètre ε . Le retard de phase ε induit par les lames est obtenu à partir de l'équation :

$$\varepsilon = \text{acos} \left(\frac{(I_5 - I_6)}{2(I_1 - I_2)} \right), \varepsilon \in [0, \pi] \quad 2-80$$

Cette méthode de modulation de phase permet de déterminer la valeur du retard induit par les lames retardatrices et de ne pas s'appuyer sur des paramètres d'entrée erronés. Cependant cela induit que les configurations I_1 , I_2 , I_5 et I_6 doivent être très précises car une simple évolution d'une configuration peut induire des erreurs de calcul de ε et en conséquence des erreurs de calcul du retard de phase.

2.6.1.5 Modulation de phase de Zang et al :

La méthode que Zang et al [73] nécessite un polariscope en configuration elliptique. Les lames quart d'onde n'ont pas besoin de tourner, elles sont bloquées à 45° par rapport au référentiel absolu. Il en est de même pour le polariseur qui est bloqué à 90°. C'est uniquement l'analyseur qui est mis en mouvement par une variation d'angle ψ . Le tableau suivant récapitule les 4 configurations optiques nécessaires à l'extraction de la phase :

Tableau 10 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Zang et al pour le paramètre isochrome

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
90	45	45	0	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
90	45	45	45	$I_2 = \frac{I_0}{2}\left(1 - \cos\left(\varphi - \frac{\pi}{2}\right)\right) + I_b$
90	45	45	90	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi - \pi)) + I_b$
90	45	45	135	$I_4 = \frac{I_0}{2}\left(1 - \cos\left(\varphi - \frac{3\pi}{2}\right)\right) + I_b$

Les équations proposées par Zhang et al énoncées dans le tableau 10, ne sont vraies que lorsque l'axe de polarisation du polariseur est parallèle à l'axe d'une des contraintes principales. On remarque que pour ces quatre configurations, l'équation en sortie du polariscope peut alors être simplifiée pour ces quatre paramètres par :

$$\varphi = \frac{I_0}{2} \sin^2\left(\frac{\varphi}{2} - \psi\right)$$

ou

2-81

$$\varphi = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi - 2\psi)) + I_b$$

La phase est extraite à partir de l'équation suivante :

$$\varphi = \text{atan}\left(\frac{(I_2 - I_4)}{(I_3 - I_1)}\right), \varphi \in [-\pi, \pi]$$

2-82

Pour que l'équation soit correcte pour toutes les orientations de phases, Zang et al proposent alors de tourner tous les éléments optiques du même angle huit fois. Lorsque l'axe du polariseur atteint les huit positions, le groupe des quatre images est capturé. L'équation générale de l'intensité lumineuse en sortie du polariscope pour tout déplacement du polariseur (et des lames quart d'onde) est définie comme :

$$\varphi = \frac{I_0}{2} \sin^2 \left(\frac{\varphi}{2} - \psi \right) + 0.05 I_0 \left(\sin^2 \left(\frac{\varphi}{2} + \psi \right) - \sin^2 \left(\frac{\varphi}{2} - \psi \right) \right) + I_b \quad 2-83$$

Un nouveau terme apparaît. Ce terme comporte un coefficient de 0.05 qui est négligé par Zhang et al :

$$0.05 I_0 \left(\sin^2 \left(\frac{\varphi}{2} + \psi \right) - \sin^2 \left(\frac{\varphi}{2} - \psi \right) \right) \approx 0 \quad 2-84$$

L'équation 2-83 peut être utilisée pour chaque orientation du dispositif. Puisque le paramètre isocline, déterminé au préalable par une autre méthode, donne une information sur l'orientation de la contrainte, il est possible de choisir le paramètre isochrome qui convient. Par exemple, lorsque l'isocline se situe entre 56.26° et 78.75° par rapport à un repère absolu, alors la phase est extraite à partir des quatre images lorsque le polariseur se situe à 67.5° .

Tableau 11 : Retard de phase choisi en fonction de la position du polariseur et de la valeur de l'isocline

Position Polariseur Valeur isocline	90°	67.5°	45°	22.5°	0°	-22.5°	-45°	-67.5°
$\beta < -78.75^\circ$ ou $\beta > -78.75^\circ$	φ							
$-78.75^\circ \leq \beta \leq -56.25^\circ$		φ						
$-56.25^\circ \leq \beta \leq -33.75^\circ$			φ					
$-33.75^\circ \leq \beta \leq -11.25^\circ$				φ				
$-11.25^\circ \leq \beta \leq 11.25^\circ$					φ			
$11.25^\circ \leq \beta \leq 33.75^\circ$						φ		
$33.75^\circ \leq \beta \leq 56.25^\circ$							φ	
$56.25^\circ \leq \beta \leq 78.75^\circ$								φ

Cette méthode est moins ordinaire que celles qui sont présentées jusqu'à présent. Elle est dépendante de l'orientation de la phase et nécessite quelques approximations. Cette méthode nécessite un/des recouvrement(s) de phase.

2.6.1.6 Méthode du carré de Magalhaes

Almeida Magalhaes et al [74] proposent une méthode particulière dont le nombre d'images améliore la précision des résultats. Un polariscope elliptique est nécessaire. Les positions angulaires des lames quart d'onde et du polariseur sont bloquées. C'est uniquement l'analyseur qui tourne. L'idée s'apparente à une technique utilisée dans les méthodes d'interférence comme le moiré d'ombre [75]. Les auteurs partent du principe que toute onde a son intensité décrite comme :

$$I(x, y) = I_0(x, y)\cos(\varphi(x, y) + \delta) + I_b(x, y) \quad 2-85$$

Dans le cas du moiré d'ombre, les paramètres $I_0(x, y)$ et $I_b(x, y)$ représentent l'intensité modulée et le fond continu. $\varphi(x, y)$ et δ représentent la phase à l'origine et le retard de phase. Puisque les quatre paramètres sont inconnus, au moins quatre images sont nécessaires pour résoudre l'équation ci-dessus. Comme toute technique de modulation de phase, il est possible de retrouver quatre équations différentes par modulation du paramètre δ :

$$I_1(x, y) = I_0(x, y)\cos\left(\varphi(x, y) - \frac{3\delta}{2}\right) + I_b(x, y) \quad 2-86$$

$$I_2(x, y) = I_0(x, y) \cos\left(\varphi(x, y) - \frac{\delta}{2}\right) + I_b(x, y)$$

$$I_3(x, y) = I_0(x, y) \cos\left(\varphi(x, y) + \frac{\delta}{2}\right) + I_b(x, y)$$

$$I_4(x, y) = I_0(x, y) \cos\left(\varphi(x, y) + \frac{3\delta}{2}\right) + I_b(x, y)$$

La phase à l'origine est calculée à partir de :

$$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{\sqrt{((I_1 - I_4) + (I_2 - I_3))(3(I_2 - I_3) - (I_1 - I_4))}}{(I_2 + I_3) - (I_1 + I_4)}\right), \varphi \in [0, \pi] \quad 2-87$$

En étendant l'équation à la méthode du carré Almeida et al définissent le retard de phase comme :

$$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{\sqrt{\begin{matrix} -I_1^2 & +2I_1I_2 & -2I_1I_3 & +2I_1I_4 \\ & +3I_2^2 & -6I_2I_3 & -2I_2I_4 \\ & & +3I_3^2 & +2I_3I_4 \\ & & & -I_4^2 \end{matrix}}}{-I_1 + I_2 + I_3 - I_4}}\right), \varphi \in [0, \pi] \quad 2-88$$

On remarque que le numérateur et le dénominateur comportent des coefficients devant les intensités de chaque image. Ces coefficients sont dépendants du nombre d'images N utilisé par l'algorithme.

Ce principe est adapté à la mesure par photoélasticité. Dans le cas d'un polariscope circulaire (P=90°, Qp=45°, Qa=45°), l'équation de l'intensité lumineuse en sortie est définie par :

$$I = I_0(1 - \cos(2\psi)\cos(\varphi) - \cos(2\beta) \sin(2\psi)\sin(\varphi)) + I_B \quad 2-89$$

L'angle ψ représente la position absolue de l'analyseur par rapport au référentiel absolu. Tous les paramètres de l'équation sont bornés. Almeida Magalhaes et al proposent un algorithme équivalent à celui de la méthode des carrés :

$$\varphi = \text{atan} \left(\frac{\sqrt{\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N e_{rs} I_r I_s}}{\sqrt{\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N f_{rs} I_r I_s}} \right), \varphi \in [0, \pi] \quad 2-90$$

Le paramètre N définit le nombre d'images utilisées, qui sont au minimum de quatre. Les indices r et s dépendent de la position de l'image acquise dans la matrice (la position de l'analyseur). Les paramètres e et f sont des coefficients déterminés par maximisation (ou minimisation) de l'équation suivante :

$$\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N e_{rs} + f_{rs} \quad 2-91$$

$$-1 \leq e_{rs} \leq 1 \text{ et } -1 \leq f_{rs} \leq 1$$

Les valeurs réelles des paramètres e et f dépendent du dispositif et du nombre d'images acquises. La technique d'analyse nécessite une calibration particulière pour déterminer ces coefficients. La calibration mise en place n'est pas la même suivant le nombre d'images voulu. Cette technique est alors plus complexe à mettre en œuvre que les techniques de modulation de phase classiques. Cependant elle permet d'extraire la phase pour un nombre illimité d'images.

2.6.2 Méthodes d'extraction du paramètre isocline

Six techniques d'extraction de l'isocline sont présentées dans la suite. La plupart sont proposées par les mêmes auteurs que précédemment. Ces techniques utilisent les configurations de polariscope rectiligne et elliptique.

2.6.2.1 Modulation de phase avec trois images de Hecker et Morche :

La méthode d'analyse de Hecker et Morche utilise un polariscope rectiligne avec les polariseurs croisés (champ sombre). L'extraction de l'isocline requiert trois images dont les configurations des éléments optiques sont énoncées ci-dessous :

Tableau 12 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Hecker et Morche pour le paramètre isocline

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
90	-	-	0	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(4\beta)) + I_b$
120	-	-	30	$I_2 = \frac{I_0}{2} \left(\sin(\varphi) \left(1 + \sqrt{3}\sin(4\beta) + \sqrt{3}\cos(4\beta) \right) \right) + I_b$
60	-	-	-30	$I_3 = \frac{I_0}{2} \left(\sin(\varphi) \left(1 - \sqrt{3}\sin(4\beta) + \sqrt{3}\cos(4\beta) \right) \right) + I_b$

On remarque que ces configurations sollicitent la rotation des deux polariseurs d'angles multiples de 30°. Les équations sont composées de cosinus et de sinus du paramètre isocline. Les valeurs d'isoclines sont alors extraites à partir d'une fonction atan :

$$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_2 - I_3)}{\sqrt{3}(I_2 + I_3 - 2I_1)} \right), \beta \in \left[-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right] \quad 2-92$$

La technique de Hecker et Morche est simple à mettre en œuvre puisqu'elle ne nécessite que des polariseurs. Les trois images sont rapidement acquises. Cependant, la moindre erreur de positionnement d'un des polariseurs peut engendrer une erreur de calcul non négligeable, surtout pour les configurations I_2 et I_3 qui sont doublement nécessaires pour extraire l'isocline.

2.6.2.2 Modulation de phase avec quatre images de Wang et Patterson :

La technique d'analyse de Wang et Patterson utilise les quatre mêmes images que pour l'extraction du paramètre isochrome. L'isocline est donc extraite à partir d'un dispositif elliptique. Les configurations nécessaires pour extraire le paramètre sont données dans le tableau 13 :

Tableau 13 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Wang et Patterson pour le paramètre isocline

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
0	90	45	90	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
-45	90	90	0	$I_2 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
90	45	45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_4 = \frac{I_0}{2}(1 - (\sin(\varphi)\cos(2\beta))) + I_b$

Le paramètre β est déterminé à partir de l'équation suivante :

$$\beta = \frac{1}{2} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_2 - I_1)}{(I_3 - I_4)} \right), \beta \in \left[-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2} \right] \quad 2-93$$

L'intérêt de la technique de Wang et Patterson est de n'utiliser que six images pour extraire à la fois les paramètres isocline et isochrome. Cette facilité de mise en œuvre est à double tranchant. En effet, l'extraction de l'isochrome nécessite la connaissance de l'isocline. Si une des quatre configurations I_1 , I_2 , I_3 et I_4 n'est pas correctement atteinte, alors le calcul de l'isocline est erroné. Il en découle que le calcul de l'isochrome est faux non seulement à cause de la mauvaise valeur du paramètre β mais aussi parce que les configurations nécessaires pour l'extraction de φ ne seront pas atteintes.

2.6.2.3 Modulation de phase de Yoneyama

La méthode de modulation de phase que propose Yoneyama [72] requiert un polariscope elliptique. Ce sont les mêmes configurations qu'utilisent Wang et Patterson cependant les lames utilisées ne sont pas nécessairement des lames quart d'onde :

Tableau 14 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase de Yoneyama pour le paramètre isocline

Dispositions (°)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
90	45	0	0	$I_1 = \frac{I_0}{2} \left(1 + \sin(\varphi) \sin(2\beta) \sin(\varepsilon) - \cos(\varepsilon) (\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi) \sin^2(2\beta)) \right) + I_b$
90	-45	0	0	$I_2 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \sin(\varphi) \sin(2\beta) \sin(\varepsilon) - \cos(\varepsilon) (\cos^2(2\beta) + \cos(\varphi) \sin^2(2\beta)) \right) + I_b$
90	45	-45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2} \left(1 + \sin(\varphi) \cos(2\beta) \sin(\varepsilon) + \cos(\varepsilon) \sin(4\beta) + \cos^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b$
90	-45	-45	-45	$I_4 = \frac{I_0}{2} \left(1 - \sin(\varphi) \cos(2\beta) \sin(\varepsilon) + \cos(\varepsilon) \sin(4\beta) + \cos^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right) + I_b$

Cela induit que les équations des configurations ne sont pas totalement simplifiées. Le paramètre ε est inconnu. Il peut être calculé à partir de l'équation 2-80. L'isocline est extraite par le même algorithme que Wang et Patterson :

$$\beta = \frac{1}{2} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_1 - I_2)}{(I_3 - I_4)} \right), \beta \in \left[-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2} \right] \quad 2-94$$

2.6.2.4 Méthode des carrés d'Almeida

Le principe d'extraction de l'isocline par la méthode du carré est la même que celle proposée par Almeida Maghalaes et al [74] pour l'extraction de l'isochrome. Le montage nécessite un polariscope elliptique. Le polariseur est à 90° de l'horizontale et les lames quart d'onde à 45°. Seul l'analyseur tourne et sa position est définie par l'angle ψ . L'isocline est extraite à partir de la même équation du carré que pour l'isochrome :

$$\beta = \frac{1}{2} \operatorname{atan} \left(\frac{\sqrt{\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N b_{rs} I_r I_s}}{\sqrt{\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N c_{rs} I_r I_s}} \right), \varphi \in [0, \pi] \quad 2-95$$

Cependant les coefficients b et c déterminés par maximisation (ou minimisation) ne sont pas les mêmes. Ils sont déterminés à partir de l'équation :

$$\sum_{r=1}^N \sum_{s=r}^N b_{rs} + c_{rs} \quad 2-96$$

La calibration des coefficients dépend du nombre d'images et du dispositif expérimental.

2.6.2.5 Modulation de phase à quatre images d'Ashokan

Ashokan et Ramesh [76] utilisent quatre configurations de polariscope rectiligne avec les polariseurs croisés (ou parallèles). La rotation des polariseurs d'un angle constant de 22.5° module le paramètre isocline :

Tableau 15 : configurations obtenues à partir de la modulation de phase d'Ashokan pour le paramètre isocline

Dispositions ($^\circ$)				équations
\vec{P}	\vec{Q}_p	\vec{Q}_a	\vec{A}	
0	-	-	90	$I_1 = I_0 \left(\sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin^2(2\beta) \right) + I_b$
22.5	-	-	112.5	$I_2 = I_0 \left(\sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) (1 - \sin(4\beta)) \right) + I_b$
45	-	-	135	$I_3 = I_0 \left(\sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos^2(2\beta) \right) + I_b$
67.5	-	-	167.5	$I_4 = I_0 \left(\sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) (1 + \sin(4\beta)) \right) + I_b$

Le paramètre peut alors être extrait par l'équation suivante :

$$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_4 - I_2)}{(I_3 - I_1)} \right), \beta \in [-\pi/4, \pi/4] \quad 2-97$$

Tout comme la méthode de Hecker et Morche, l'utilisation d'un champ rectiligne sombre (ou clair) facilite la mise en œuvre de la méthode.

2.6.2.6 FFT de Morimoto

L'adaptation de la FFT (transformée de Fourier rapide) à la photoélasticité revient à Morimoto et al [77]. Cette méthode utilise la fonction mathématique sur les intensités lumineuses recueillies en champ rectiligne avec les polariseurs croisés ou parallèles (champ sombre ou champ clair). Comme il est constaté que dans la méthode de modulation de phase à

quatre images d'Ashokan et Ramesh ci-dessus, la rotation des polariseurs croisés induit une modulation du paramètre isocline. En effet, l'équation de l'intensité lumineuse en sortie d'un polariscope rectiligne dont les polariseurs sont croisés est :

$$I(\beta) = I_0 \sin^2(2\beta - 2\alpha) \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \quad 2-98$$

Cette fonction est périodique de période $T = \pi/2 + k\pi$. Elle peut donc s'écrire en série de Fourier comme :

$$I(\beta) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \left(\frac{1}{T} \int_{-T/2}^{T/2} I(\beta) \cdot e^{-in\frac{2\pi}{T}\beta} d\beta \right) e^{in\frac{2\pi}{T}\beta} \quad 2-99$$

Le paramètre i est le nombre imaginaire et n représente l'ordre. Après calcul de la transformé de Fourier à partir de la série de Fourier, Morimoto et al ont montré que l'ordre 0 de la fonction comprenait seulement la partie $I_0 \sin^2(\varphi/2)$ de l'équation. L'ordre 1 et -1 par contre donnaient l'information de l'isocline comme : $(I_0 \sin^2(\varphi/2) * e^{i4\beta})$. L'isocline peut être déterminée en divisant la partie réelle par la partie imaginaire de l'ordre 1 de la FFT :

$$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{-\Im_{(\text{FFT}+1)}(I(\xi))}{\Re_{(\text{FFT}+1)}(I(\xi))} \right), \alpha \in \left[\frac{-\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right] \quad 2-100$$

Pour que cette méthode fonctionne, il est nécessaire d'avoir au moins quatre images sur une période. Le nombre d'images doit être un multiple de 2. Les paramètres d'entrée sont alors la période, le nombre d'images prises sur cette période et leurs positions. Pour faciliter la mise en œuvre de la technique d'analyse, les images sont souvent prises à intervalles réguliers sur la période. Rien n'empêche de multiplier le nombre de périodes pour améliorer la précision des résultats [67].

2.6.3 Atouts et limites des méthodes d'analyse

Les méthodes présentées sont comparées afin de déterminer la technique d'analyse la mieux adaptée à cette étude. Parmi ces méthodes, deux groupes se distinguent. Bien que les techniques soient toutes différentes, certaines méthodes ont des avantages et des inconvénients communs.

Le premier groupe comprend les méthodes de modulation de phase ne nécessitant que quelques configurations (3, 4, 5, 6 et 8). Il comprend les techniques d'analyse de Wang et Patterson, de Quiroga et al, de Hecker et Morche, de Yoneyama et de Zhang et al. Ces méthodes, de manière générale, sont faciles à mettre en œuvre et utilisent toujours les mêmes configurations. Cependant, elles ne sont pas fiables car la moindre erreur de positionnement des optiques risque d'avoir un impact important sur les résultats, d'autant plus que la plupart des techniques nécessitent la connaissance du paramètre isocline déterminé au préalable avec sa propre incertitude. Les éléments optiques utilisés sont pour la plupart loin d'être parfaits (voir le chapitre III), et apportent eux aussi des informations erronées pouvant être traitées comme un résultat.

Le second groupe est composé des techniques d'analyse pouvant s'appuyer sur un nombre de configurations illimité. Il comprend la méthode des carrés d'Almeida et al et la FFT de Morimoto. Généralement, ces techniques sont fiables car le nombre de configurations améliore considérablement la précision des résultats. Les défauts de calcul causés par les erreurs de positionnement sont généralement réduits lorsqu'un grand nombre de configurations est considéré. Cependant cet aspect, avantageux au premier abord, a aussi ses inconvénients puisque l'acquisition d'un nombre d'images important complexifie la mise en œuvre de ces méthodes et du montage nécessaire.

Des points communs existent tout de même pour toutes les techniques. En effet elles dépendent toutes du dispositif utilisé. Puisque chaque groupe de techniques a ses avantages et ses inconvénients, il est nécessaire de les mettre en œuvre pour les comparer. Ce travail est présenté dans le chapitre III. Cependant une sélection subjective de techniques d'analyse peut d'ores et déjà être réalisée à partir des quelques critères présentés dans ce chapitre. Afin de faciliter la lecture, des dénominations sont données aux techniques (Tableau 16).

Tableau 16 : Dénomination des techniques d'analyse

Isochrome	
Modulation de phase à 5 images de Hecker et Morche	MPhi5
Modulation de phase à 6 images de Wang et Patterson	MPhi6
Modulation de phase à 8 images de Quiroga	MPhi8
Modulation de phase de Yoneyama	MPhiY
Modulation de phase de Zhang et al	MphiZ
Méthode du carré d'Almeida et al	MPhiC
Isocline	
Modulation de phase à 3 images de Hecker et Morche	MBeta3
Modulation de phase à 4 images de Wang et Patterson (Champ elliptique)	MBeta4E
Modulation de phase à 4 images d'Ashokan et Ramesh (champ rectiligne)	MBeta4R
Modulation de phase de Yoneyama	MBetaY
Modulation de phase par FFT de Morimoto	MBetaFFT
Méthode du carré d'Almeida et al	MBetaC

Supposons que les techniques d'analyse soient utilisées avec un dispositif expérimental imparfait. Cela signifie que les éléments optiques ont des défauts²⁷ et que la mise en position²⁸ n'est pas forcément parfaite.

Ces défauts optiques pourraient par exemple être la dépolarisation des polariseurs, le mauvais retard de phases induit par les lames, etc... Subjectivement, on peut remarquer que certaines techniques d'analyse ont tendance à être plus sensibles à ce genre de défauts que d'autres. Par exemple, si un élément optique imparfait n'est pas mis en mouvement, alors ces défauts seront toujours au même endroit et modifieront les résultats ponctuellement sur le champ de mesure. Les résultats sont bien dépendants des défauts de l'élément optique et de la technique d'analyse utilisée. Si par contre ce défaut optique est mis en mouvement et que l'algorithme d'analyse supprime tout ce qui est modulé entre les différentes images, alors les conséquences de ces défauts sont éliminées ou au moins amoindries.

Les défauts de positionnement des optiques sont par exemple induits par les défauts mécaniques. Si l'algorithme utilise un grand nombre de configurations, il est probable que les défauts mécaniques influencent les résultats en ne positionnant pas correctement les éléments optiques dans les configurations nécessaires. Plus il y a d'éléments optiques mis en mouvement, plus il y a de risques qu'il y ait des défauts de positionnement. En effet, c'est l'ensemble des positions des éléments optiques qui jouent sur la simplification des équations des configurations. Si un élément est mal positionné, alors l'équation résultante n'est théoriquement pas simplifiable comme elle devrait l'être.

Il n'y a pas que les caractéristiques mécaniques et optiques du dispositif qui peuvent générer des défauts. En effet, certaines techniques d'analyse d'isochrome nécessitent la détermination du paramètre isocline au préalable. Or le paramètre isocline est lui aussi déterminé avec ce même dispositif imparfait. En conséquence ses erreurs de mesure sont aussi présentes. De manière générale, nous pouvons aussi supposer que le nombre d'images joue un rôle dans les performances d'analyse. En effet cela tend à améliorer les précisions de mesure comme l'explique Morimoto [78] et Almeida [74] pour leurs propres techniques.

Ces différents points énoncés peuvent être des critères de choix de techniques d'analyse. Bien sûr, les évaluations des critères pour chaque technique dépend des possibilités du dispositif utilisé. Pour chaque technique d'analyse, les critères de choix sont dénommés par une lettre allant de A à E.

Le critère A comprend le nombre d'images que la technique peut utiliser. De manière générale, plus le nombre est grand, plus la technique est intéressante. Le critère B, est en lien avec la facilité d'utilisation de la technique. Cela comprend le nombre d'éléments optiques nécessaires et s'ils sont mis en mouvement ou non. En présence de mouvement se pose la question du déplacement angulaire. En effet il est souvent préférable de limiter les complications. Le critère C définit si une technique nécessite la connaissance du paramètre isocline. Les critères D et E expriment l'influence que pourrait avoir la technique sur les défauts de positionnement (critère D) et les défauts optiques (critères E). Le Tableau 17 compare les

²⁷ Ces défauts optiques ne sont pas quantifiables à ce stade de l'étude. Ils seront analysés dans le chapitre III.

²⁸ Ces défauts de mise en position sont quantifiés dans le chapitre III.

techniques d'analyse en fonction des critères dénommés. La note appliquée pour chaque technique est subjective.

Tableau 17 : comparaison subjective des techniques d'analyse

Critère Techniques	(A) Nombre d'images	(B) Facilité d'utilisation	(C) Indépendance face à la valeur de l'isocline	(D) Indépendance face aux défauts de Positionnement	(E) Indépendance face aux défauts optiques
Isochrome					
MPhi5	**	****	*****	***	***
MPhi6	***	***	**	***	***
MPhi8	***	**	**	*	***
MPhiY	***	***	**	***	***
MphiZ	* ²⁹	****	*	***	**
MPhiC	*****	*	*****	*****	*
Isocline					
MBeta3	*	****	-	**	**
MBeta4E	**	***	-	**	**
MBeta4R	**	***	-	****	****
MBetaY	**	***	-	***	***
MBetaFFT	*****	**	-	****	*****
MBetaC	*****	*	-	****	*

Evaluation : * Très faible ** faible ***moyen **** fort ***** très fort

Quelques explications sont nécessaires pour comprendre les notes appliquées aux techniques en fonction des critères. Les méthodes de Zhang et d'Almeida ont des critères rédhibitoires, bien qu'elles soient très intéressantes. En effet, la méthode d'Almeida ne met en mouvement que l'analyseur, ce qui implique que les défauts optiques du polariseur et des deux lames quart d'onde sont statiques. De plus la complexité de sa mise en œuvre ne facilite pas le calcul et peut causer des erreurs. La méthode de Zhang nécessite la connaissance de l'isocline pour déterminer quelle phase est la bonne en chaque point. Mais si l'isocline est erronée, la phase choisie risque d'être la mauvaise.

Les autres techniques sont alors choisies pour être comparées expérimentalement avec un dispositif expérimental développé au chapitre III³⁰. Comme cela a été suggéré ici, le dispositif réalisé n'est pas parfait. Le prochain chapitre montre son fonctionnement et ses défauts. Pour

²⁹ Dans le cas de la technique de Zhang, ce critère peut sembler erroné. Il faut regarder combien d'images sont nécessaires pour calculer le retard de phase (ici uniquement quatre) et non le nombre d'images capturées.

³⁰ Les techniques de Yoneyama et de Wang et Patterson sont relativement équivalentes. Seule la technique de Wang et Patterson servira de base pour les comparaisons.

conclure ce chapitre dédié à la photoélasticité, quelques résultats issus de la littérature proches du contexte d'étude de cette thèse seront présentés.

2.7 Présentation des principales études associées à la détermination des contraintes résiduelles par photoélasticité dans des substrats cristallins de silicium

Aujourd'hui, moins d'une dizaine de groupes de chercheurs étudient expérimentalement les contraintes résiduelles dans les substrats cristallins de silicium. Certains de leurs travaux sont brièvement résumés ci-dessous.

Steven Danyluk et al sont les auteurs les plus actifs pour la détermination des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium cristallins par photoélasticité en champ complet. La première étude [79] remonte à l'année 2002. Steven Danyluk, spécialisé dans le domaine de la tribologie et de la physique a mené des investigations sur le silicium en parallèle à la détermination des contraintes par photoélasticité depuis les années 1980 [80]. Lui et son équipe ont plus d'une centaine de communications à leur actif sur les contraintes dans les substrats de silicium. Dans le cas de la mesure par photoélasticité quatre thèses ont suivies ainsi que des dépôts de brevets sur les équipements expérimentaux de photoélasticité. T. Zheng [81] a commencé à utiliser la photoélasticité dans les années 2000. Le banc d'essai n'était pas automatisé et le système mis en place était optimisé pour une mesure en lumière dirigée. Les techniques d'analyse utilisées pour extraire les paramètres isocline et isochrome étaient celles de Wang et Patterson. Les difficultés liées à l'anisotropie du silicium étaient déjà soulignées. S. He en 2005 [82], a mis en place un banc d'essai automatisé utilisant cette fois-ci la lumière diffusée en montrant les complications rencontrées lors d'études en lumière dirigée (montage fastidieux et plus compliqué). Il a déterminé le coefficient photoélastique pour certaines orientations cristallines. Les techniques d'analyse sont les mêmes que celles utilisées par T. Zheng. L. fang en 2010 [83], a continué les travaux de He en élargissant les connaissances sur les coefficients photoélastiques et a amélioré la méthode de calibration du polariscope, toujours avec les mêmes techniques d'analyse. K. Skenes en 2014 [58] a changé la technique d'analyse du paramètre isocline mais pas celle du paramètre isochrome et a commencé à étudier les performances du banc photoélastique. Il a utilisé la technique d'analyse d'isocline d'Ashokan et Ramesh. Toutes les études citées ont été directement réalisées sur les substrats polycristallins sans mesure dans des substrats monocristallins ni mono-like. Les substrats sont fabriqués à partir des mêmes procédés énoncés dans le chapitre I. Les niveaux de contraintes de cisaillement maximal mesurés sont de l'ordre de 10 à 15 MPa. Durant toutes leurs études, il n'apparaît pas de cartographies d'isocline malgré l'importance du paramètre dans les méthodes d'analyse qu'ils utilisent.

Gavin Horn et al [84] étudient aussi les contraintes par photoélasticité dans les substrats silicium cristallin. Ils utilisent un polariscope infrarouge automatisé. Ils n'ont pas étudié les

substrats en champ complet mais uniquement sur des zones ayant des concentrations de contraintes importantes (défauts, interfaces,...) de quelques millimètres, ou centimètres [85]. Ils ne travaillent donc pas à la même échelle que Danyluk et al. Ils ont étudié les contraintes résiduelles provenant d'impuretés et ont déterminé un niveau de contraintes de cisaillement maximal [86] de l'ordre de 1 à 4 MPa. La différence de valeur entre Danyluk et Horn provient probablement des procédés de fabrication des substrats étudiés. Ils ne dévoilent pas explicitement les techniques d'analyse utilisées, cependant ils annoncent que leurs mesures sont précises à 1/100^{ème} frange. Ils ne dévoilent pas non plus quelle est la valeur du coefficient photoélastique utilisé.

En 1993 Gamarts [19] a publié un article sur la mesure des contraintes résiduelles dans un substrat de microélectronique. Les contraintes maximales mesurées sur un diamètre de 60 mm et de 0.8 mm d'épaisseur sont de l'ordre de 4 MPa et se situent sur les bords du substrat. La valeur moyenne sur la dimension de l'échantillon semble se situer dans les environs de 0.5 MPa. Il est l'un des premiers à avoir déterminé les coefficients photoélastiques du silicium.

Fukuzawa, Yamada et al [87] ont débuté leurs études sur la photoélasticité infrarouge dans les années 1980 en même temps que Danyluk et al. Ils ont choisi d'utiliser un polariscope scanner SIRP (Scanning Infra-Red Polariscopes) dans le but d'avoir des éléments optiques de meilleure qualité et de pouvoir mesurer un champ assez grand. Ils ont mesuré les déformations résiduelles sur des échantillons de plus de 150 mm de diamètre. Ils ont donné des valeurs de contraintes résiduelles de l'ordre de 0.2 à 1 MPa dans les substrats monocristallins qu'ils ont étudiés [88]. Mais ils n'ont pas révélé leurs techniques d'analyse ni leurs incertitudes de mesures.

Parmi les autres auteurs nous trouvons Ganapati et al [89] qui utilisent un polariscope industriel (GFP de Stress Photonics). Ils ont conclu que les valeurs de contraintes résiduelles provenant du procédé thermique sont de l'ordre de 5 MPa tandis que les défauts locaux sont plutôt de l'ordre de 40 MPa dans les substrats polycristallins. Wang et al [90] ont mesuré des contraintes résiduelles dans un lingot monocristallin poli (156 mm*156 mm*100 mm) à partir d'un polariscope industriel (NIR exicor) sans découpage optique ni mécanique. Ils ont conclu que les contraintes résiduelles sont de l'ordre de 0.1 MPa dans le lingot.

2.8 Conclusion du chapitre II

Peu de méthodes expérimentales sont adaptées à la détermination des contraintes résiduelles de niveau I et II dans les substrats de silicium (contraintes résiduelles dont les variations sont macroscopiques et intenses). C'est la photoélasticité qui est la plus utilisée. Ces études existent depuis les années 1980. Il apparaît que la photoélasticité bidimensionnelle en transmission est une solution adéquate comme nous l'avons vu. Pour ces raisons nous l'avons retenue pour cette étude. En résumé, cette méthode permet de déterminer le cisaillement maximal dans le plan et l'orientation d'une des contraintes principales à partir de configurations particulières d'éléments optiques et de techniques d'analyse. Cependant son fonctionnement est dépendant de l'élément à étudier. En effet, le montage doit être adapté au cas du silicium. Cela signifie que le dispositif doit utiliser des éléments optiques adaptés à la transmittance du silicium.

Un autre point important est soulevé par la littérature. Celle-ci montre que le niveau d'isochrome est très faible dans les substrats de silicium. Cela implique que les mesures par photoélasticité seront focalisées sur de faibles valeurs de frange et qu'il est nécessaire d'avoir une technique d'analyse adaptée à ce cas particulier. C'est pourquoi, une comparaison de quelques techniques d'analyse a été présentée. Cette étude montre que les techniques ont chacune leurs atouts et leurs limites. En effet, ces méthodes sont dépendantes des défauts du dispositif utilisé. Il est alors difficile de les comparer sans les mettre en œuvre. Cela induit que le dispositif expérimental doit pouvoir réaliser un maximum de configurations possibles (rectiligne, elliptique et circulaire). Le chapitre III présentera un dispositif expérimental spécifique satisfaisant à toutes ces nécessités. Les techniques d'analyse sont ensuite comparées dans notre cas d'étude, pour une valeur d'isochrome faible et pour notre dispositif.

3 Chapitre III : Le dispositif expérimental

L'objectif de ce chapitre est de présenter le dispositif expérimental mis au point ainsi que le développement d'outils de traitement des données spécifiquement réalisés pour cette étude. Ces développements ont été implémentés puis transmis au site d'étude et de fabrication des substrats, l'INES (Institut National des Energies Solaires). Les solutions de conception ainsi qu'une étude sur les performances du dispositif sont présentées dans ce chapitre.

3.1 Contexte

Afin de répondre au contrat de collaboration, l'étude doit se dérouler sur trente-six mois. Le polariscope doit être mis en place au sein de l'INES dix mois après le début du contrat. Un second dispositif expérimental est alors nécessaire pour poursuivre en laboratoire notre recherche sur les relations entre les contraintes résiduelles et les procédés de fabrication des substrats durant les vingt-six mois restants. Ce second dispositif est implémenté à l'institut PPRIME.

Des contraintes techniques doivent être levées pour réaliser le montage. Tout d'abord la transmittance du silicium énoncée dans le chapitre I implique que la source lumineuse incidente soit infrarouge. Il en découle que tous les éléments optiques doivent être adaptés à cette source. La plupart des techniques d'analyse, énoncées dans le chapitre II, nécessitent l'utilisation de champs rectiligne, elliptique et circulaire. Il faut donc nécessairement des lames quart d'onde et des polariseurs afin de s'adapter à de nombreuses situations.

Les étapes de mise au point sont détaillées en Annexe 5. Celles-ci comprennent la conception, la fabrication, le montage et la calibration des dispositifs. L'étape de la conception est primordiale car on y définit les solutions techniques. Au préalable les éléments optiques ont été sélectionnés et dimensionnés. De plus, les différents changements de configurations ont été automatisés pour minimiser les erreurs de positionnement et faciliter l'emploi de techniques d'analyse. De ce fait, la conception du dispositif se décompose en quatre étapes : mécanique, optique, automatisation et traitement/analyse.

Ainsi, cette étude nécessite le développement de dispositifs expérimentaux spécifiques, non seulement parce que ce dispositif est unique mais aussi pour contrôler un maximum d'éléments et pouvoir contrôler la chaîne de mesure jusqu'au logiciel d'analyse. En effet, la mise au point intégrale (conception, fabrication, montage et calibration) d'un banc d'essais en assure une relative maîtrise des défauts.

Les contraintes temporelles et la réalisation de deux dispositifs expérimentaux imposent une planification rigoureuse des tâches. Une description de leur ordonnancement est donc donnée par la Figure 46 mettant l'accent sur le travail technique dans cette étude.

		mois 1	mois 2	mois 3	mois 4	mois 5	mois 6	mois 7	mois 8	mois 9	mois 10
Conception	Partie mécanique	Choix des éléments optiques	conception de la source LED	Test des éléments optiques							
	Partie optique			Choix des éléments mécaniques	Conception	Mise en plan					
Fabrication	Partie électronique			Choix des éléments électroniques	Conception des cartes électroniques						
	Partie mécanique			fabrication mécanique (entreprise externe)							
Montage	Partie optique	Commande des optiques									
	Partie électronique	fabrication des panneaux LEDs		Commande de pièce électronique							
Calibration globale	Partie mécanique			Montage mécanique							
	Partie électronique			Montage de lamoié électrique		Cablage électrique					
Dispositif complet											Calibration mécanique et optique du banc

Figure 46 : Planning type de mise en place d'un dispositif

3.2 Solutions de conception

La conception du dispositif intéresse plusieurs domaines (notamment mécanique, électronique, informatique). Cela nécessite donc une approche pluridisciplinaire pour déterminer au mieux les choix qui devront être mis en œuvre durant la fabrication, le montage, la calibration et l'utilisation. Les solutions de conception mécanique sont présentées dans le paragraphe 3.2.

3.2.1 Différents polariscope en transmission

Dans le cas d'une mesure en champ complet, sur un substrat de silicium, trois types de polariscope sont couramment utilisés.

Le premier système, le polariscope scanner (Figure 47), utilise une source incidente ponctuelle (souvent laser). Ce montage réalise des mesures ponctuelles uniquement (dans l'espace). Pour réaliser une cartographie sur un substrat, il est nécessaire de scanner l'élément en déplaçant la pièce ou les éléments optiques. Ce dispositif est complexe et la précision spatiale est diminuée par les erreurs de positionnement de la pièce. Cependant les défauts des éléments optiques sont minimales car il est facile de trouver des optiques de bonne qualité (petite taille). C'est le principe du polariscope de Yamada et al [87], qui est utilisé depuis les années 2000.

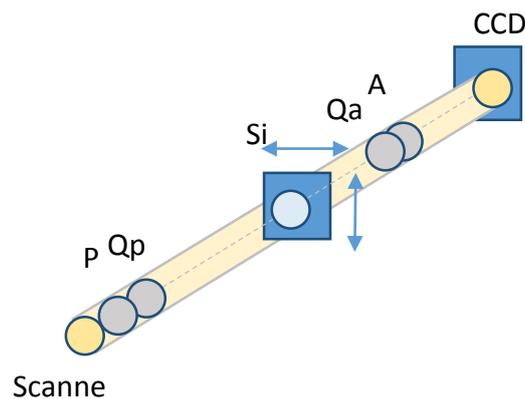


Figure 47 : polariscope scanner

Le deuxième système, le polariscope en lumière dirigée (Figure 48), utilise aussi une source incidente ponctuelle. Cette fois-ci ce sont des lentilles qui permettent d'élargir le faisceau afin de couvrir les dimensions du substrat. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'avoir des polariseurs

et des lames retardatrices de grandes dimensions. Cependant il faut des lentilles de taille proportionnelle à celle du substrat. Cette configuration permet d'utiliser des polariseurs de bonne qualité, mais elle nécessite d'ajouter des lentilles qui ont leurs défauts comme les aberrations optiques, les effets de bord, les caustiques... Ces lentilles sont nécessairement de grande taille et trop coûteuses dans le cadre de notre étude. Ce montage était utilisé par Danyluk et al dans les années 2000.

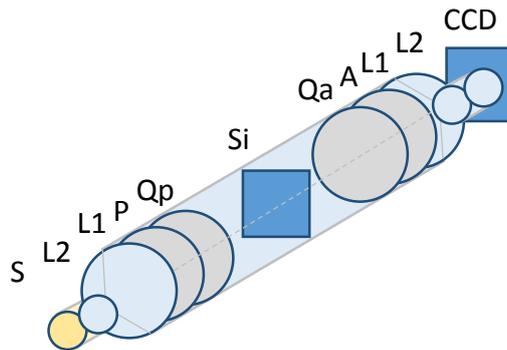


Figure 48 : polariscope en lumière dirigée

Le troisième système, le polariscope en lumière diffusée (Figure 49), utilise une lumière diffusée. Il est composé d'une source lumineuse (généralement étendue) et d'un diffuseur. Ce type de polariscope n'a pas besoin de lentilles mais les polariseurs sont nécessairement de grande taille au vu de la taille des substrats (au moins du côté de la source lumineuse). Cela signifie que le type de polariseurs est différent car on utilise en général des polariseurs de type feuille « Polaroid » plutôt que des éléments en quartz. Les défauts d'homogénéité des propriétés optiques peuvent perturber les résultats. Ce montage est aujourd'hui utilisé par Danyluk et al [58]. C'est cette dernière solution qui a été retenue pour notre étude, car elle utilise moins d'éléments optiques et il existe des polariseurs infrarouges de grandes dimensions. Elle ne nécessite ni lentilles ni déplacement du substrat.

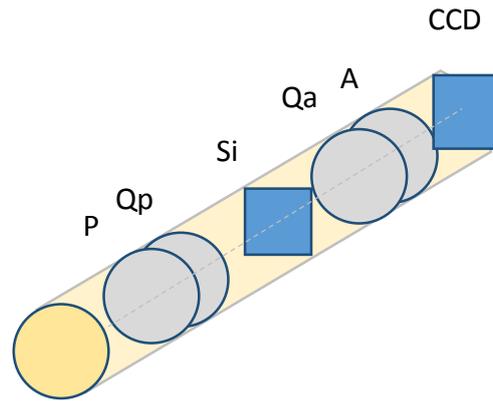


Figure 49 : polariscopes en lumière diffusée

3.2.2 Conception mécanique

Afin de garder toutes les possibilités d'analyse, il est nécessaire que le dispositif puisse mesurer des intensités lumineuses en champ polarisé rectiligne, elliptique et circulaire et en transmission lumineuse non polarisée. Pour cela, des liaisons mécaniques sont ajoutées entre les groupes d'éléments optiques. Pour passer de la configuration rectiligne à la configuration elliptique, le dispositif intervertit les polariseurs avec les lames retardatrices par une rotation des ensembles. Les ensembles sont de couleurs verte et orange sur la Figure 50. Signalons qu'une translation du polariseur et de sa lame retardatrice a été ajoutée pour permettre de mesurer l'intensité lumineuse en transmission sans polarisation de la lumière en entrée.

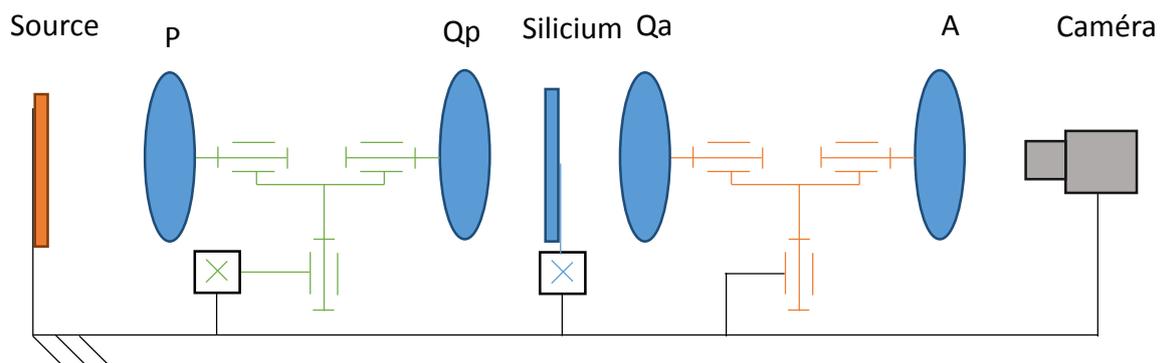


Figure 50 : principe de fonctionnement du dispositif (chaîne cinématique)

Le système de transmission choisi est un entraînement par courroie crantée pour chaque liaison pivot. Cette synchronisation ne nécessite pas d'ajustement serré et est peu coûteuse. Les glissières sont entraînées mécaniquement par un système pignon-crémaillère. Le banc d'essais

est caractérisé car les sources lumineuses infrarouges puissantes peuvent être dangereuses pour les yeux de l'utilisateur. À la suite de ces choix techniques, la conception du banc a été finalisée et mise en plan (Annexe 6). La conception finale est schématisée par la Figure 51.

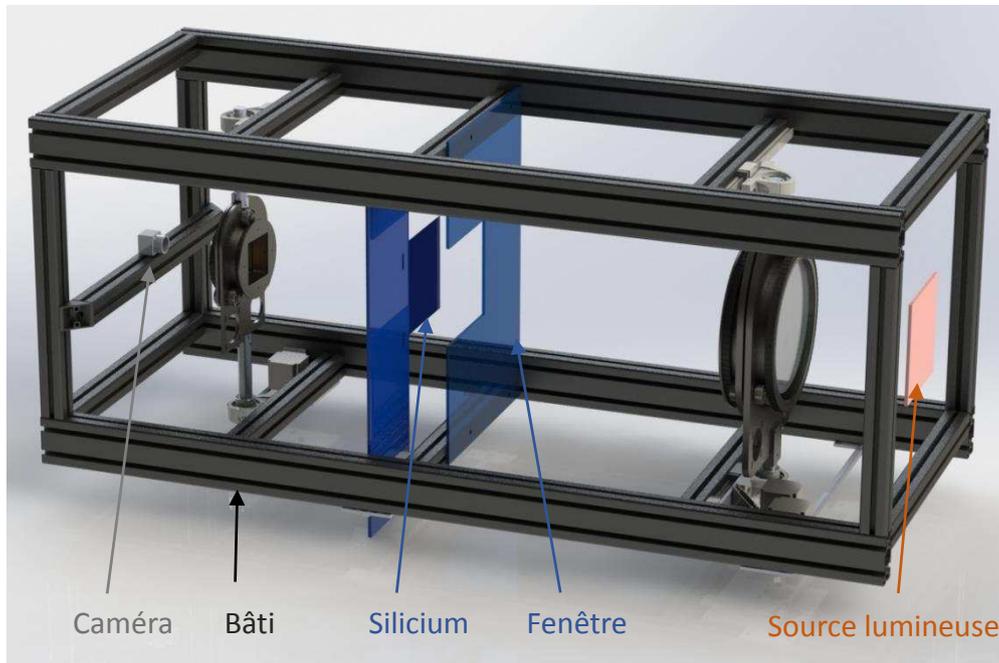


Figure 51 : Conception du dispositif expérimental

Des images du montage sont proposées en Annexe 7. Maintenant que le principe de fonctionnement du dispositif est présenté, il est intéressant de se pencher sur les éléments optiques qui le constituent.

3.2.3 Les choix optiques

Pour définir les éléments optiques, il est nécessaire de se baser sur les propriétés optiques du silicium en transmission proche infrarouge. Pour cela des essais expérimentaux de transmission lumineuse ont été réalisés avec des sources de différents types et de différentes longueurs d'onde. Quelques choix sont présentés ci-dessous. La recherche et l'industrie utilisent assez peu ces longueurs d'onde. Le choix des éléments optiques se limite donc à ce qui est disponible ou peut être fabriqué spécifiquement pour notre étude.

3.2.3.1 Source lumineuse

Comme il a été mentionné dans le chapitre I, le silicium est transparent aux ondes du proche infrarouge (PIR). Or le taux d'intensité lumineuse transmis dépend de la qualité de l'état de surface du substrat. Il est alors proposé de faire des expérimentations sur les substrats les plus opaques. Deux types de sources ont été testés dans les mêmes conditions. Ce sont des lampes halogène et des LEDS. Les résultats obtenus à partir de ces tests sont simplement qualitatifs car les différences entre les sources sont grandes et cela ne nécessite donc pas d'approfondissement particulier. Les sources Halogènes sont des sources chaudes avec une puissance lumineuse importante. Au contraire, les LEDS sont des sources froides qui ont relativement moins de puissance à longueur d'onde équivalente.

Des études sur les sources chaudes ont été réalisées afin de reproduire les travaux de Danyluk et al [82] [83] [58] (source lumineuse à incandescence tungstène). Elles ont montré l'influence non négligeable de la dissipation de chaleur de la source sur le polariseur qui se situe, dans notre cas, proche de la source. De plus des variations d'intensité lumineuse ont été relevées en fonction du temps (Figure 52). Une dérive de l'intensité apparaît en début de chauffe et puis se stabilise ensuite.

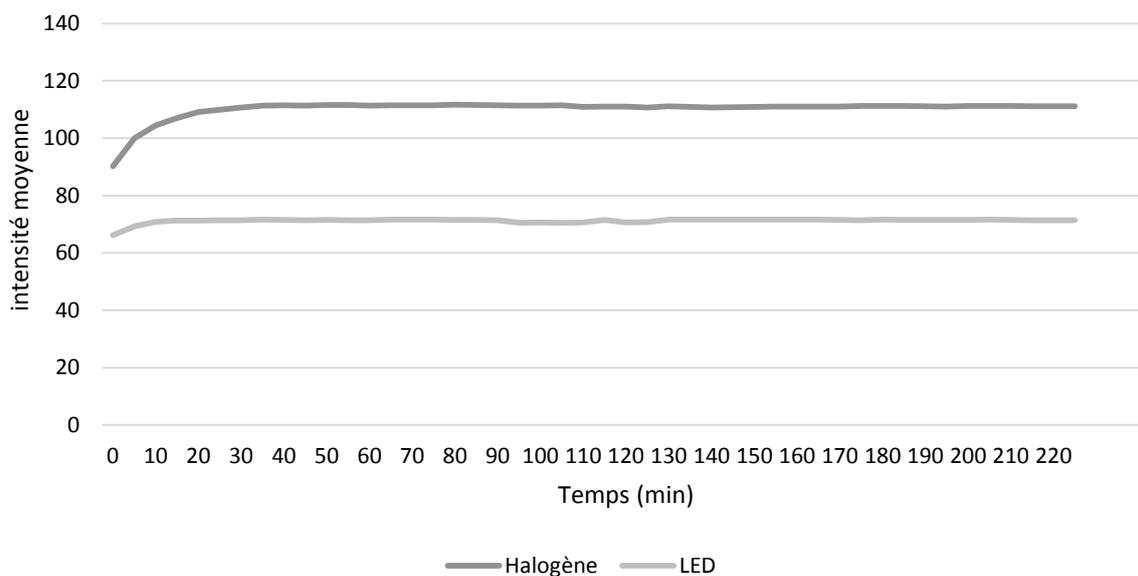


Figure 52: Dérive de l'intensité lumineuse en fonction du temps

Ces sources puissantes semblent dénaturer les éléments optiques. Ce critère élimine à lui tout seul le choix des sources lumineuses chaudes telles que les lampes halogènes ou à filament, dans le cas de notre montage. Le Tableau 18 récapitule d'autres critères de choix éliminant aussi l'utilisation de source chaude par rapport à l'autre technologie testée (LED).

Tableau 18 : Sources lumineuses testées

Source lumineuse	Coût	Puissance	Dissipation calorifique	Stabilité temporelle
Halogène (spectre large)	**	*****	****	***
Halogène (filtre à 940 nm)	**	***	****	***
LED 940 nm	*	***	**	****
LED1070 nm	***	***	**	****
LED 1200 nm	*****	*****	**	****

Evaluation : * Très faible **faible ***moyen **** fort ***** très fort

Nous avons choisi de préférence les technologies LED pour leur prédisposition, en tant que sources froides, à ne pas altérer les éléments optiques fragiles et pour leur coût abordable³¹. Une solution pour obtenir un champ lumineux diffusant est de constituer un panneau de LED. Ainsi la puissance et l'homogénéité du champ sont contrôlées par le nombre de LED utilisées. Les LEDS se déclinent sous différentes longueurs d'onde et ont un spectre assez court (+/- 10nm). Les différents essais de longueurs d'onde ont montré qu'une source de 940 nm était suffisante dans le cas d'une transmission au travers d'un substrat de 0.2 mm d'épaisseur dans les conditions d'essais mis en place. Le taux de transmission est entre 0.2 et 0.4% selon l'état de surface (Annexe 3).

On a donc choisi comme source lumineuse un panneau électronique de 360 LEDS de 940 nm. Les dispositions de chaque LED ont été calculées grâce à une procédure itérative écrite en C++ ayant pour but l'obtention d'un champ lumineux le plus homogène possible à la surface du substrat de silicium. Un second panneau de 128 LEDS PIR (Figure 54) a été créé. Il comprend deux longueurs d'onde (940 nm (64 LED) et de 1070 nm (64 LED)). Il permet éventuellement de garder des possibilités de techniques d'analyse utilisant plusieurs longueurs d'onde [64].

³¹ Les sources lasers ainsi que les sources diode laser diffusées sont trop onéreuses pour le projet.

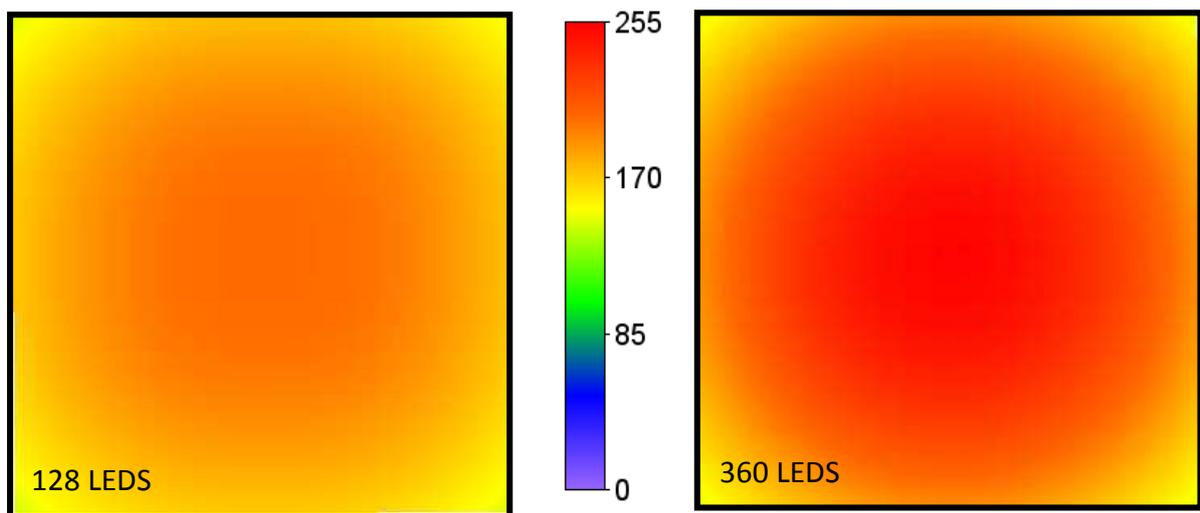


Figure 53 : Simulation de l'intensité lumineuse incidente sur les substrats en fonction des positions des LEDS

Des diffuseurs sont ajoutés afin d'améliorer l'homogénéité lumineuse délivrée par les panneaux. Les positions optimales des LEDS sont représentées par les circuits électroniques des panneaux dans la Figure 54.

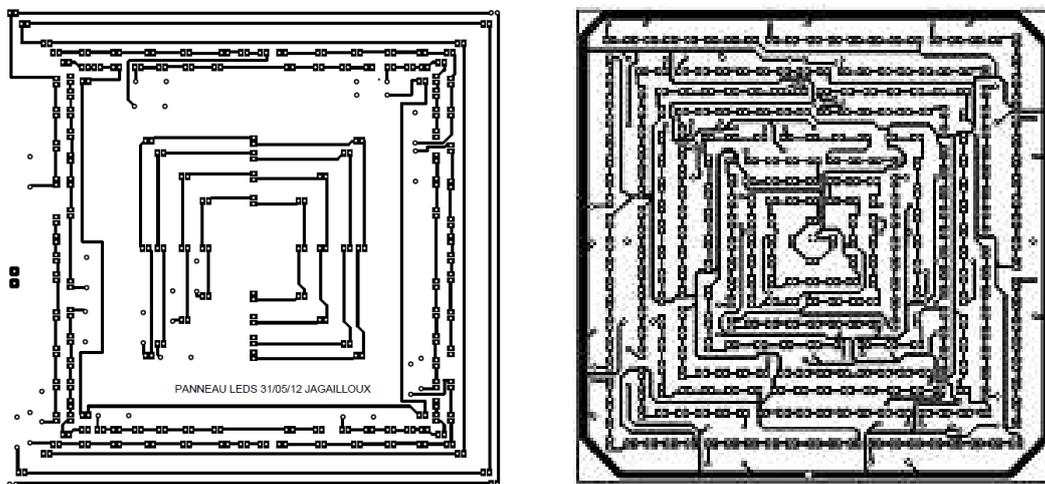


Figure 54 : panneau LED comportant 64 LED de 940nm et 64 LED de 1070nm et panneau de 360 LED de 940 nm

3.2.3.2 Caméra

La mesure dans l'infrarouge est sensiblement différente de la mesure dans les ondes du visible (VIS). Tout corps émet un rayonnement infrarouge d'autant plus près du spectre visible que la température augmente. C'est pourquoi il est préférable de mesurer les ondes du proche infrarouge (PIR), qui sont moins sensibles à ces radiations thermiques (caméra, moteurs, source lumineuse, etc...). Certains capteurs peuvent recueillir un spectre lumineux plus large que les ondes VIS. Ils sont étendus aux ondes PIR. Le tableau suivant récapitule les caméras qui ont été testées (Tableau 19).

Tableau 19: Caméras testées

Caméra	Type	Tailles pixel (μm)	Définition (pixel ²)	Réponse spectrale		Prix	Performance PIR
				940 nm	1070 nm		
Orca flash 4.0	CMOS	6.45	2048*2048	14%	6%	*****	***
$\mu\text{eye UI-1240}$ (NIR)	CMOS	5.3	1280*1024	25%	10%	*	***
$\mu\text{eye 3370CP}$ (NIR)	CMOS	5.5	2048*2048	11.5%	5%	**	***

Evaluation : * Très faible **faible ***moyen **** fort ***** très fort

Les deux caméras μeye ont été retenues pour notre étude car elles ont une réponse spectrale et une définition approximativement équivalente à la caméra Orca flash qui est beaucoup plus chère. Les valeurs d'isocline et d'isochrome sont sensiblement équivalentes dans le proche infrarouge. Les caméras μeye ont été équipées d'objectifs de focale 50mm (grandissement de 0.076 mm/pixels). L'ouverture maximale de 1.2 est amplement suffisante pour capturer un maximum de luminosité dans un temps d'obturation court. L'objectif est muni d'un filtre passe bande ne récupérant que les ondes au-delà de 920 nm.

3.2.3.3 Polariseurs

Il existe plusieurs types de polariseurs. Ces types sont associés à des choix de fabrication et de matériaux différents. Pour de grandes dimensions, le choix se porte sur des polariseurs composés de feuilles polymères laminées (souvent du triacétate). Celles-ci sont formées d'un motif linéaire périodique ne laissant passer qu'une seule direction de propagation d'ondes lumineuses. Ce sont les technologies les moins coûteuses. Ces polariseurs peuvent subir différents traitements notamment un traitement antireflet.

Deux polariseurs proches infrarouges de 220 mm de diamètre ont été testés. Les deux éléments optiques sont fabriqués par des procédés communs mais proviennent de fournisseurs différents. Ces éléments ont été réalisés spécifiquement pour cette étude. La Figure 55 présente la lumière transmise par les deux éléments optiques. Le premier polariseur comporte des taches

et des défauts périodiques sous forme de lignes (dans les directions de polarisation). Le second polariseur présente à première vue moins de défauts optiques en transmission dans le PIR. Comme il a été souligné dans le chapitre précédent, les défauts des polariseurs sont des sources d'erreurs de mesures pour les techniques d'analyse.

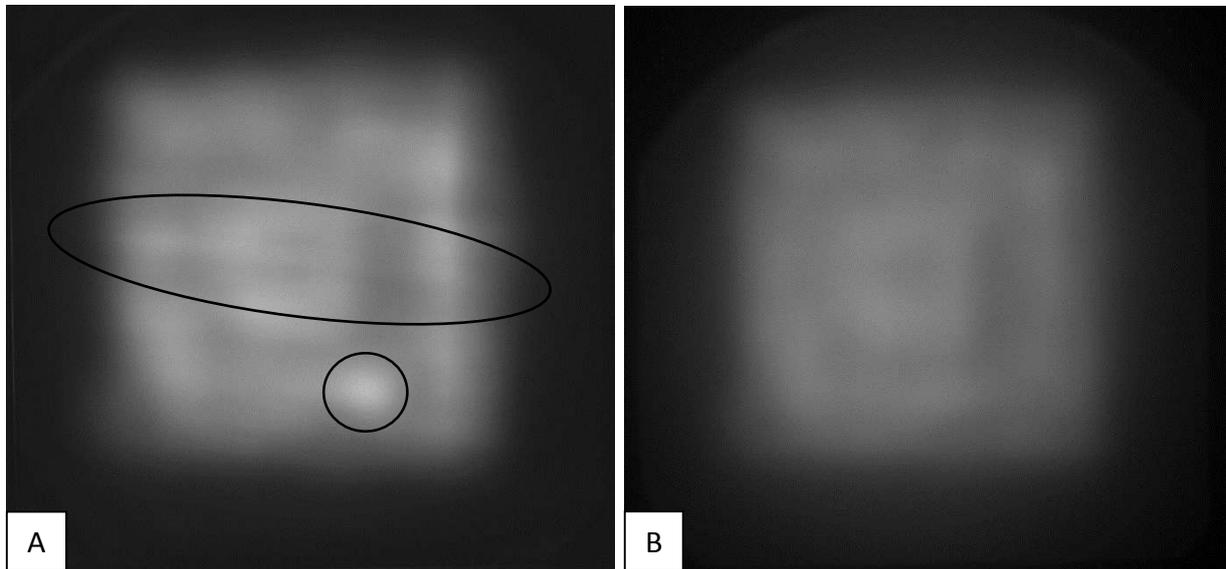


Figure 55 : Transmission lumineuse au travers de deux différents films polariseurs de triacetate

Nous proposons de faire une mesure du paramètre isocline sans échantillon pour définir la qualité des polariseurs. Cette mesure comprend donc les défauts de la source lumineuse (variation temporelle), du polariseur, de l'analyseur et de la caméra. La technique d'analyse utilisée est celle de Morimoto (FFT) sur un champ rectiligne. L'intérêt de cette analyse par FFT est de pouvoir appliquer une rotation complète des polariseurs. Ainsi le champ de mesure contient tous les défauts des éléments optiques. Une image est capturée lorsque le polariseur et l'analyseur ont tourné de 11.25° (en champ sombre). Cette étape est répétée trente-deux fois sur 360° . Les résultats sont illustrés par la Figure 56.

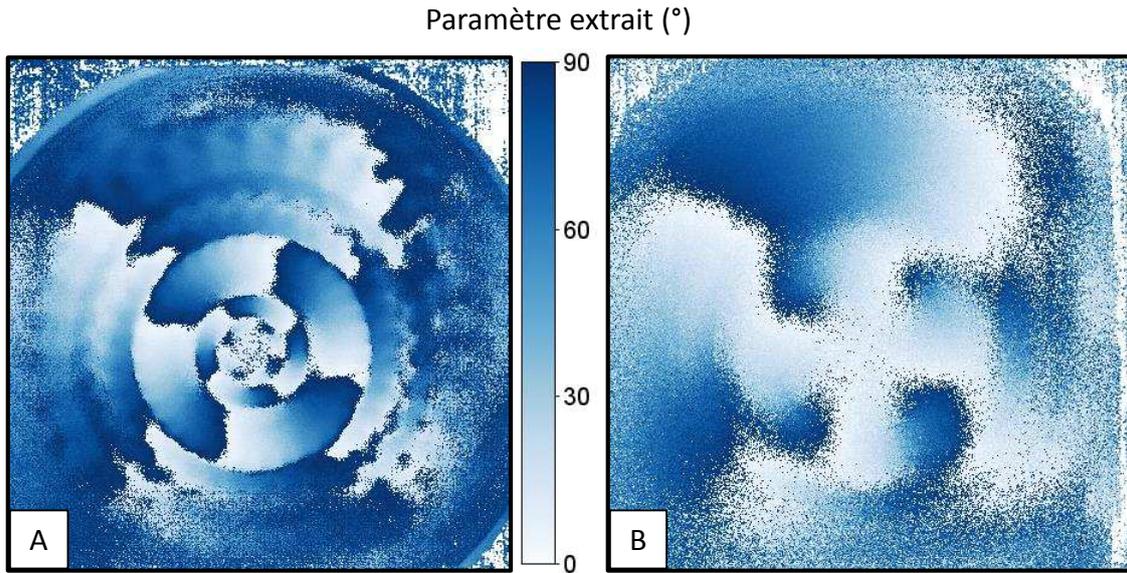


Figure 56 : conséquence des défauts des polariseurs

Ces résultats devraient théoriquement montrer un paramètre isocline indéterminé. Il est difficile de quantifier l'erreur apportée par les polariseurs sur les mesures car la valeur mesurée est dépendante de la valeur du retard de phase, de la technique d'analyse et de la source lumineuse. Ce premier point est développé à la fin de ce chapitre III.

Puisque le retard de phase est théoriquement nul (il n'y a pas de biréfringent dans le champ), le calcul du paramètre isocline n'est influencé que par la qualité des polariseurs et les moindres défauts influencent le calcul. La valeur extraite par FFT n'est pas proportionnelle à l'importance du défaut. En effet, si les éléments optiques étaient parfaits la valeur générée par la FFT évoluerait de façon aléatoire entre 0 et 90°. La répartition spatiale de ces valeurs serait aussi aléatoire. Le polariseur de gauche (A) a un bruit plus ordonné que celui de droite (B). Ce sont les défauts sous forme de lignes périodiques qui génèrent des formes d'hélices tandis que les défauts ponctuels (taches de dépolarisation) définissent les diamètres des hélices. Le polariseur de droite (B) contient moins de défauts puisque la valeur extraite par la FFT est plus aléatoire. Ce polariseur (B) est choisi pour l'étude. Il a un taux de transmission de 77% à 940 nm comme le montre la Figure 57.

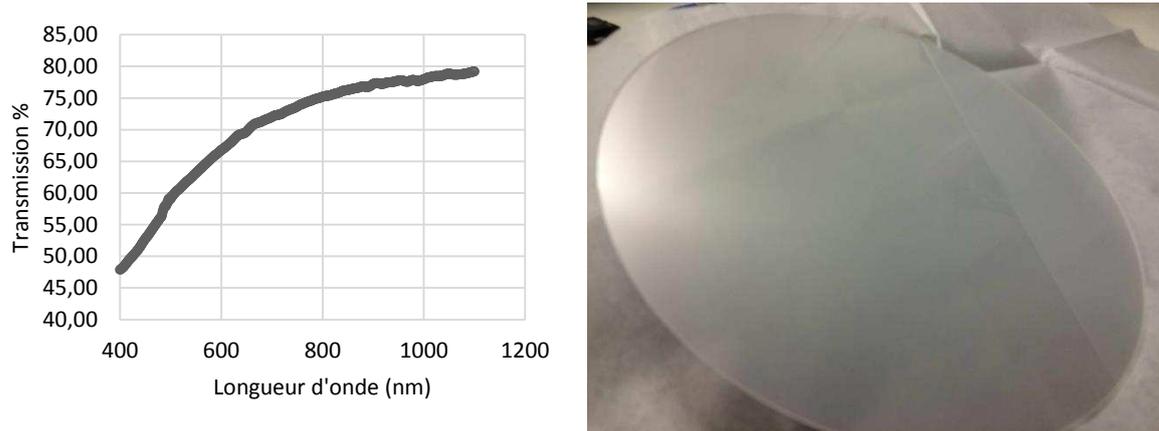


Figure 57 : Transmission du polariseur

Le polariseur a subi un traitement antireflet et est spécifique aux ondes PIR. On remarque qu'un spectre incident trop large sans filtre passe bande n'est pas adapté à une mesure précise par polarisation puisque le taux de transmission n'est pas équivalent pour toutes les longueurs d'onde. Dans le cas d'une longueur d'onde de 940nm plus ou moins 10nm, cette variation de transmission reste faible. Elle est négligée.

3.2.3.4 Lames retardatrices

Les lames retardatrices sont choisies en fonction de la longueur d'onde incidente utilisée ainsi que du retard de phase attendu. Globalement ce sont des lames de type quart d'onde qui sont le plus utilisées. Elles ont l'avantage de provoquer un retard compatible avec l'expression mathématique du champ circulaire si souvent utilisé dans les techniques d'analyse. Le retard de phase associé aux lames quart d'onde est égal à $\pi/2$. Pour une longueur d'onde incidente de 940 nm le retard de phase de $\lambda/4$ de la longueur d'onde est égal à 235 nm. Pour obtenir des lames quart d'onde spécifiques à 940 nm, il existe plusieurs possibilités. Il est tout d'abord possible d'utiliser une lame quart d'onde élaborée spécifiquement pour la longueur d'onde incidente ou bien d'utiliser des combinaisons de lames retardatrices spécifiques à une autre longueur d'onde. Après différents essais, on a choisi des lames quart d'ondes spécifiques à la longueur d'onde de la source incidente. La Figure 58 illustre le retard de phase ainsi que le taux de transmission de ces lames.

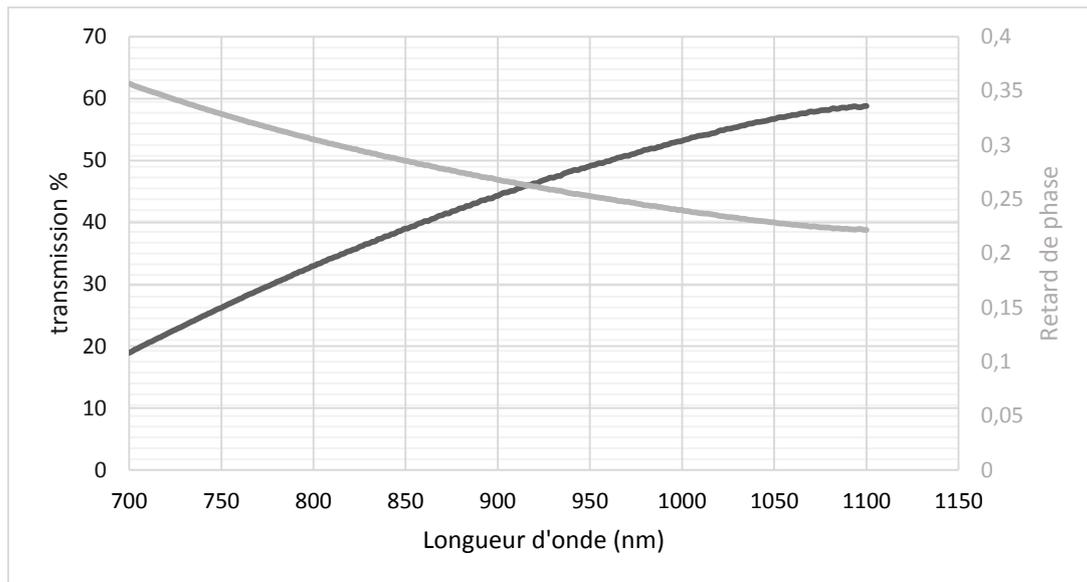


Figure 58 : retard de phase et transmission des lames quart d'onde

La courbe du retard de phase montre que le comportement n'est pas linéaire en fonction de la longueur d'onde. L'analyse de ces lames est approfondie dans la partie calibration optique suivante (paragraphe 3.2.3.5) car le principe de calibration utilisé permet d'analyser les éléments optiques.

3.2.3.5 Calibration optique du montage

La calibration optique du polariscope permet de déterminer les directions de polarisation induites par les polariseurs et les axes principaux des lames quart d'onde. L'intérêt est d'assurer de bonnes configurations pour les techniques d'analyse. Puisque l'étude risque d'utiliser les champs rectilignes sombre et circulaire, alors il faut que ces deux configurations soient calibrées. Elles sont obtenues lorsque les éléments optiques sont dans une position particulière. Le champ rectiligne sombre n'est atteint que lorsque les polariseurs sont croisés. Le champ circulaire est obtenu lorsque les lames quart d'onde se situent à 45° des axes de polarisation. La calibration se réalise en deux étapes. La première étape détermine les positions des axes des polariseurs (champ rectiligne sombre). La seconde étape détermine les positions des axes des lames quart d'onde (champ circulaire).

Dans le cas de la calibration du champ rectiligne sombre, seuls les deux polariseurs sont nécessaires. Pour une position horizontale fixe de l'axe de l'analyseur, l'intensité lumineuse du champ évolue sous forme sinusoïdale lorsque le polariseur est mis en rotation. L'intensité lumineuse la plus faible capturée par la caméra est obtenue lorsque les polariseurs sont croisés. Pour obtenir cette configuration, le polariseur se déplace de huit pas de 11.25° . On a développé un programme pour déterminer à chaque pas la moyenne de l'intensité lumineuse du champ.

Comme l'évolution de l'intensité lumineuse est périodique (de période : $\pi/2$), le polariseur n'a besoin d'évoluer que sur 90° . Une fois cette étape finie, le polariseur tourne avec un incrément de pas de 0.1° au voisinage du minimum trouvé dans l'étape précédente. La position du polariseur est enregistrée lorsque l'intensité lumineuse la plus faible est obtenue. Le champ sombre est alors calibré. Cette manipulation prend seulement deux minutes.

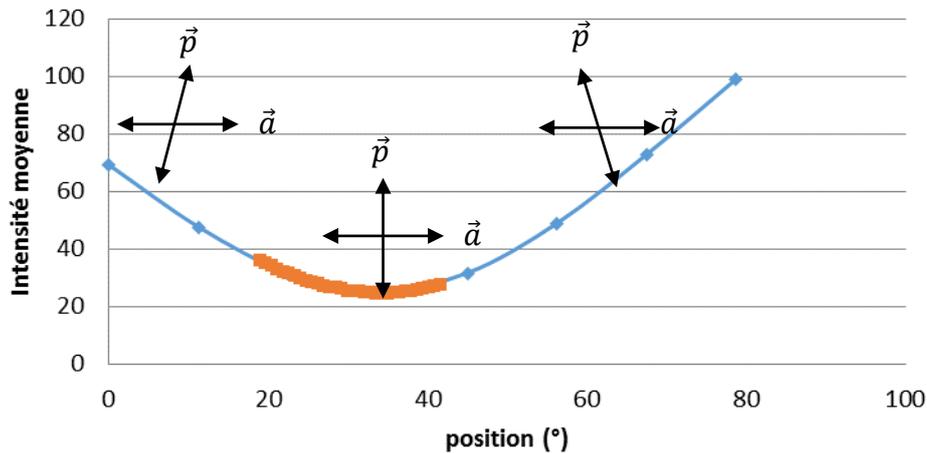


Figure 59 : calibration du champ rectiligne

La seconde partie de la calibration s'appuie sur la première car il faut que les polariseurs soient croisés pour déterminer la configuration circulaire. Il est possible de déterminer l'orientation de l'axe rapide d'une lame retardatrice insérée dans un champ rectiligne à partir d'une technique d'analyse d'isocline puisque les lames retardatrices sont considérées comme des biréfringents. Or cette façon de procéder ne donne pas d'informations sur la capacité de la lame à produire un champ circulaire nécessaire dans toutes les techniques d'analyse d'isochrome présentées dans le paragraphe 2.6.1. En effet, si la lame retardatrice n'est pas spécifique à la longueur d'onde utilisée (si elle n'est pas une lame quart d'onde ou demi-onde), alors le champ circulaire n'est jamais atteint.

Pour déterminer le comportement des lames, une autre calibration simple est proposée. Selon le formalisme de Stokes-Mueller le champ est circulaire quelle que soit la position de l'analyseur lorsque le polariseur et sa lame quart d'onde sont positionnés à 45° l'un de l'autre. Il suffit alors de positionner une lame dans le champ rectiligne et de faire tourner l'analyseur. La configuration du polariscope est elliptique si l'intensité lumineuse émergente évolue. Un exemple est donné dans la Figure 60. Soixante mesures successives ont été réalisées. Ces soixante mesures correspondent à soixante positions de la lame retardatrice. Pour chacune de ces mesures, l'analyseur est mis en rotation et l'intensité lumineuse est capturée.

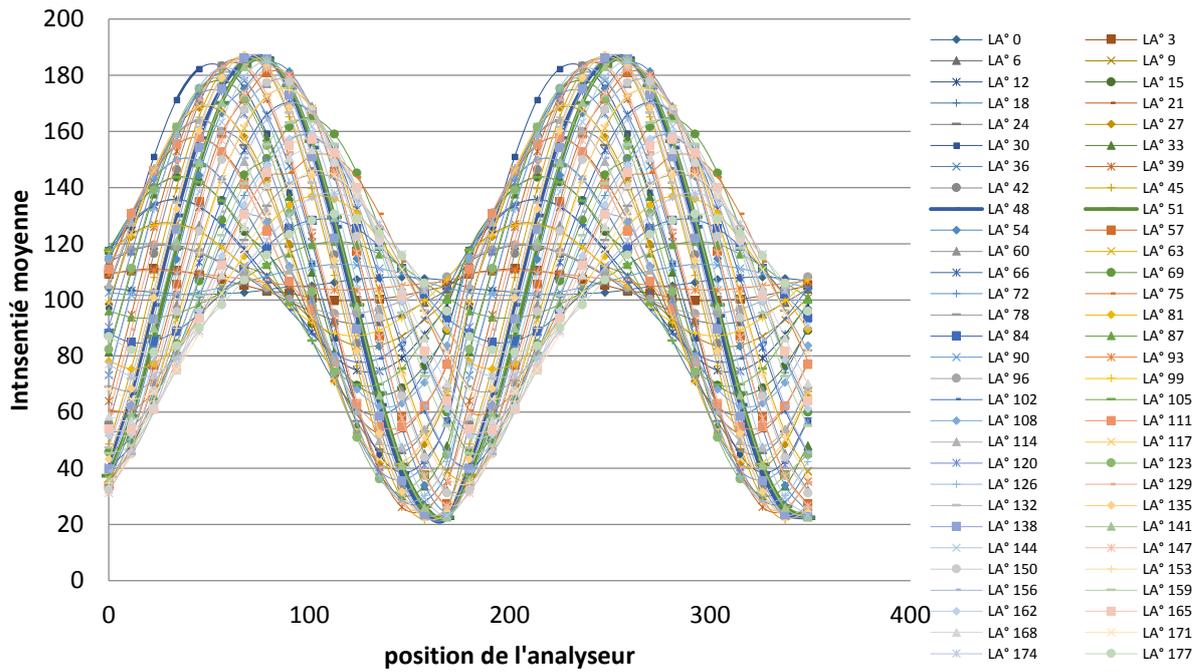


Figure 60 : évolution de l'intensité par rapport à la position de l'analyseur

Si le polariscope est en configuration circulaire alors il n'y a pas d'évolution de l'intensité lumineuse lorsque l'analyseur est mis en rotation. Cela correspond à un écart type nul entre toutes les intensités mesurées (Figure 61). Dans cet exemple, le champ circulaire est atteint lorsque la lame retardatrice se situe à 0° ou 32° de sa position initiale. Le système enregistre la valeur de la position de la lame lorsque l'écart type est le plus faible.

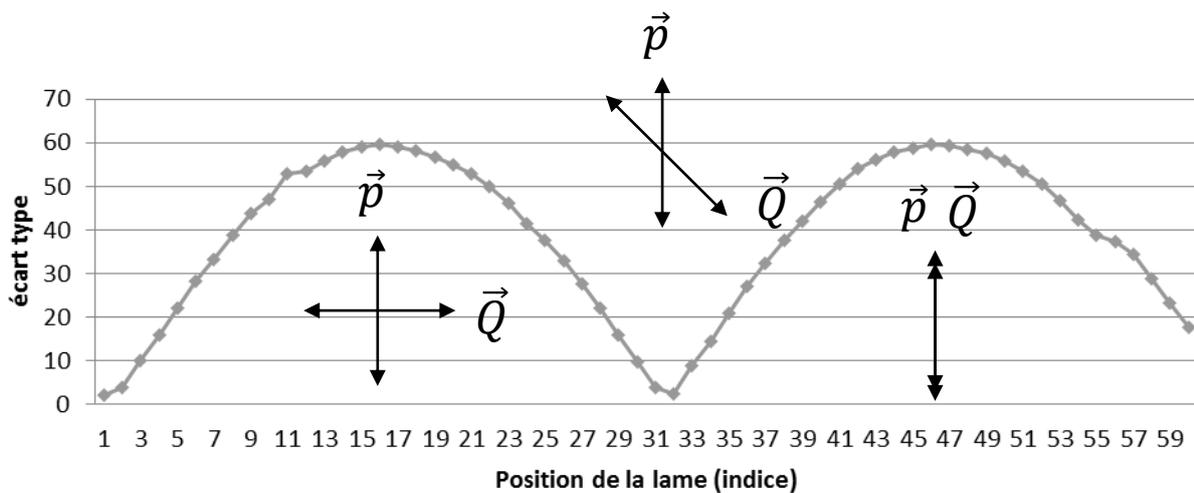


Figure 61 : variation de l'intensité pour une lame quart d'onde spécifique au PIR ($\lambda/4$ à 940nm)

Cependant si la lame quart d'onde n'est pas spécifique à la longueur d'onde incidente, l'écart type ne sera jamais nul et le champ circulaire jamais atteint. C'est par exemple le cas pour une autre lame quart d'onde testée (Figure 62) :

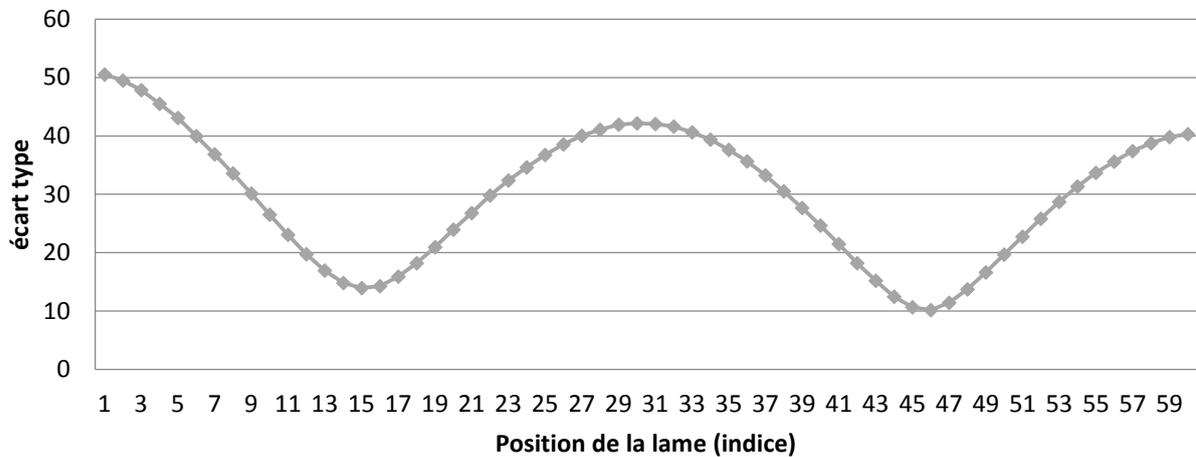


Figure 62 : variation de l'intensité pour une lame quart d'onde pour le vert ($\lambda/4$ à 560nm)

Cette méthode de calibration est plus longue (plusieurs dizaines de minutes) que la détermination de l'orientation de la lame par une technique d'analyse (moins de 1 minute), cependant elle est utile pour analyser la lame retardatrice. Pour que la calibration se fasse dans les meilleures conditions, les rotations des éléments optiques sont automatisées ainsi que le calcul des moyennes sur chaque image. Un programme a été réalisé spécifiquement pour cette opération.

3.2.4 Automatisation et pilotage

On a choisi d'automatiser les liaisons mécaniques afin de faciliter l'usage du dispositif et d'améliorer la répétabilité des résultats. Toutes les liaisons pivots ou glissières sont motorisées. Quatre moteurs entraînent en rotation les éléments optiques (polariseurs et lames quart d'onde). Deux autres moteurs permettent de passer de la configuration rectiligne à la configuration elliptique. Pour cela les éléments optiques sont mis en rotation autour d'un axe vertical. Un dernier moteur déplace linéairement le polariseur et sa lame quart d'onde dans le sens horizontal jusqu'à ce qu'ils quittent le champ de mesure. Cette dernière configuration permet de mesurer l'intensité en transmission sans polarisation de la lumière incidente. Les sept moteurs sont des moteurs pas à pas. Ils sont commandés en imposant des incréments de rotation (des pas) dans un repère relatif. Des capteurs fin de course sont ajoutés à chaque liaison pour déterminer la position des éléments dans le repère absolu.

Une carte d'acquisition pilote les moteurs. Elle comporte 24 entrées/sorties et permet d'envoyer ou de recevoir des signaux analogiques/numériques. Une carte composée de transistors (2N2222) permet de découpler le circuit de puissance du circuit de commande. Le plan de la carte électronique ainsi que son typon sont présentés en Annexe 8.

Chaque moteur pas à pas est piloté par un driver (de type L293D voir l'Annexe 8). Il est possible de modifier la résolution angulaire des moteurs (1/8, 1/16 ou 1/32 micro pas), ainsi que le maintien ou non de la tension au repos. Les moteurs ont une résolution angulaire de 0.056° en 1/32 de micro pas. Le système de transmission par courroie entre les moteurs et les éléments optiques multiplie la résolution angulaire des systèmes optiques par quatre. Chaque élément optique a théoriquement une résolution angulaire de 0.014° .

Deux interfaces de pilotage sont réalisées en programmation C++ (MFC) sous VisualStudio. Une première interface (Figure 63) pilote séparément les éléments optiques en choisissant le sens de rotation ainsi que le déplacement angulaire en coordonnées relatives. Une partie du programme est présentée en Annexe 9.

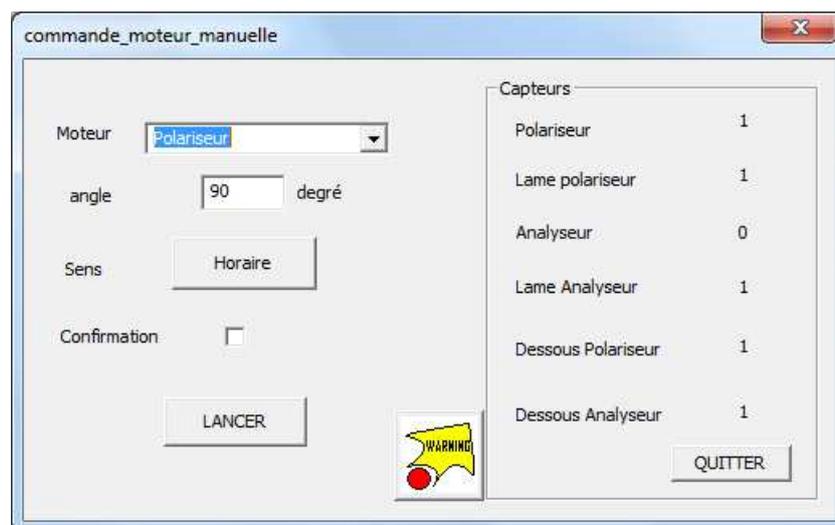


Figure 63 : Interface de pilotage basique

La seconde interface, plus complexe, (Figure 64) pilote les éléments optiques et la caméra. Le banc expérimental est programmé pour capturer un grand nombre d'images nécessaires à la résolution des différentes techniques d'analyse énoncées dans le chapitre II. La technique de calibration automatique des champs est implémentée dans cette interface de pilotage. Une vision directe de la caméra à tout moment permet à l'utilisateur de régler les paramètres de la caméra tels que la luminosité, le contraste, le paramètre gamma, le temps d'exposition et l'horloge pixel.

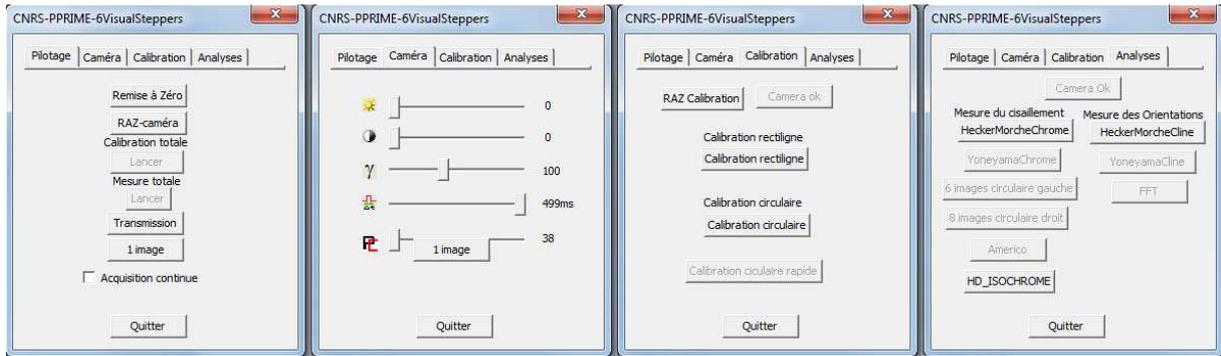


Figure 64 : Interface de pilotage automatique

3.2.5 Logiciel d'analyse

Un logiciel de calcul, dissocié de celui du pilotage permet d'extraire les paramètres photoélastiques ainsi que le cisaillement maximal. Les différents algorithmes d'analyse énoncés dans le chapitre II y sont implémentés (Figure 65). Une partie du code est présentée en Annexe 9. C'est à l'utilisateur d'indiquer quel algorithme d'analyse est nécessaire pour extraire les paramètres photoélastiques de ces images.

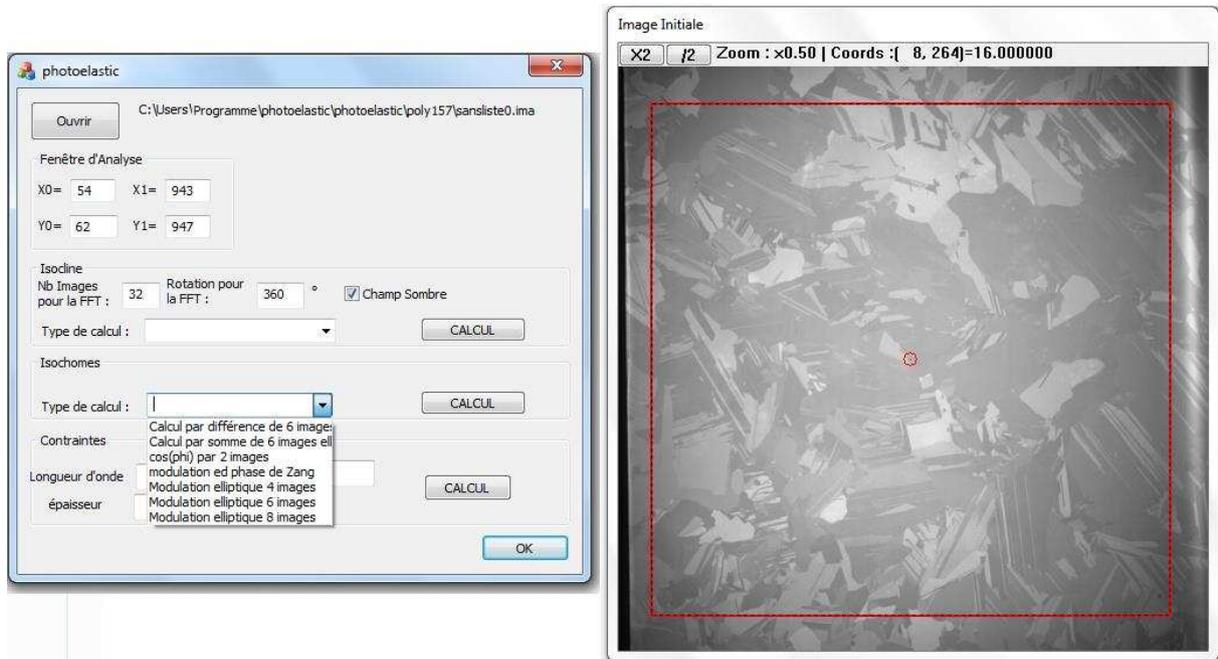


Figure 65 : Interface d'analyse

3.3 Performances mécaniques du montage

Bien que le système soit totalement automatisé, il est nécessaire d'analyser ses performances mécaniques. Il importe ici de connaître la répétabilité du système pour être sûr qu'il n'influence pas ou peu les résultats. Les performances ont été évaluées à partir de la méthode de suivi de marqueur utilisée dans le chapitre I (Annexe 1). L'évaluation consiste à comparer les incréments mécaniques demandés aux incréments mesurés. L'intérêt est de mesurer les défauts mécaniques globaux du dispositif. Ces défauts proviennent des moteurs, du système de transmission, du jeu mécanique des liaisons, du système électronique et de la programmation.

La mesure consiste à suivre un marqueur déposé sur les supports optiques. La différence entre les pas imposés et les pas mesurés caractérise le montage mécanique. La bonne répétabilité des mesures obtenues sur deux des systèmes mécaniques de deux éléments optiques permet de restreindre l'étude à un seul système. Tous les systèmes comportent les mêmes éléments mécaniques et électroniques. On suppose alors que les résultats obtenus pour un système sont généralisables pour les trois autres. Le dispositif de mesure optique se compose d'une caméra (2560*1920 pixels, focale 50mm). Les erreurs de mesures liées au suivi de marqueurs sont négligées [17]. Le cas présenté ici est l'analyse des performances du système pilotant l'analyseur (Figure 66).

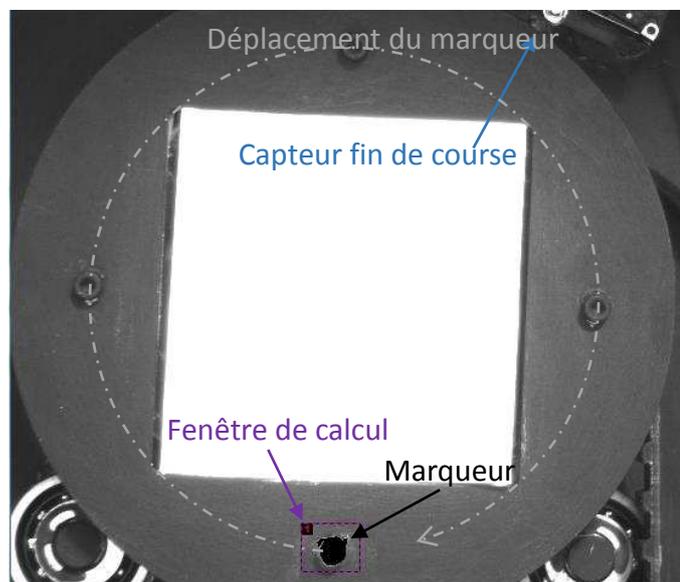


Figure 66 : Suivi de marqueur sur l'analyseur

Trois études par suivi de marqueur ont été réalisées afin de caractériser la répétabilité des rotations mécaniques du dispositif. La première étude détermine l'incertitude de

positionnement des incréments sur un tour complet de l'élément. Quarante-cinq images sont enregistrées (Figure 67).

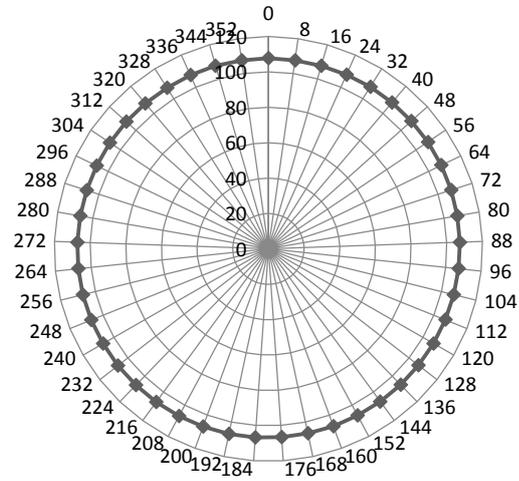


Figure 67 : Position en coordonnées polaires du marqueur pour chaque image (mm/°)

L'analyseur doit théoriquement se déplacer de 8° par pas. Sur les quarante-cinq incréments, la position angulaire mesurée est différente de la position imposée de seulement 0.067° (Figure 68). Cette différence n'est pas toujours positive. Alors les défauts de positionnement ont tendance à se rattraper entre chaque pas. Il n'y a qu'une différence de 0.048° entre la position de départ et la position d'arrivée. Cette première étude montre qu'en moyenne les erreurs de positionnement sont de l'ordre de 0.07° lorsque l'élément optique se déplace avec un pas imposé constant. Ces défauts de positionnement sont négligés dans l'emploi des techniques d'analyse.

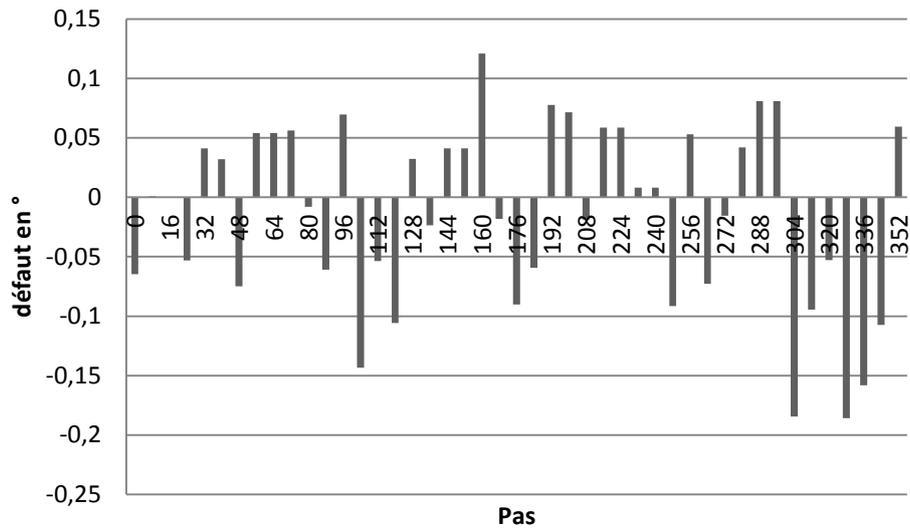


Figure 68 : défauts de positionnement

Une deuxième étude de performance s'intéresse aux erreurs de positionnement absolu des optiques lorsqu'ils atteignent leurs capteurs fin de course. Avant toute capture d'image et tout démarrage, les éléments optiques se positionnent par rapport aux capteurs. Une dizaine de mesures sont réalisées. Les erreurs de positionnement sont en moyenne de l'ordre de $0,065^\circ$. Elles sont du même ordre de grandeur que les erreurs déterminées dans la première étude de performance. Les erreurs apportées par les défauts du capteur fin de course sont aussi négligées.

La dernière étude des performances mécaniques du montage se concentre sur les erreurs de positionnement des éléments optiques en fonction de la grandeur du pas imposé (Figure 69). Les techniques d'analyse nécessitent en général d'imposer des incréments différents entre chaque image. En effet, les rotations imposées requièrent un pas qui n'est pas équivalent entre deux demandes successives. Pour chaque pas imposé, une dizaine de mesures ont été réalisées (la valeur du pas imposé change à chaque déplacement).

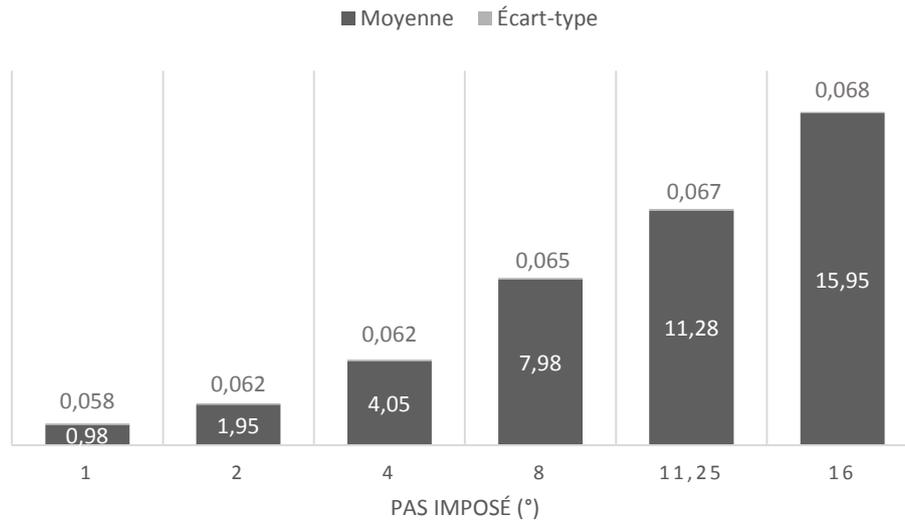


Figure 69 : erreur de positionnement en fonction du pas imposé

La différence de valeur de pas est sans influence sur les erreurs commises. Les valeurs restent sensiblement équivalentes à celles de la première étude. Ces résultats permettent de généraliser la première étude pour n'importe quel pas imposé.

En conclusion, ces trois études sur les performances mécaniques du dispositif ont défini les erreurs de positionnements mécaniques. Ces erreurs sont induites par une somme de défauts provenant des moteurs, du système de transmission, de la liaison pivot et des butées. Ces erreurs sont négligées par la suite.

3.4 Développement de techniques d'analyse

D'autres techniques d'analyse ont été recherchées, pour générer de nouvelles méthodes susceptibles d'accroître les performances des mesures. Deux d'entre elles ont été développées. La première permet d'extraire le paramètre isocline tandis que la suivante extrait le paramètre isochrome. Ces techniques ont été par la suite comparées à celles décrites dans le paragraphe 2.6.

3.4.1 Extraction du paramètre isocline par minimisation

Cette étude propose d'extraire le paramètre isocline à partir d'une méthode de minimisation. C'est une méthode mathématique de la branche de l'optimisation. La qualité des résultats dépend de la pertinence du modèle (fonction mathématique³² et variables) et de l'algorithme utilisé. Dans notre cas, le modèle est assimilé à la fonction mathématique du champ rectiligne sombre, dont les polariseurs sont mis en rotation (Figure 70).

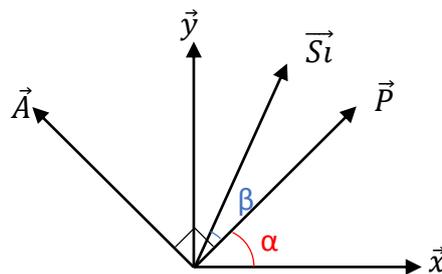


Figure 70: Configuration des axes des éléments optiques

L'équation qui régit cette configuration est définie comme :

$$f_n(\alpha) = I_0 \cdot \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin^2(2\beta + 2\alpha) + I_b$$

Avec

$$A = I_0 \cdot \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \tag{3-101}$$

Le paramètre f_n représente l'intensité lumineuse théorique d'un pixel. Sa valeur dépend de l'orientation α des polariseurs, de l'orientation β de la contrainte principale et de la valeur du retard de phase φ . Dans le cas d'une mesure expérimentale il est nécessaire d'ajouter le fond continu I_b et l'amplitude du signal I_0 . Les inconnues sont les paramètres A , I_b et β . Le principe de la méthode consiste à minimiser le critère C qui définit la différence entre les intensités mesurées (I_n) et calculées (f_n) pour tous les points du champ étudié :

$$C(\beta) = \sum_1^n (I_n(\alpha) - f_n(\alpha, \beta))^2 \tag{3-102}$$

³² La fonction est souvent appelée « fonction-coût » ou « objectif »

Pour être relativement proche de la solution et ainsi accélérer le processus de minimisation, les valeurs des paramètres A et I_b sont au préalable approximativement déterminées. Le fond continu I_b est calculé comme la moyenne de l'amplitude des intensités lumineuses :

$$I_b = \frac{\sum_1^n I_n}{n} \quad 3-103$$

Le paramètre A contient l'amplitude du signal associé au sinus de la phase. Ce paramètre est approximativement constant entre chaque image puisque la phase n'évolue pas. Il peut être exprimé sous la forme d'un écart-type :

$$A = \sqrt{\frac{\sum_1^n (I_n - I_b)^2}{n}} \quad 3-104$$

Le paramètre isocline est plus complexe à définir car il provient d'une fonction trigonométrique. Il existe donc plusieurs solutions de β . Une première étape est nécessaire pour trouver une valeur approximative de celui-ci dans un intervalle donné (par exemple entre $0-\pi/2$) Pour cela la méthode détermine le critère C à partir d'une série de valeurs de β entre $[0, \pi/2]$.

Cette première étape approche au plus près les valeurs des paramètres inconnus (A, I_b et β) à leurs solutions respectives. Cependant, les valeurs des pas sont imposées pour β ce qui ne permet pas de calculer convenablement les valeurs des paramètres. C'est pourquoi il y a une seconde étape itérative du type Newton-Raphson. Cette fois-ci le pas n'est pas une valeur imposée mais une valeur calculée. Sa valeur dépend de l'éloignement de la solution par rapport à la valeur du paramètre. La valeur du pas (P_a , P_{Ib} et P_β) est ajoutée³³ à la valeur du paramètre à l'itération $n+1$:

$$\begin{aligned} A_{n+1} &= A_n + P_a \\ I_{bn+1} &= I_b + P_{Ib} \\ \beta_{n+1} &= \beta_n + P_\beta \end{aligned} \quad 3-105$$

Ces pas sont déterminés à chaque itération en résolvant le système d'équations $MP=B$ avec M la matrice des dérivées partielles et P la matrice contenant les pas P_a , P_{Ib} et P_β . Le vecteur B est le second membre de la soustraction entre la valeur de l'intensité calculée et la

³³ Les pas peuvent être positifs ou négatifs

valeur mesurée. Ce second membre comprend les résidus du calcul. Il est déterminé par la différence entre la valeur de l'intensité mesurée et la valeur calculée :

$$B = I_n - f(\alpha, \beta) \quad 3-106$$

Les dérivées partielles indiquant les évolutions des paramètres sont calculées par différence finie avec un pas de dérivation h . La première valeur est déterminée à partir de la première étape expliquée ci-dessus. La dérivée de chaque paramètre à déterminer (A , I_b , β) peut alors être calculée comme :

$$\begin{aligned} f'(A) &= \frac{f(A+h) - f(A)}{h} \\ f'(I_b) &= \frac{f(I_b+h) - f(I_b)}{h} \\ f'(\beta) &= \frac{f(\beta+h) - f(\beta)}{h} \end{aligned} \quad 3-107$$

Ces dérivées sont alors utilisées pour calculer la valeur et le signe de l'éloignement. Cette étape est à réaliser pour toutes les images n et pour tous les paramètres. Il est plus simple de l'exprimer sous forme matricielle (matrice Jacobienne) :

$$M = \begin{bmatrix} f'(A_1) & \dots & f'(A_n) \\ f'(I_{b1}) & \ddots & f'(I_{bn}) \\ f'(\beta_1) & \dots & f'(\beta_n) \end{bmatrix} \quad 3-108$$

Le nombre de lignes représente le nombre de paramètres et le nombre de colonnes représente le nombre d'images. Ce calcul est à réaliser pour tous les pixels du champ de mesure. Puisque chaque paramètre a son pas, si la somme de ces pas tend vers 0, alors l'algorithme a convergé. Dans le cas d'un calcul numérique on n'atteint pas forcément 0 mais une valeur approchée. C'est pourquoi une norme est définie comme la somme de ces pas :

$$Norme = \|P_A\| + \|P_{I_b}\| + \|P_\beta\| \quad 3-109$$

Le but est de faire tendre cette norme vers 0. Les dérivées partielles précédemment présentées (3-107) sont utilisées pour déterminer l'éloignement du paramètre par rapport à la solution. La résolution du système peut se faire par la technique du pivot de Gauss une fois que la matrice M est carrée. Pour la rendre carrée, il suffit de la multiplier par sa transposée :

$$AA^T = \begin{bmatrix} \sum_0^n f'^2(A_n) & \sum_0^n f'(A_n)f'(I_{bn}) & \sum_0^n f'(A_n)f'(\beta_n) & \sum_0^n f'(A_n)f'(R_n) \\ & \sum_0^n f'^2(I_{bn}) & \sum_0^n f'(I_{bn})f'(\beta_n) & \sum_0^n f'(I_{bn})f'(R_n) \\ & & \sum_0^n f'^2(\beta_n) & \sum_0^n f'(\beta_n)f'(R_n) \\ & & & \sum_0^n f'^2(R_n) \end{bmatrix} \quad 3-110$$

Le système d'équations devient : $AA^T P = BA^T$ [91]. L'algorithme utilise des opérations mathématiques élémentaires telles que l'échange, la multiplication et l'addition de lignes ou de colonnes. Le calcul par itération s'arrête lorsque la valeur de la norme est en dessous d'un seuil imposé.

La Figure 71 résume la méthode. Le processus de minimisation proposé nécessite trois étapes de calculs, dont les deux dernières sont obligatoires. C'est la dernière étape qui détermine la solution unique. Cependant elle nécessite une préparation avant utilisation.

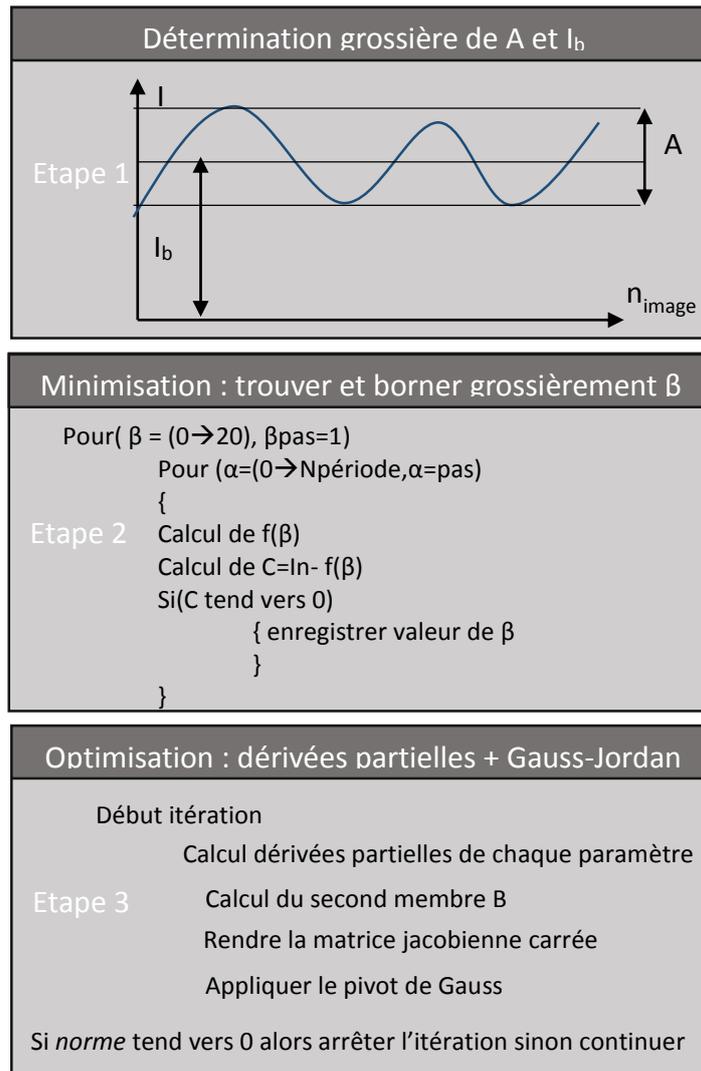


Figure 71 : principe de l'algorithme

En conclusion, cette technique d'analyse utilise un champ rectiligne sombre. Elle requiert uniquement deux polariseurs et peut fonctionner avec un nombre n d'images tant que le nombre d'images est supérieur au nombre de paramètres inconnus (système de Cramer). Elle s'apparente donc beaucoup à la méthode d'analyse de Morimoto (FFT). Elles seront d'ailleurs comparées à la fin de ce chapitre III.

3.4.2 Extraction du paramètre isochrome

Les méthodes d'optimisation s'appliquent facilement dans le cas du champ rectiligne sombre car cette configuration permet de ne moduler que le paramètre isocline. En champ elliptique les paramètres isochrome et isocline sont indissociables.

Il faut éviter de prendre en compte le paramètre isocline dans le calcul du paramètre isochrome car par principe les valeurs de l'isocline calculées ajoutent des erreurs de calcul durant l'extraction d'isochrome. Une nouvelle technique d'analyse est alors proposée. Elle nécessite l'utilisation d'un polariscope en champ elliptique et circulaire. Ces champs permettent d'exprimer les intensités lumineuses suivantes :

Dispositions				équations
P	Qp	Qa	A	
0	90	45	90	$I_1 = \frac{I_0}{2}(1 - \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
-45	90	90	0	$I_2 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\sin(2\beta)) + I_b$
90	45	45	-45	$I_3 = \frac{I_0}{2}(1 + \sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_4 = \frac{I_0}{2}(1 - (\sin(\varphi)\cos(2\beta)) + I_b$
90	45	45	0	$I_5 = \frac{I_0}{2}(1 - \cos(\varphi)) + I_b$
90	45	-45	45	$I_6 = \frac{I_0}{2}(1 + \cos(\varphi)) + I_b$

Ce sont les mêmes configurations qui sont utilisées dans les techniques d'analyse classiques en champ elliptique, énoncées dans le paragraphe 2.6.1 du chapitre II. On remarque que les quatre configurations elliptiques font évoluer le paramètre isocline tandis que le paramètre isochrome est défini constant dans un sinus. Soit la somme des quatre intensités lumineuses en champ elliptique :

$$\sum_{n=1}^4 I_n = 2I_0 + 4I_b \quad 3-111$$

Comme toutes les autres techniques d'analyse présentées dans le chapitre II, cette expression mathématique n'est vraie que sous certaines hypothèses. Les quatre intensités lumineuses doivent avoir leurs fonds continus I_b équivalents et leurs amplitudes de signal I_0 équivalentes. Si on divise la somme 3-111 par le nombre d'images alors :

$$\frac{\sum_{n=1}^4 I_n}{4} = \frac{I_0}{2} + I_b \quad 3-112$$

Ce paramètre est une constante qui est définie dans les quatre équations des intensités lumineuses du champ elliptique. Les équations peuvent être normalisées par l'utilisation de cette constante :

$$I'_m = I_m - \frac{\sum_{n=1}^4 I_n}{4} \quad 3-113$$

Ces quatre intensités sont toutes décrites à partir de fonctions sinusoïdales :

$$\begin{aligned} I'_1 &= \frac{-I_0}{2} \sin(\varphi) \sin(2\beta) \\ I'_2 &= \frac{I_0}{2} \sin(\varphi) \sin(2\beta) \\ I'_3 &= \frac{I_0}{2} \sin(\varphi) \cos(2\beta) \\ I'_4 &= \frac{-I_0}{2} \sin(\varphi) \cos(2\beta) \end{aligned} \quad 3-114$$

La Figure 72 illustre les six équations en fonction de la variation de l'isocline (paramètre angulaire sur le graphique).

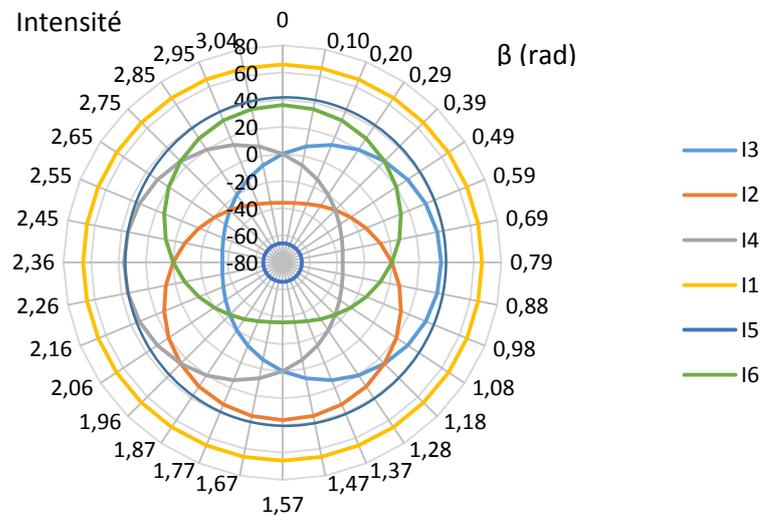


Figure 72 : évolution en quadrature des intensités elliptiques en fonction de l'isocline β

Géométriquement, les équations semblent fonctionner par paires de deux. Les valeurs maximales de chacune des équations du champ elliptique forment un cercle qui est constitué d'un diamètre d équivalent à $d = I_0 \sin(\varphi) / 2$. À partir du théorème de Pythagore, nous pouvons retrouver le diamètre de ce cercle :

$$d = \frac{I_0 \sin \varphi}{2} = \sqrt{I_1'^2 + I_4'^2} = \sqrt{I_2'^2 + I_3'^2} \quad 3-115$$

Ainsi il est possible d'extraire $\sin \varphi$ par les quatre intensités elliptiques³⁴ :

$$I_0 \sin \varphi = 2 \sqrt{\frac{I_1'^2 + I_4'^2 + I_2'^2 + I_3'^2}{2}} \quad 3-116$$

Puisque :

$$I_6 - I_5 = I_0 (\cos \varphi) \quad 3-117$$

Alors :

$$\varphi = \text{atan} \left(\frac{I_0 \sin \varphi}{I_0 \cos \varphi} \right) = \text{atan} \left(\frac{2 \sqrt{\frac{I_1'^2 + I_4'^2 + I_2'^2 + I_3'^2}{2}}}{I_6 - I_5} \right) \quad 3-118$$

La soustraction des quatre intensités normalisées du champ elliptique mène à une écriture plus classique de 3-116 dans laquelle les paires d'équations deviennent :

$$I_2' - I_1' = I_0 \sin(\varphi) \sin(2\beta) \quad 3-119$$

$$I_3' - I_4' = I_0 \sin(\varphi) \cos(2\beta)$$

³⁴ Deux intensités suffisent, mais les quatre configurations apportent une meilleure fiabilité à la technique d'analyse.

Alors :

$$I_0 \sin(\varphi) = \sqrt{(I'_2 - I'_1)^2 + (I'_3 - I'_4)^2} \quad 3-120$$

Enfin la phase est extraite par le même processus qu'auparavant :

$$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{I_0 \sin \varphi}{I_0 (\cos \varphi)}\right) = \operatorname{atan}\left(\frac{\sqrt{(I'_2 - I'_1)^2 + (I'_3 - I'_4)^2}}{(I_6 - I_5)}\right) \quad 3-121$$

Cette deuxième expression est légèrement différente de l'équation 3-118. En effet, il est tout d'abord nécessaire de connaître les paires puisqu'elles sont soustraites. Dans le premier cas (3-118), elles sont toutes les quatre additionnées sans risque de confusion. De plus, le fond continu est cette fois-ci soustrait et non additionné. Selon le choix de l'équation utilisée (3-118 ou 3-121), le résultat φ peut être différent. Ce point est étudié à la fin de ce chapitre (paragraphe 3.4.4).

Ces deux techniques d'analyse ont l'avantage de ne pas utiliser le paramètre isocline tout comme la méthode de Hecker et Morche. Cependant le processus d'extraction d'isochrome est différent. Hecker et Morche utilisent cinq images dont les axes des éléments optiques varient d'un angle multiple de 60° . Ici la technique d'analyse nécessite six images dont les configurations des éléments optiques varient d'un angle multiple de 45° . Cependant la fonction racine carrée cause des difficultés dans le cas de déroulage de phase. En effet, dans un cas classique d'analyse la fonction atan permet de créer des discontinuités mathématiques entre chaque frange car le numérateur peut être négatif. Ce n'est pas le cas ici. Cette méthode n'est donc pas généralisable à tous les cas de mesure photoélastique. Elle s'applique uniquement aux mesures sur une frange. C'est le cas dans cette étude. En effet, d'après la littérature les contraintes résiduelles dans les substrats sont de l'ordre de 1 à 10 MPa ($(\sigma_1 - \sigma_2) \approx 1$ à 10 MPa). Cela signifie que l'ordre de frange d'isochrome va du 300^{ème} au 30^{ème} de frange :

$$\begin{aligned} f &= \frac{eC}{\lambda} (\sigma_1 - \sigma_2) \\ &= \frac{1}{300} \text{ à } \frac{1}{30} \text{ frange} \end{aligned} \quad 3-122$$

Et :

$$\begin{aligned} \varphi &= \frac{2\pi eC}{\lambda} (\sigma_1 - \sigma_2) \\ &= 1.24^\circ \text{ à } 12.4^\circ \end{aligned}$$

Pour passer à l'ordre de frange supérieur, les contraintes mesurées dans les substrats doivent être d'environ 155 MPa, ce qui est loin d'être le cas. Il est alors inutile d'utiliser des techniques de déroulage de phase. Ce problème lié à la racine carrée doit cependant être résolu pour pouvoir appliquer la méthode à d'autres cas d'étude. Pour cela il faudrait la combiner avec une autre technique ayant des discontinuités mathématiques pour faciliter son déroulage. La combinaison permettrait d'assurer la fiabilité de l'analyse pour des cas de mesure sur plus d'une frange.

Nous allons comparer les performances des techniques d'analyse énoncées dans le chapitre II (paragraphe 3.6) et les techniques développées. Cette étude permettra de choisir la ou les techniques les plus performantes dans le cas de cette étude.

3.4.3 Performances des techniques d'analyse

Peu de travaux comparent les techniques d'analyse. Il est nécessaire de déterminer la méthode la mieux adaptée pour extraire la phase des substrats. En effet, comme il est expliqué précédemment (paragraphe 3.4.2), l'ordre de frange est très faible. Il arrive donc que les résultats obtenus par les techniques d'analyse citées (paragraphe 2.6) soient différents selon les conditions de la mesure (précision du dispositif, défauts optiques...).

La comparaison de techniques d'analyse présentée dans le paragraphe 3.4.3.1 n'est vraie que pour le dispositif utilisé. Il est possible que pour d'autres montages expérimentaux, la comparaison de méthodes montre des résultats différents. En effet, la qualité optique des éléments et la calibration peuvent jouer un rôle.

3.4.3.1 Principe

Afin de qualifier les méthodes d'analyse un compensateur de Bravais est utilisé comme étalon. Ce compensateur est constitué de trois lames biréfringentes minérales (quartz, calcite,..) ou polymères (Figure 73).

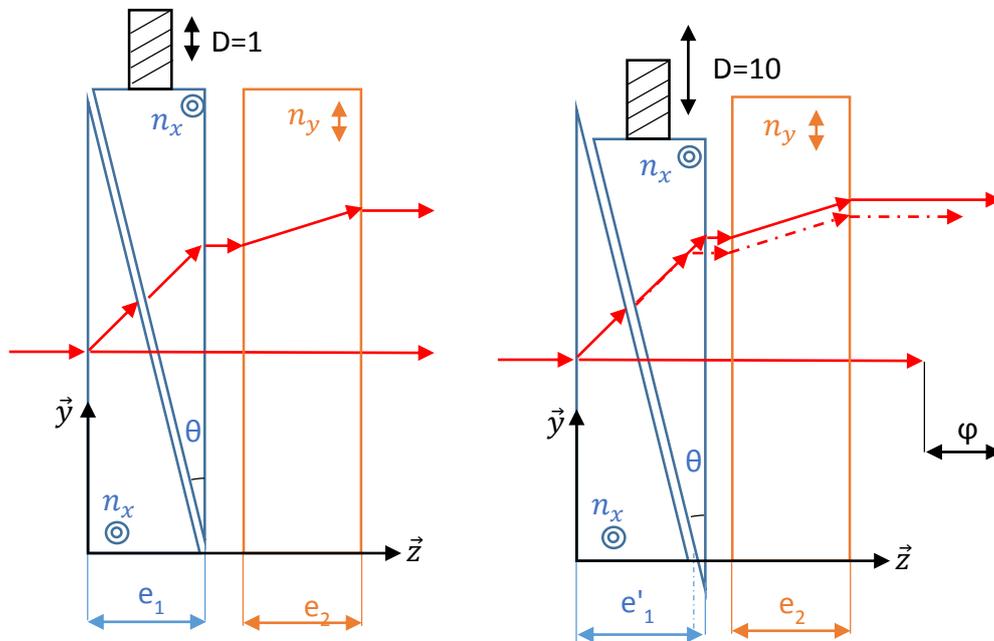


Figure 73 : compensateur de Bravais

Les deux premières lames sont des prismes identiques dont les axes lents d'indice optique n_x sont suivant la direction \vec{x} . Elles constituent un coin. L'un des prismes est fixe tandis que le second peut se déplacer grâce à une vis micrométrique. Cette vis modifie l'épaisseur e_1 traversée par l'onde incidente. La troisième lame (qui est le second coin) a son indice optique³⁵ n_y et son épaisseur e_2 constants. Puisque les axes des lames sont croisés, d'après les lois de l'électromagnétisme énoncées dans le paragraphe 2.3 du chapitre II, l'ensemble introduit un déphasage φ :

$$\varphi = -\frac{2\pi(e_1 + e_2)}{\lambda} \Delta n$$

Avec :

$$\Delta n = n_x - n_y$$

3-123

Les indices n_x et n_y ainsi que l'épaisseur e_2 sont des constantes tandis que l'épaisseur e_1 du premier coin (les deux prismes) varie. Il en résulte qu'un déplacement vertical de la lame du

³⁵ Son axe lent est suivant la direction \vec{y} .

premier coin mobile modifie le retard de phase φ . Cette différence de marche est connue grâce à la vis micrométrique graduée. Dans cette étude, dix-sept mesures sont réalisées pour dix-sept incréments de déplacement de la vis micrométrique. Les incréments imposés sont plus nombreux aux alentours d'une phase faible, pour simuler l'état de contrainte résiduelle dans les substrats. Nous ferons l'hypothèse que le déplacement est régulier entre chaque incrément.

Les valeurs φ des paramètres isochrome extraits par les différentes techniques d'analyse sont comparées à la valeur imposée Φ (approximativement connue) du compensateur. Dans le cas d'un compensateur parfait, les valeurs mesurées et imposées peuvent directement être comparées. Ce n'est pas le cas pour cette étude. Le compensateur à disposition n'est pas parfait.

En effet celui-ci est composé d'une fenêtre de visualisation circulaire fixe. Le paramètre isochrome mesuré n'est pas homogène sur la fenêtre de visualisation. Un exemple est donné dans la Figure 74. Le paramètre isochrome mesuré (φ) a toujours cette même variation spatiale pour toutes les techniques d'analyse comparées. Ce défaut est sous forme de franges dont les valeurs minimales et maximales de φ sont de l'ordre de 10° . Quelle que soit la phase imposée Φ , ces franges ne bougent pas. Ces variations sont toujours du même ordre de grandeur, quelle que soit la valeur de l'incrément appliqué. Elles s'ajoutent au retard de phase imposée dans tous les cas. Nous pouvons voir cela comme une valeur d'isochrome résiduelle $\varphi_{\text{résiduelle}}$. Par déduction, ce résidu provient alors des défauts liés au compensateur lui-même. Il est possible que les prismes ne soient pas parfaitement plans ou parallèles et que leurs variations d'épaisseur induisent un retard de phase qui n'est pas équivalent sur tous les points composant le champ spatial.

Cette étude propose d'extraire les paramètres isocline et isochrome sur une zone du compensateur. Puisque ces défauts forment spatialement des phases sous forme de franges, nous pouvons poser l'hypothèse que les variations des paramètres isocline et isochrome sont négligeables le long de la frange. Les paramètres pourraient être définis uniquement sur une ligne longeant une frange à égale distance du minimum et du maximum. Cependant, si le compensateur bouge légèrement durant la manipulation, alors la ligne analysée ne serait plus la même et le gradient étant important à cet endroit les calculs seraient fortement dépendants des aléas de l'expérimentation. Il est alors proposé de déterminer les paramètres sur une zone rectangulaire placée sur un extremum, ce qui permet de limiter au maximum les erreurs engendrées par la manipulation. La zone choisie est définie dans la Figure 74. Elle se situe sur la valeur haute de la phase résiduelle induite par les défauts. La valeur de l'orientation de la phase (nommée B) est approximativement de 40° sur cette zone. De cette manière, les mouvements lors des manipulations n'ont que peu d'influence sur la valeur mesurée.

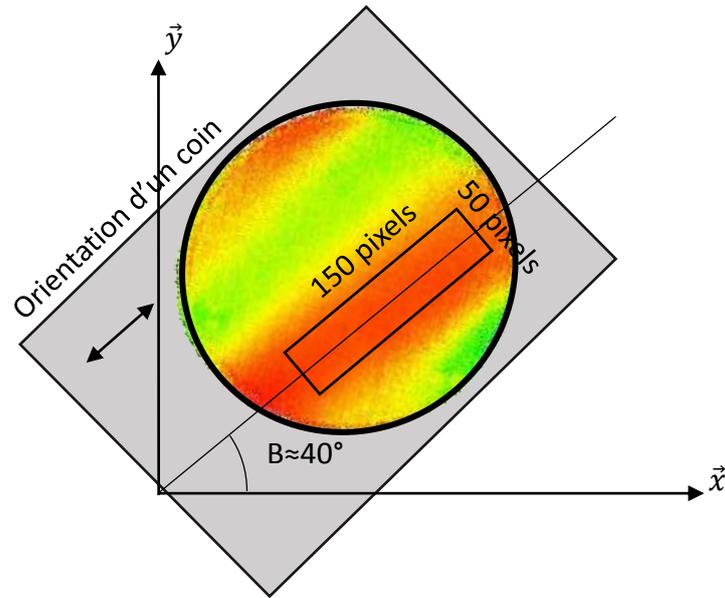


Figure 74 : Schéma du calcul du paramètre comparant les méthodes

Il est proposé de faire une analyse statistique des paramètres isocline et isochrome déterminés dans cette zone pour les dix-sept incréments et pour chaque technique d'analyse. Cette analyse consiste à calculer une moyenne et un écart type sur la zone. Pour toutes les techniques, les valeurs de l'isochrome et de l'isocline de chaque pixel sont moyennées :

$$\varphi = \frac{\sum_{i=1}^{n_{\text{ligne}}} \sum_{j=1}^{n_{\text{colonne}}} \varphi_{\text{pixel}}}{n_{\text{colonne}} n_{\text{ligne}}} \quad 3-124$$

$$\beta = \frac{\sum_{i=1}^{n_{\text{ligne}}} \sum_{j=1}^{n_{\text{colonne}}} \beta_{\text{pixel}}}{n_{\text{colonne}} n_{\text{ligne}}}$$

Puisque le défaut est sous forme de frange sur la zone de mesure, nous obtenons une valeur moyenne des paramètres. Théoriquement la différence entre les valeurs imposées (Φ et B) et les valeurs mesurées (φ et β) représente approximativement l'erreur systématique :

$$E_{\varphi} = \|\varphi - \Phi\| \quad 3-125$$

$$E_{\beta} = \|\beta - B\|$$

Les valeurs imposées ne sont pas exactement connues car le compensateur n'est pas parfait et la moyenne est calculée sur un extremum. Cependant la zone de mesure est la même pour toutes les techniques et le défaut est constant quelques soit Φ . Ainsi, même si l'erreur systématique ne peut pas être parfaitement identifiée, les techniques pourront être comparées

entre elles. Une analyse des écarts-types est plus intéressante. Ces valeurs sont déterminées à partir d'une moyenne d'écarts-types calculés pour chaque ligne longeant la frange :

$$\sigma_{\varphi} = \frac{\sum_0^{n_{\text{ligne}}} \sqrt{\frac{\sum_1^{n_{\text{colonne}}} (\varphi_{\text{pixel}} - \varphi_{\text{ligne}})^2}{n_{\text{colonne}}}}}{n_{\text{ligne}}}$$

3-126

$$\sigma_{\beta} = \frac{\sum_0^{n_{\text{ligne}}} \sqrt{\frac{\sum_1^{n_{\text{colonne}}} (\beta_{\text{pixel}} - \beta_{\text{ligne}})^2}{n_{\text{colonne}}}}}{n_{\text{ligne}}}$$

Ainsi les écarts-types calculés ne reflètent pas la variation de valeurs perpendiculairement à la frange mais correspondent bien à des erreurs aléatoires provoquées par les techniques le long de cet extremum. Le calcul pourrait se faire aussi sur l'autre extremum, ce qui fournirait une valeur moyenne différente (liée au défaut), mais avec un écart-type identique.

Ces deux calculs statistiques permettent d'avoir des informations sur le comportement des techniques d'analyse. Dans certains cas, il est difficile de dissocier les erreurs provoquées par l'extraction de l'isocline de celles provoquées par l'extraction de l'isochrome. Pour faciliter la compréhension, il a été choisi de comparer dans un premier temps les différentes techniques d'analyse d'isocline, car certaines techniques d'extraction d'isochrome nécessitent la connaissance du paramètre isocline.

3.4.3.2 Performance des techniques d'extraction de l'isocline

Les cinq techniques d'analyse comparées et leurs dénominations sont définies dans le Tableau 20. Puisque certaines techniques n'utilisent que quelques images (entre trois et quatre), les méthodes de minimisation et de FFT n'utiliseront que huit images, dans un premier temps.

Tableau 20: dénomination des méthodes comparées d'analyse d'isocline

Modulation en champ rectiligne (3 images)	MCR3
Modulation en champ circulaire (4 images)	MCC4
Modulation en champ rectiligne (4 images)	MCR4
FFT (8 images)	FFT8
Minimisation (8 images)	Mini8

Le Tableau 21 rappelle les équations d'extraction des techniques d'analyse :

Tableau 21: *rappel des équations des quelques méthodes d'analyse présentées*

Désignations	Equations	Evolutions
MCR3	$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_2 - I_3)}{\sqrt{3}(I_2 + I_3 - 2I_1)} \right)$	$\beta \in \left[-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right]$
MCC4	$\beta = \frac{1}{2} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_1 - I_2)}{(I_3 - I_4)} \right)$	$\beta \in \left[-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2} \right]$
MCR4	$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{(I_4 - I_2)}{(I_3 - I_1)} \right)$	$\beta \in \left[-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right]$
FFT8	$\beta = \frac{1}{4} \operatorname{atan} \left(\frac{-\Im_{(\text{FFT}+1)}(I(\xi))}{\Re_{(\text{FFT}+1)}(I(\xi))} \right)$	$\beta \in \left[-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right]$
Mini8	Minimisation de $I_n(\alpha) = A \cdot \sin^2(2\beta + 2\alpha) + B$	$\beta \in \left[-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4} \right]$

La technique d'analyse généralement utilisée dans la littérature dans le cas du silicium est la MCC4 [92] et parfois la MCR4 [58]. La Figure 75 présente un exemple d'isocline extrait sur la fenêtre de visualisation du compensateur. Les dix-sept visualisations représentent le paramètre isocline extrait pour différentes valeurs de phase imposée. On remarque que la valeur moyenne de l'isocline se situe toujours aux alentours de 40°. Théoriquement si la technique d'analyse n'apportait aucun défaut, la valeur serait constante spatialement et égale pour tous les cas. Or les valeurs sont plus bruitées lorsque la phase imposée Φ est nulle.

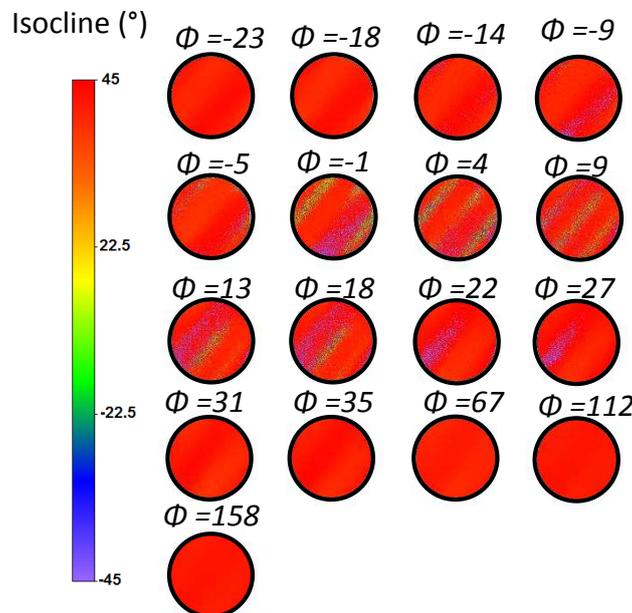


Figure 75 : *Exemple de valeurs d'isocline mesurées pour des phases imposées Φ*

Pour faciliter la compréhension, les résultats du paramètre isocline obtenus pour les six techniques sont présentés sous forme de graphique dans la Figure 76.

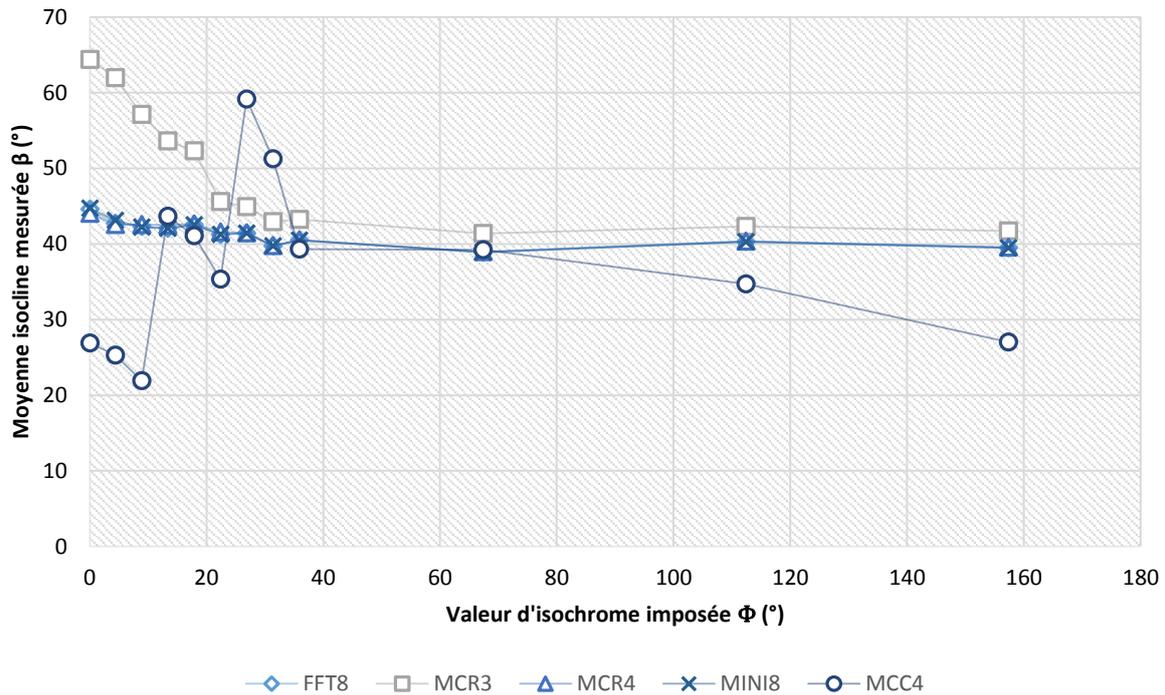


Figure 76 : Moyenne de l'isocline mesurée pour cinq techniques d'analyse

Toutes les techniques délivrent approximativement la même valeur de β au-delà de $\Phi=30^\circ$. Certaines techniques semblent plus adaptées à l'extraction de l'isocline dans le cas étudié. Les valeurs de β extraites par MCR3 et MCC4 varient fortement lorsque l'isochrome imposé est plus petit que 20° ($1/18^{\text{ème}}$ de frange). Cela signifie que ces méthodes ne sont pas adaptées pour mesurer les orientations des contraintes résiduelles dans les substrats si la valeur du cisaillement maximal est plus petite que 8 MPa. Les méthodes MCR4, FFT8 et MINI8 sont préférables. Les variations de β sont plus petites. Pour rappel, toutes les techniques d'analyse présentées ici ont forcément une valeur indéterminée de β lorsque l'isochrome est nul, puisque les deux paramètres sont liés par une multiplication. Cette remarque vaut pour toutes les expressions des intensités lumineuses de toutes les techniques d'analyse étudiées. Signalons que nous aurions les mêmes conclusions dans le cas où l'isochrome passe à l'ordre de frange supérieur ($\Phi=2k\pi$). Cependant certaines techniques semblent plus sensibles que d'autres. Cela est dû aux fonctions trigonométriques et au fait que les méthodes réagissent plus ou moins à un faible rapport signal sur bruit.

L'analyse des écarts-types est présentée dans la Figure 77. Cette analyse montre de fortes erreurs aléatoires lorsque les valeurs d'isochrome imposées sont en dessous de 20° pour toutes les méthodes d'extraction. Au-delà, les erreurs sont du même ordre de grandeur soit environ 0.25° pour les techniques MCR4, FFT8 et MINI8 étudiées. En conséquence les valeurs de moyenne β sont perturbées sur la Figure 76.

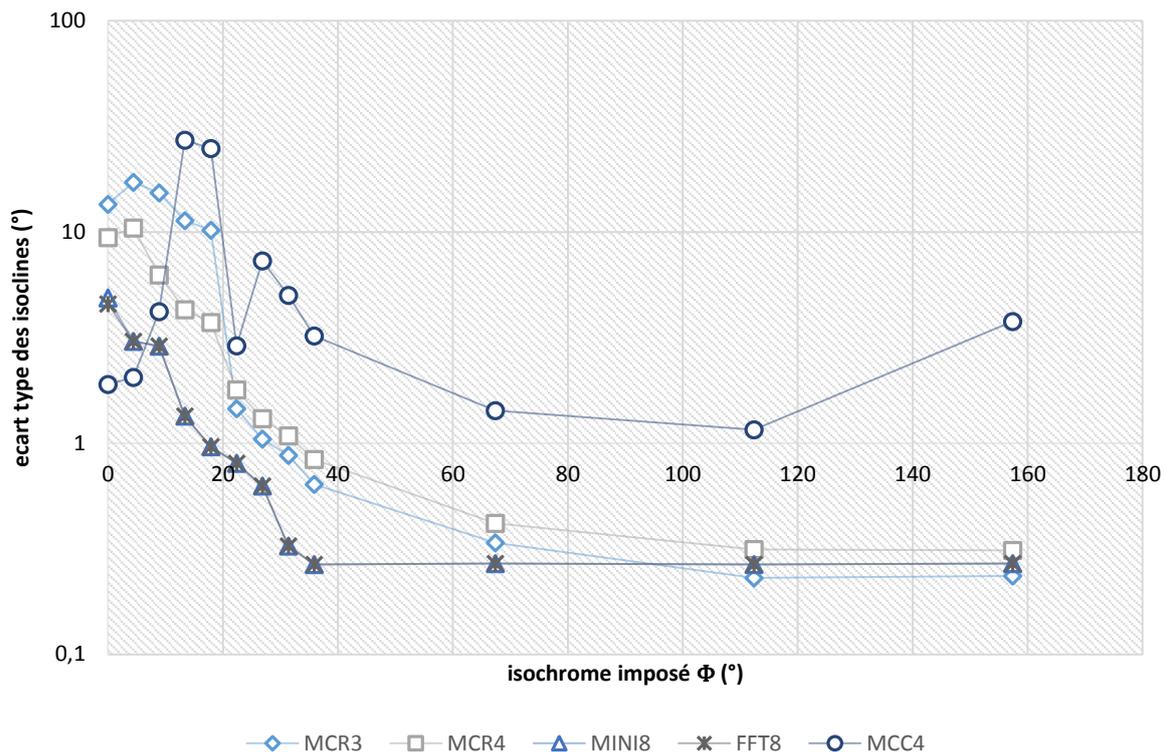


Figure 77 : écarts-types calculés pour les méthodes d'analyse d'isocline

Nous pouvons conclure que les méthodes MCR3 et MCC4 ne sont pas les plus appropriées pour mesurer des valeurs d'isocline dans le cas étudié. En effet, la méthode MCR3 n'utilise que trois images. La moindre erreur sur l'une d'elles a des répercussions importantes. Dans le cas de la méthode MCC4, les lames quart d'onde entrent en jeu. Elles sont aussi source d'erreurs.

Les autres techniques utilisent simplement le champ rectiligne et nécessitent plus d'images. Cependant, même dans le meilleur des cas, avec ces techniques (FFT et MINI) l'erreur globale (erreur systématique et aléatoire) est de l'ordre de 16° lorsque le cisaillement maximal est en dessous de 3 MPa dans les substrats de silicium. Cette erreur est importante.

Or, les résultats extraits par MINI8, FFT8 et MCR4 peuvent être améliorés en ajoutant plus de configurations (images). Puisque le champ rectiligne sombre est périodique de 90° , on peut améliorer la méthode MCR4 en faisant une moyenne de plusieurs images sur 360° ($4 \times 90^\circ$), soit seize images (4×4 images). Pour la FFT et la minimisation, l'isocline est calculée à partir de seize images sur 180° puis avec trente-deux images sur 360° . L'intérêt est de voir l'importance du nombre d'images par rapport aux erreurs de mesures. Les désignations des méthodes sont présentées dans le Tableau 22.

Tableau 22: méthodes d'analyse d'isocline utilisant plusieurs périodes

Modulation en champ rectiligne (16 images)	MCR16
Modulation en champ rectiligne (32 images)	MCR32
FFT (16 images)	FFT16
FFT (32 images)	FFT32
Minimisation (16 images)	Mini16
Minimisation (32 images)	Mini32

Les résultats (Figure 78) présentés ci-dessous montrent que les erreurs d'analyse sont influencées par le nombre d'images utilisées. Pour la technique MCR4, l'ajout de douze images permet d'améliorer l'analyse de l'orientation des contraintes d'environ 5°:

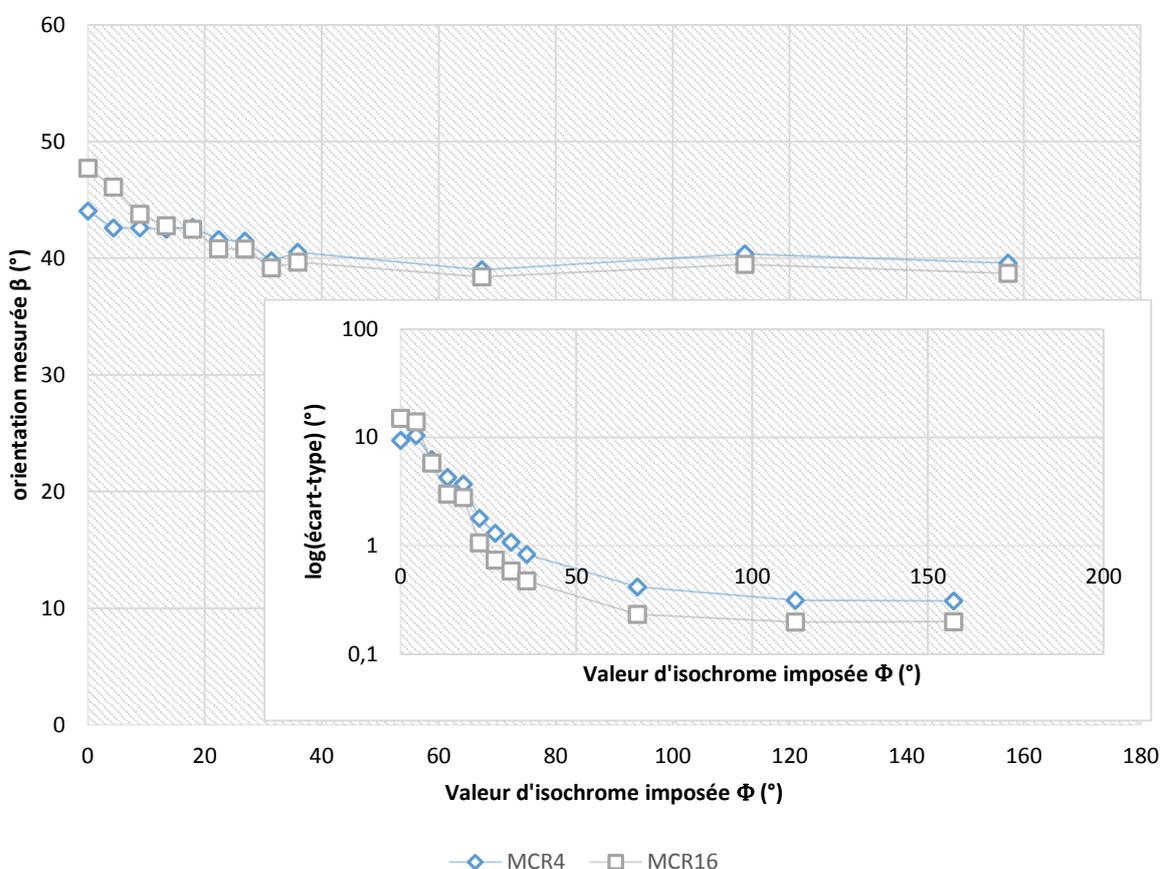


Figure 78 : Analyse de l'incertitude de mesure de la technique MCR4 en fonction du nombre d'images utilisées

Dans le cas des techniques d'analyse FFT et MINI, les résultats sont quasiment équivalents. L'ajout de vingt-quatre images diminue l'erreur globale d'environ 6° (Figure 79, Figure 80).

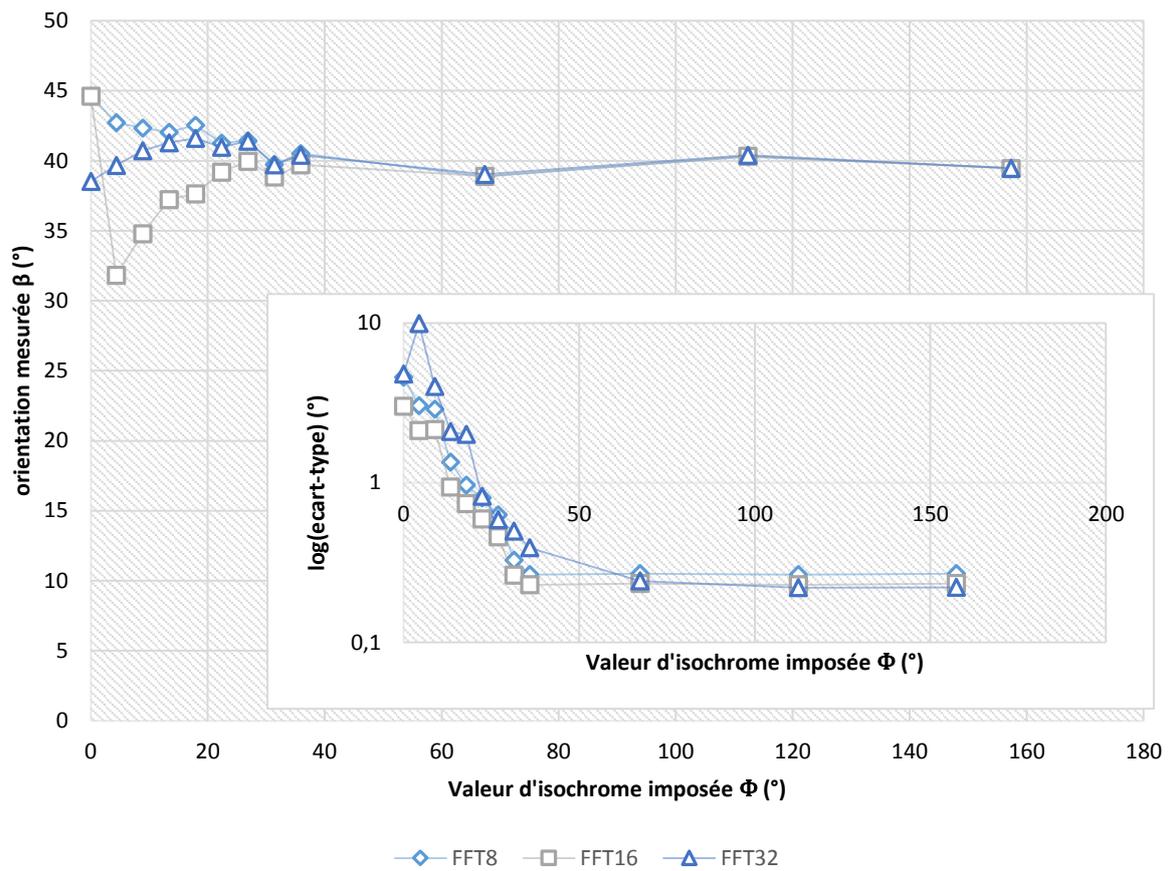


Figure 79 : Analyse de l'incertitude de mesure de la technique FFT en fonction du nombre d'images utilisées

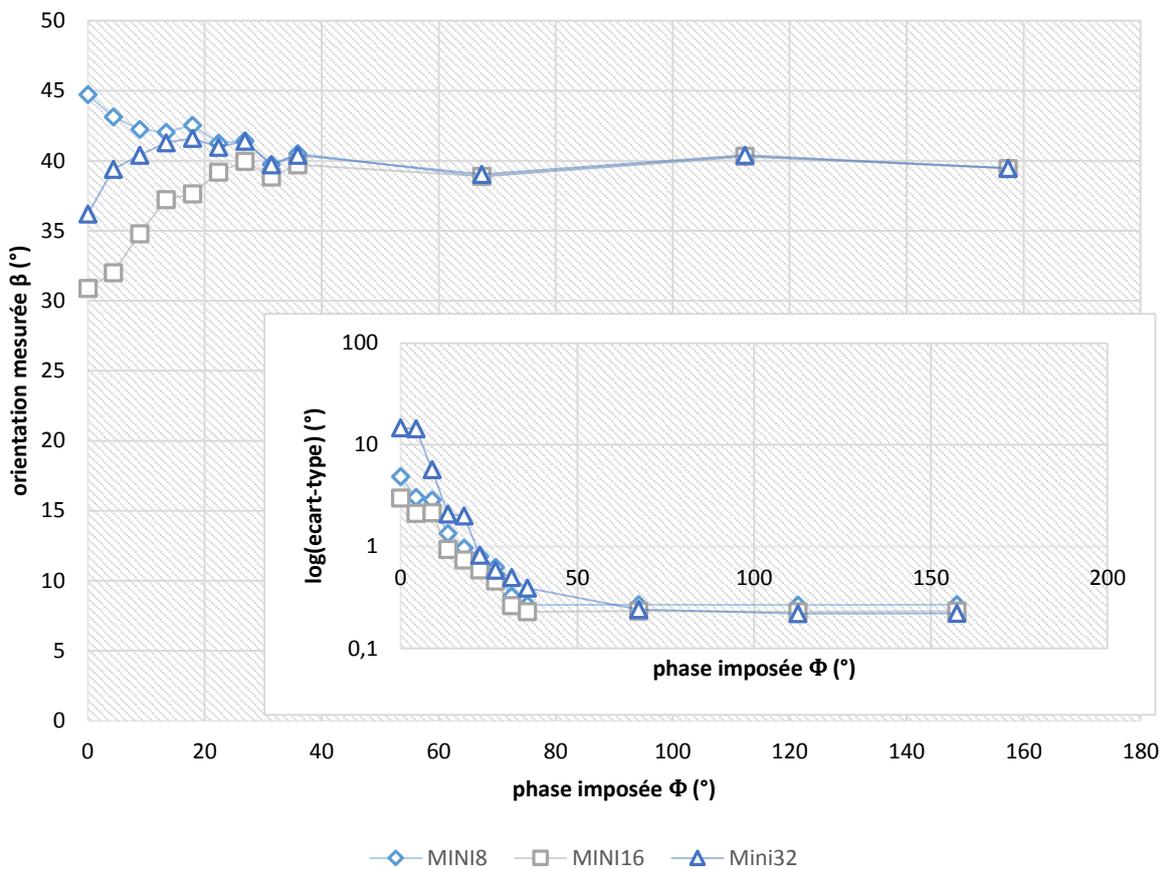


Figure 80: Analyse de l'incertitude de mesure de la technique MINI en fonction du nombre d'images utilisées

On remarque de manière générale que l'ajout d'images améliore l'extraction de l'isocline. Pour les techniques MCR4 et MCR16 le gain n'est pas très conséquent. Les valeurs des moyennes restent loin des valeurs théoriques. Cela signifie que la technique MCR16 est tout de même utilisable pour l'étude si le cisaillement maximal est au-dessus de 3 MPa. En dessous de cette valeur son erreur globale (aléatoire et systématique) est de l'ordre de 10° .

Les méthodes d'extraction utilisant la FFT et la minimisation ont des résultats pratiquement équivalents pour un nombre égal d'images. L'utilisation de trente-deux images améliore grandement la mesure du paramètre isocline. Les erreurs aléatoires sont en dessous de 1° à partir d'une valeur d'isochrome imposée de 14° ($1/4^{\text{ème}}$ de frange). Même en améliorant les performances de ces techniques par ajout d'images, la précision de mesure est trop juste pour pouvoir être utilisée si le cisaillement maximal est en dessous de 4 MPa. En effet, dans ce cas les erreurs de mesure sont de l'ordre de 10° .

L'analyse des performances des techniques d'extraction d'isocline montre d'ores et déjà que les méthodes d'analyse d'isochrome nécessitant la valeur du paramètre isocline ne sont pas adaptées pour déterminer les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium. Ces méthodes seront cependant comparées par la suite. Puisque les meilleurs résultats sont obtenus par FFT et minimisation avec trente-deux images, elles seront utilisées par la suite. Pour rappel,

dans les cas correspondant à notre étude, la littérature utilise plutôt les méthodes MCC4 et MCR4 pour déterminer les valeurs d'isocline nécessaires au calcul des valeurs d'isochrome.

3.4.3.3 Performances des techniques d'extraction de l'isochrome

Six techniques d'analyse d'isochrome sont comparées. Pour une meilleure lisibilité, elles sont dénommées dans le Tableau 23 :

Tableau 23 : dénomination des techniques d'analyse d'isochrome

Modulation à 4 images	MPhi4
Modulation à 5 images	MPhi5
Modulation à 6 images	MPhi6
Modulation à 6 images développée ici (composé de la somme des images)	MPhi6S
Modulation à 6 images développée ici (composé de la soustraction des images)	MPhi6S2
Modulation à 8 images	MPhi8

Les équations des méthodes d'analyse présentées sont récapitulées dans le tableau suivant :

Tableau 24 : Rappel des équations des quelques méthodes d'analyse d'isochrome présentées

Désignations	équations	Evolutions
MPhi4	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{(I_3 - I_4)}{(I_6 - I_5) * \cos 2\beta}\right)$	$\varphi \in [-\pi, \pi]$
MPhi5	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{2\sqrt{2}\sqrt{[(I_1 - I_2)^2 + (I_2 - I_3)^2 + (I_3 - I_1)^2]}}{3.(I_5 - I_4)}\right)$	$\varphi \in [0, \pi]$
MPhi6	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{(I_3 - I_4) * \cos 2\beta + (I_2 - I_1) * \sin 2\beta}{(I_6 - I_5)}\right)$	$\varphi \in [-\pi, \pi]$
MPhi6S	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{2\sqrt{\frac{I_1'^2 + I_4'^2 + I_2'^2 + I_3'^2}{2}}}{I_6 - I_5}\right)$	$\varphi \in [0, \pi]$
MPhi6S2	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{\sqrt{(I_2' - I_1')^2 + (I_3' - I_4')^2}}{(I_6 - I_5)}\right)$	$\varphi \in [0, \pi]$
MPhi8	$\varphi = \operatorname{atan}\left(\frac{(I_3 - I_4) * \cos 2\beta + (I_2 - I_1) * \sin 2\beta}{\frac{(I_6 - I_5) + (I_7 - I_8)}{2}}\right)$	$\varphi \in [-\pi, \pi]$

Bien que la technique MPhi4 n'existe pas réellement, il est intéressant de la comparer aux autres techniques car elle est une partie de l'équation de MPhi6. Dans la littérature (pour

les substrats de silicium), ce sont généralement les méthodes MPhi6 et MPhi8 qui sont utilisées [93] [58]. Elles nécessitent l'extraction au préalable du paramètre isocline.

La Figure 78 présente un exemple de valeurs d'isochrome φ extraites sur la fenêtre de visualisation du compensateur. Les dix-sept visualisations représentent le paramètre isochrome extrait pour des valeurs différentes de phase imposée. On remarque que la valeur moyenne évolue proportionnellement à la valeur d'isochrome imposée. Théoriquement si la technique d'analyse n'apportait aucun défaut, la valeur mesurée serait linéaire à la valeur imposée. Le défaut du compensateur ne fait qu'ajouter une phase résiduelle.

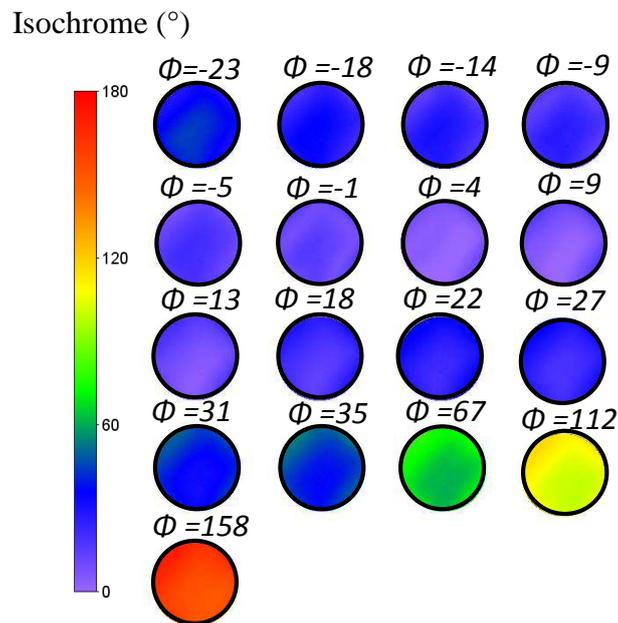


Figure 81 : Exemple de valeurs d'isochrome extraites pour des phases imposées Φ

La Figure 82 présente les résultats de l'isochrome extraits par les six méthodes d'analyse.

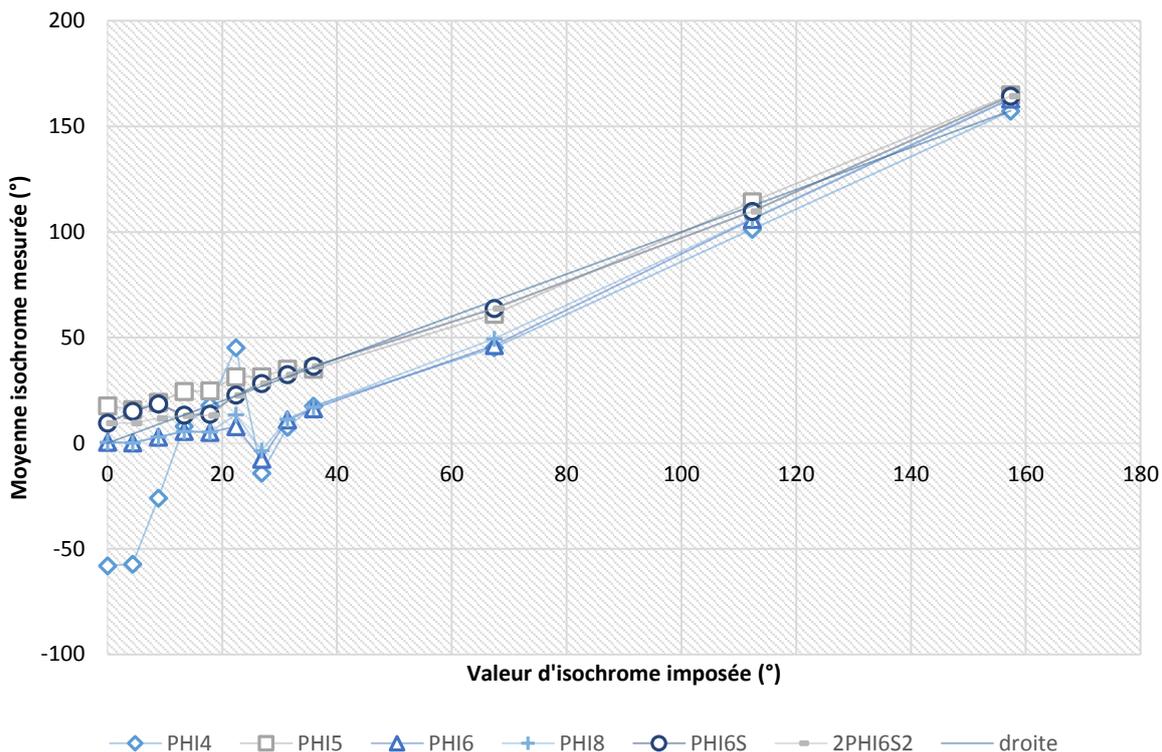


Figure 82: Moyenne de la phase mesurée

Le retard de phase déterminé est relativement équivalent entre 30° et 165° pour toutes les techniques d'analyse étudiées. De manière globale, les résultats sont proportionnels aux valeurs théoriques (une droite). Le coefficient directeur de la droite est de 1.

Les valeurs minimales d'isochrome déterminées par les techniques d'analyse, se situent au même endroit. Ces valeurs correspondent à la valeur minimale théorique donnée par le compensateur. Cela signifie que le dispositif a été correctement calibré³⁶. Cependant les valeurs mesurées ne sont pas égales à 0 lorsque la phase imposée est censée être nulle. Ce sont encore une fois les défauts du compensateur. On retrouve ici la valeur de la phase « résiduelle » de l'ordre de 5° . Cette phase résiduelle est présente dans toutes les mesures.

Les techniques nécessitant la connaissance de l'isocline (MPhi4, MPhi6 et MPhi8) donnent des valeurs d'isochrome très variables lorsque la phase imposée est faible (en dessous de 30°). C'est différent pour les autres techniques (MPhi6S, MPhi6S2 et MPhi5). Elles ont une évolution proportionnelle à la valeur imposée. Il y a de grandes variations entre ces six méthodes (MPhi4, MPhi6, MPhi6S, MPhi6S2 et MPhi8) malgré le fait qu'elles utilisent toutes les mêmes configurations pour déterminer la phase. Nous constatons alors que les techniques (MPhi4, MPhi6 et MPhi8) sont mises en défaut si la phase imposée est en dessous de 20° . Elles donnent d'ailleurs approximativement les mêmes résultats directement corrélés avec les erreurs

³⁶ Si le dispositif était mal calibré, les courbes seraient toutes décalées sur la gauche ou la droite.

globales d'extraction d'isocline. Il est aussi intéressant d'analyser les écarts-types des techniques d'analyse. Ces résultats sont présentés dans la Figure 83.

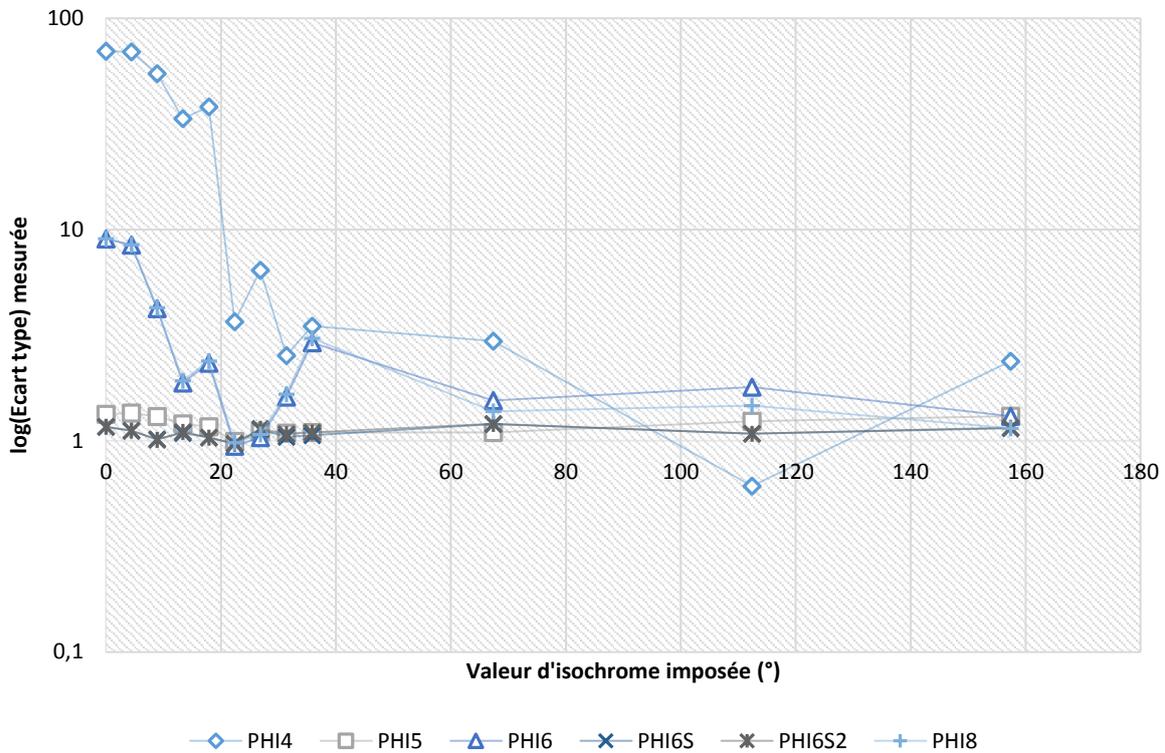


Figure 83 : écarts-types calculés pour les méthodes d'analyse d'isochrome

Les valeurs déterminées par les méthodes MPhi4, MPhi6 et MPhi8 ont un écart-type élevé lorsque la phase imposée est faible (entre plus ou moins 20°). Il est cependant intéressant de voir que le nombre d'images utilisées modifie la valeur de l'écart-type. En effet, la méthode MPhi4, n'utilise que quatre images pour extraire le paramètre isochrome. Les méthodes MPhi6 et MPhi8 sont plus semblables. Cependant l'ajout de deux images au dénominateur diminue légèrement l'erreur aléatoire.

Les méthodes MPhi4, MPhi6 et MPhi8 ne sont pas adaptées à l'étude des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium avec le dispositif développé. Les méthodes d'extraction MPhi6, MPhi8 délivrent une erreur aléatoire de l'ordre de 10° (1/40^{ème} de frange) lorsque la phase est en dessous de 20°. Cela signifie que dans le cas de l'étude des substrats, lorsque le cisaillement maximal est de 8 MPa l'erreur aléatoire est d'environ 4 MPa, soit la moitié. Si le cisaillement est plus faible, l'erreur aléatoire devient plus grande que la valeur mesurée. Ce sont ces méthodes qui sont généralement utilisées par les utilisateurs de photoélasticité dans la détermination des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium.

Les méthodes développées (MPhi6S et MPhi6S2) ainsi que celle de Hecker et Morche (MPhi5) ont un écart-type bien plus faible. Ces méthodes sont donc plus adaptées à notre étude. Nous pouvons estimer que les erreurs aléatoires de ces trois techniques sont de l'ordre de 1° à

1.3° (1/360^{ème} de frange) lorsque la phase imposée est quasiment nulle et que la moyenne de la phase mesurée est égale à la phase imposée. Les méthodes développées ont une erreur de mesure légèrement plus faible que celle de Hecker et Morche. Elles sont donc choisies pour être utilisées par la suite. Elles permettent de mesurer un cisaillement de l'ordre de 0.5 MPa dans les substrats de silicium. Il y a très peu de différences entre les résultats obtenus par les expressions mathématiques MPhi6S et MPhi6S2. Il n'y a en moyenne qu'une différence de 0.007404° entre les résultats apportés par les deux techniques. La méthode MPhi6S a un léger avantage. Il semble plus intéressant de sommer les images que de les soustraire.

Bien que ce résultat soit satisfaisant les erreurs aléatoires peuvent encore être améliorées. Il est proposé d'ajouter des configurations à cette dernière technique MPhi6S. À partir de l'équation générale du champ elliptique déterminée par les matrices de Mueller et d'un logiciel de calcul formel, il est théoriquement possible de trouver de multiples configurations qui délivrent les mêmes intensités lumineuses que les six configurations déjà évoquées lors de la présentation de la technique MPhi6S dans le paragraphe 3.4.2.

À partir d'un polariscope automatisé il est facile d'acquérir d'autres configurations similaires. Ainsi les intensités lumineuses de base sont obtenues par une moyenne de ces configurations capturées dans des conditions différentes de positionnement d'optiques. La Figure 84 est un exemple de configurations qui peuvent être utilisées :

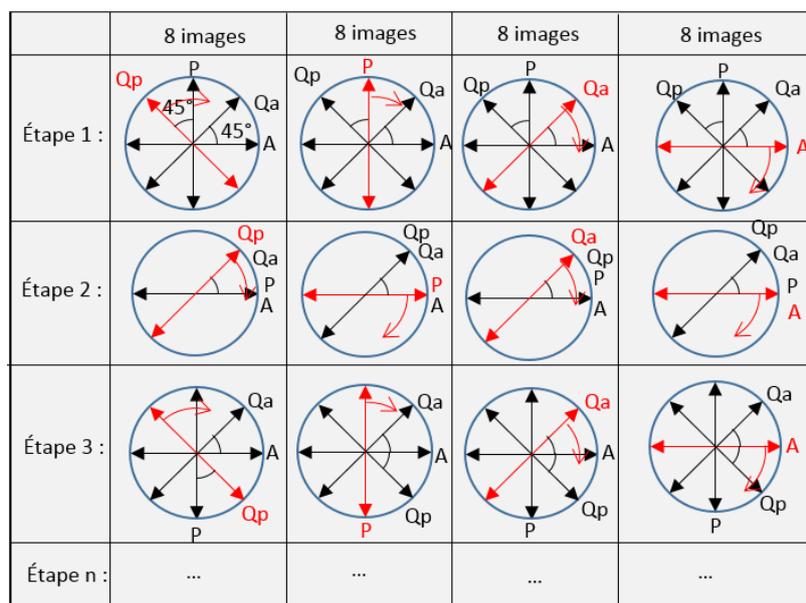


Figure 84 : Exemple de configurations possibles pour obtenir les intensités lumineuses nécessaires à la technique d'extraction développée MPhi6S

Les images sont capturées lorsqu'un élément optique (P, Qp, A et Qa) fait un tour complet discrétisé par pas de 45° et que les autres éléments optiques restent fixes (soit huit images). Cette phase est répétée pour chacun des quatre éléments optiques (quatre fois huit

images soit trente-deux images). Ensuite l'un des binômes P/Qp ou A/Qa tourne de 90° (les lames retardatrices doivent rester à 45° des polariseurs) et la procédure d'acquisition des trente-deux images est réitérée. C'est un exemple de fonctionnement pour que l'algorithme puisse utiliser une multitude de configurations pour extraire le paramètre isochrome. L'objectif est de diminuer l'impact des défauts des éléments optiques, de positionnement et de calibration.

Pour illustrer cette méthode, une comparaison de moyennes d'isochrome est montrée dans la Figure 85. Les valeurs d'isochrome sont extraites par la méthode développée MPhi6S avec six images et avec cent soixante images. Les résultats obtenus par l'algorithme à cent soixante images sont bien plus linéaires. Sa courbe de tendance des moindres carrés est d'équation $1.014x+5.9993$ ($R^2 = 0.9993$). Cette droite est quasiment parallèle à la droite théorique. Elle est décalée du défaut du compensateur. Ainsi l'ajout d'images accroît considérablement les performances de la technique d'analyse. Il est difficile de quantifier l'impact qu'a le processus sur chacun des défauts (optiques, positions, calibration...) car c'est l'ensemble des défauts qui est amené à être diminué et les défauts du compensateur ne sont pas exactement connus.

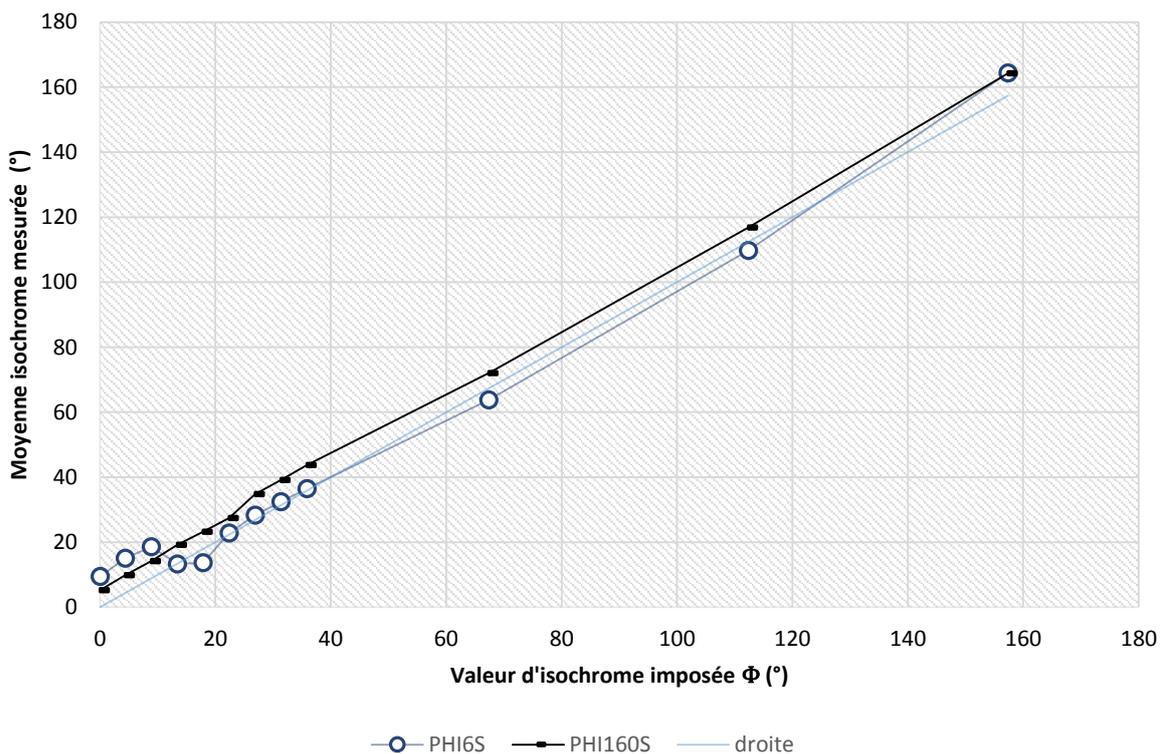


Figure 85 : comparaison des techniques développées

La Figure 86 présente les écarts-types obtenus pour les deux techniques. L'ajout de cent cinquante-quatre images améliore l'écart-type d'un facteur 2. Dans le cas d'une mesure de contraintes résiduelles dans les substrats avec le dispositif réalisé, nous pouvons conclure que

ce dernier développement donne approximativement une erreur globale de l'ordre de 0.3 MPa (1/700^{ème} de frange) si les contraintes résiduelles sont de l'ordre de 1 MPa. C'est une erreur acceptable en comparaison des autres méthodes.

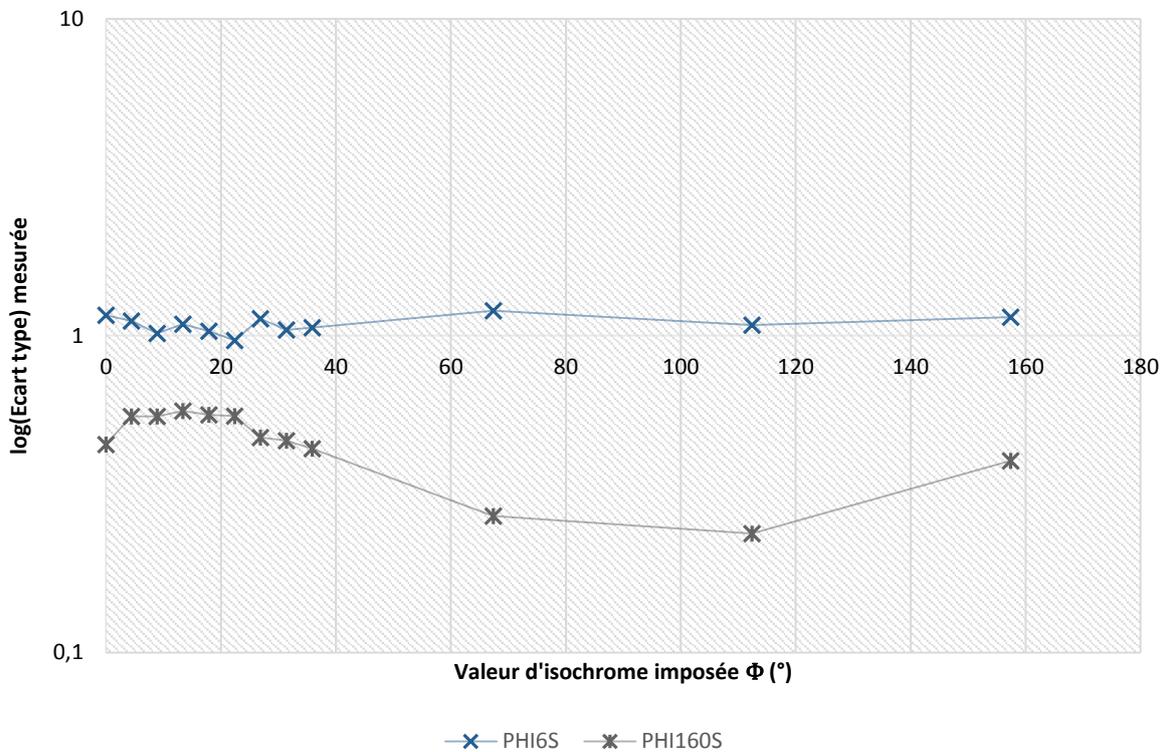


Figure 86 : écarts-types des techniques développées

Au vu des performances des techniques d'analyse associées au dispositif expérimental de cette thèse, si le cisaillement maximal dans les substrats est en dessous de 5 MPa, nous ne pouvons pas utiliser d'autres méthodes d'extraction d'isochrome que celles développées (ou éventuellement la technique de Hecker et Morche).

3.4.4 Conclusion sur les performances des méthodes d'analyse

Nous observons donc que seules quelques techniques d'analyse sont adaptées à l'étude des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium à partir du dispositif expérimental réalisé. Certaines techniques d'analyse d'isochrome sont mises en défaut car elles sont dépendantes des erreurs liées à l'extraction de l'isocline. Ce sont pourtant ces techniques qui sont généralement utilisées dans la littérature pour déterminer les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium. Même dans le cas où les dispositifs expérimentaux de la littérature seraient plus élaborés que celui de cette étude, il est certain que les techniques d'analyse d'isochrome nécessitant le paramètre isocline auraient un réel désavantage par rapport à la technique développée.

En effet, la comparaison des techniques d'extraction d'isocline montre que les méthodes les mieux adaptées à l'étude sont la méthode développée ici (minimisation) et la méthode de Morimoto (FFT). Pourtant l'incertitude de mesure reste importante dans les cas où la phase est faible. On doit donc admettre que ces méthodes (minimisation et FFT) ne sont pas parfaitement adaptées à l'extraction de β lorsque le cisaillement maximal dans le silicium est en dessous de 4 MPa, malgré l'insertion de trente-deux images dans les deux algorithmes.

Dans le cas de l'extraction d'isochrome, il s'avère que les techniques développées dans notre étude (MPhi6S et MPhi6S2) conviennent le mieux à notre cas d'application. Ce sont donc elles qui seront utilisées par la suite. Le cisaillement maximal doit être supérieur à 0.5 voire 1 MPa, sinon les valeurs auront une erreur aléatoire supérieure à la valeur du cisaillement. L'ajout d'images dans les algorithmes d'extraction est un moyen d'améliorer les techniques d'analyse. Cela permet de définir une valeur seuil plus basse. En effet ce processus permet de diminuer les défauts du dispositif. La technique proposée améliore l'analyse pour les dispositifs automatisés sans pour autant modifier le banc d'essais (changer les optiques etc...).

3.5 Conclusion du chapitre III

Le chapitre III a présenté le dispositif expérimental développé ainsi que ses performances mécaniques. Le fonctionnement mécanique du banc a été qualifié à partir d'une méthode de suivi de marqueur. Cette première étude a validé les choix de mécanisme, d'automatisme et de programmation qui avaient été réalisés en amont. Les erreurs de positionnement des éléments optiques sont faibles (moins de 1°) grâce à l'automatisation et les mouvements de rotation sont répétables. Il apparaît alors que ces défauts de positionnement mécaniques pourront être négligés dans la suite de l'étude. Ce n'est pas le cas des défauts des éléments optiques qui ont été analysés. Bien que la méthode de calibration montre que ceux-ci sont adaptés à notre étude il est difficile de quantifier les erreurs qu'ils suscitent car ils sont dépendants de la technique d'analyse utilisée. Il faut donc utiliser celle qui compense au mieux ces défauts.

C'est pourquoi de nouveaux algorithmes d'extraction de paramètres photoélastiques sont aussi proposés. Ils ont été développés spécifiquement pour cette étude mais peuvent fonctionner dans d'autres cas. Il est proposé d'extraire le paramètre isocline par une méthode de type minimisation et le paramètre isochrome à partir d'une méthode à cent soixante images. Ces nouvelles méthodes ont été comparées à quelques méthodes d'analyse utilisées dans la littérature dans le cas de l'étude des contraintes résiduelles dans les substrats. Cette étude de performance utilise un compensateur de Bravais pourvu de défauts. Bien qu'il ne soit pas parfait, les techniques d'analyse peuvent tout de même être comparées car les défauts du compensateur ont été qualifiés.

À partir des résultats obtenus, nous pouvons conclure que les erreurs associées aux techniques d'analyse sont dépendantes de la valeur de l'isochrome. Plus cette valeur est faible, plus les erreurs d'analyse sont grandes. Les techniques classiques qui nécessitent les valeurs de l'isocline ne sont pas adaptées à cette étude. L'extraction de l'isocline est sujette à des erreurs de mesures non négligeables. Dans le cas du dispositif réalisé, l'extraction de l'isocline peut au mieux être obtenue par FFT ou par minimisation avec trente-deux images. Il en ressort que les techniques d'analyse développées dans cette étude ont été sélectionnées pour déterminer les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium. Leurs erreurs de mesure sont acceptables en comparaison des autres méthodes car elles compensent au mieux les défauts optiques et mécaniques du dispositif. Ces techniques sont fiables. Elles sont utilisées car le dispositif le permet. Le choix de garder un maximum de configurations possibles et de tout automatisé permet de ne pas restreindre les possibilités. Cela valide aussi le type de polariscope choisi (lumière dirigée). La facilité de mise en œuvre est un atout pour cette étude.

Maintenant que le dispositif et les techniques d'analyses sont qualifiés, les paramètres photoélastiques ainsi que les coefficients photoélastiques peuvent être déterminés expérimentalement dans les substrats de silicium. C'est ce qui est présenté dans le chapitre suivant.

4 Chapitre IV : Résultats

Le chapitre IV présente les essais menés et définis en fonction des observations et des propriétés du matériau présentées dans les chapitres précédents. Il se compose de trois parties : D'abord on détermine les coefficients photoélastiques adaptés par méthode expérimentale et simulations numériques. Ensuite on donne des valeurs de contraintes résiduelles dans les substrats. Enfin suit une discussion sur les résultats obtenus.

4.1 Détermination du coefficient photoélastique du silicium

Dans le cas du silicium dont le comportement mécanique est anisotrope, les valeurs du coefficient photoélastique sont dépendantes de l'orientation cristalline. Ce point est déjà explicité dans le chapitre I. Des coefficients photoélastiques ont été obtenus expérimentalement par des auteurs tels que Danyluk et al [92] et Gamarts et al [19]. Ce sont les seules études constatées sur ce sujet. Afin de valider les coefficients déterminés, une méthode expérimentale d'identification par flexion trois points a été mise en place. L'identification du coefficient par la théorie des poutres utilise les hypothèses énoncées dans le chapitre I sur les poutres³⁷ et les hypothèses des mesures photoélastiques planes énoncées dans le chapitre II. Une poutre en flexion trois points est soumise à un effort tranchant et un moment fléchissant (Figure 87). Le cisaillement maximal induit dépend de l'effort tranchant maximal et de la section cisailée. Les poutres étudiées sont de dimensions 20*120*0.18mm.

³⁷ Bernouilli ainsi que Navier-Stokes

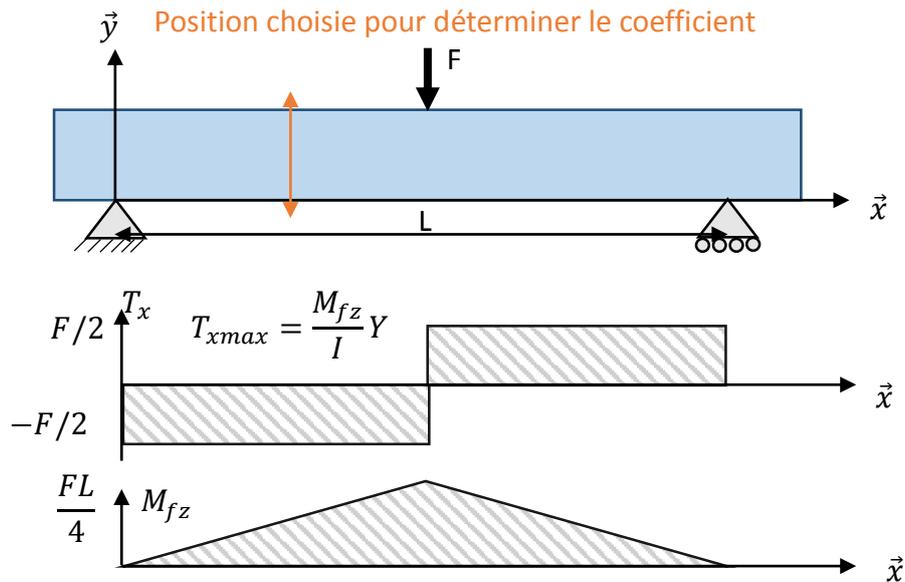


Figure 87 : Torseur de cohésion dans une poutre en flexion trois points

La valeur du retard de phase induite par l'effort appliqué φ_{ind} est proportionnelle à l'effort tranchant. Le facteur de proportionnalité entre l'effort et le retard de phase dépend de la valeur du coefficient photoélastique :

$$\varphi_{ind} = \frac{2 \cdot C(\Omega)\pi e}{\lambda} T_{xmax} = \frac{C(\Omega)2\pi e M_{fz}}{\lambda I_{gz}} Y \quad 4-127$$

Le paramètre Y représente la position suivant l'axe \vec{y} . Les coefficients photoélastiques sont déterminés à partir du coefficient directeur d'une droite d'équation :

$$\varphi_{ind} = C' \cdot Y$$

Avec :

4-128

$$C' = \frac{C(\Omega)2\pi e M_{fz}}{\lambda I_{gz}}$$

L'identification du coefficient photoélastique sur une poutre isotrope, sans contraintes résiduelles, est facilement obtenue car le cisaillement maximal évolue linéairement suivant l'axe \vec{y} (4-128). La Figure 88 schématise ce cas de mesure :

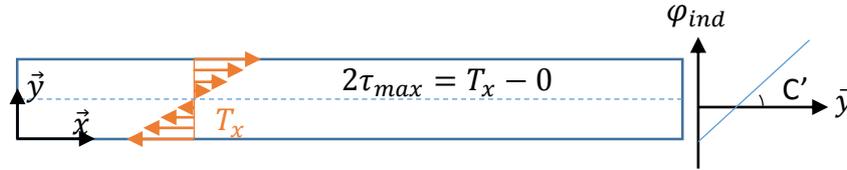


Figure 88 : Identification de C dans le cas d'une poutre isotrope sans contraintes résiduelles

C' représente les paramètres constants durant l'identification par la théorie des poutres. Puisque le coefficient photoélastique $C(\Omega)$ dépend de l'orientation cristalline, plusieurs campagnes d'essais sont nécessaires pour déterminer toutes les valeurs du coefficient. La fabrication de substrats avec des orientations cristallines autres que $\{001\}$ est complexe. C'est pourquoi les poutres étudiées ici ont leur surface parallèle au plan cristallin $\{001\}$. En outre cette orientation cristalline est la plus fréquemment utilisée dans la fabrication des substrats. Ainsi les coefficients déterminés pour cette orientation couvrent la plupart des études sur les substrats. Dans un premier temps, quatre poutres $\{001\}$ sont étudiées expérimentalement. Elles sont constituées d'orientations cristallines dans le plan de 0° , 30° , 45° et 60° par rapport à l'horizontale. Ce sont les mêmes poutres étudiées que dans le chapitre I au sujet du module élastique.

La procédure expérimentale de chargement s'effectue par pas de 1 N, allant de 0 à 10 N. Toutes les mesures sans chargement ont montré que les poutres ont déjà un retard de phase initial (Figure 89) qui est de l'ordre de 10° et a une orientation privilégiée. Cette orientation est la même que l'orientation cristalline dans le plan. C'est-à-dire que pour une poutre $\{001\}$ orientée à 30° , le retard de phase moyen mesuré est orienté lui aussi à 30° .

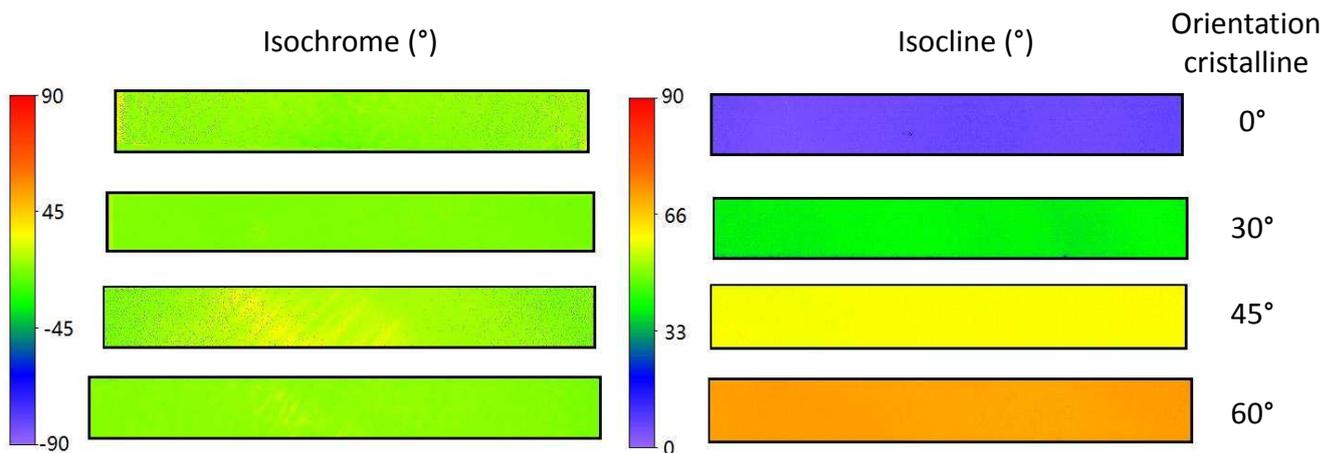


Figure 89 : contraintes résiduelles des poutres

Afin de définir au mieux les coefficients photoélastiques, ces valeurs de retard de phase résiduelle (φ_{res}) doivent être soustraites aux retards de phase mesurés $\varphi_{mesuré}$ pour déterminer le retard de phase induit par l'effort appliqué :

$$\varphi_{ind} = \varphi_{mesuré} - \varphi_{res}$$

La Figure 90 présente ces champs d'isocline et de retard de phase soustraits. Cette figure montre un essai de flexion sur une poutre (001) orientée à 0° dans le plan avec les étapes de chargement allant de 1 à 10 Newton.

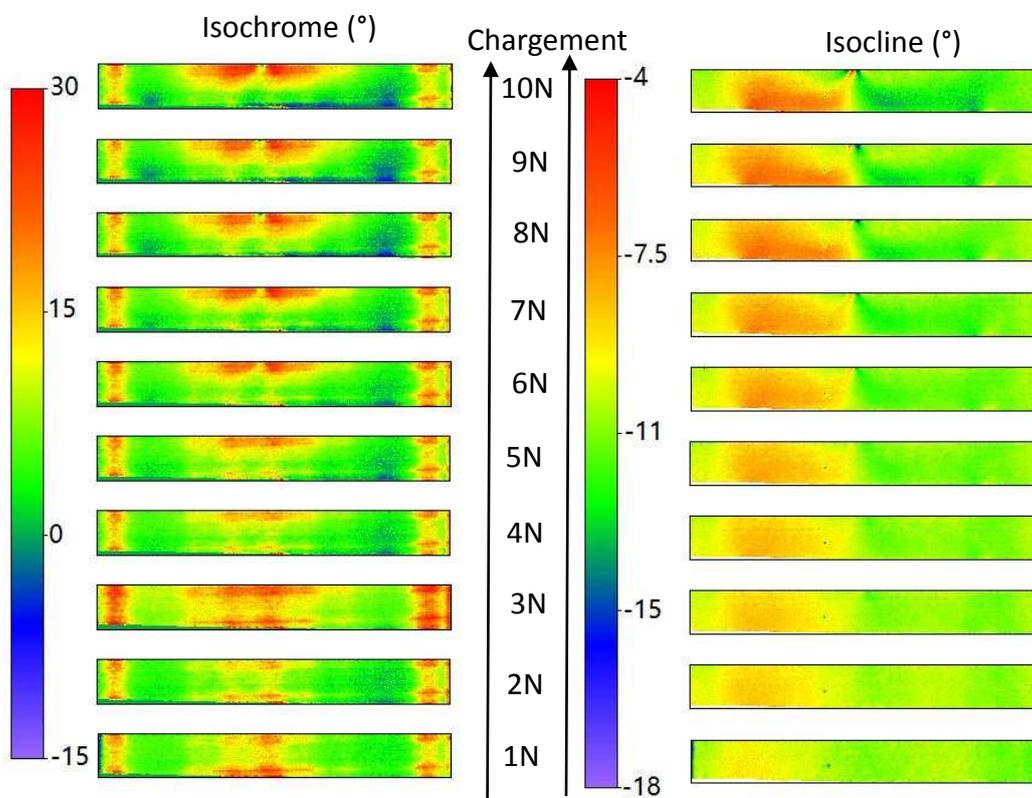


Figure 90 : champ de la contrainte appliquée dans une poutre orientée à 0°

Bien que le retard de phase résiduelle soit soustrait (Figure 95), les champs expérimentaux des paramètres isocline et isochrome ne sont pas comparables à des champs mesurés dans une poutre en flexion trois points isotropes, sans retard de phase résiduelle. En effet, une modélisation sous Cast3M d'une poutre isotrope sans retard de phase résiduelle est présentée dans la Figure 91.

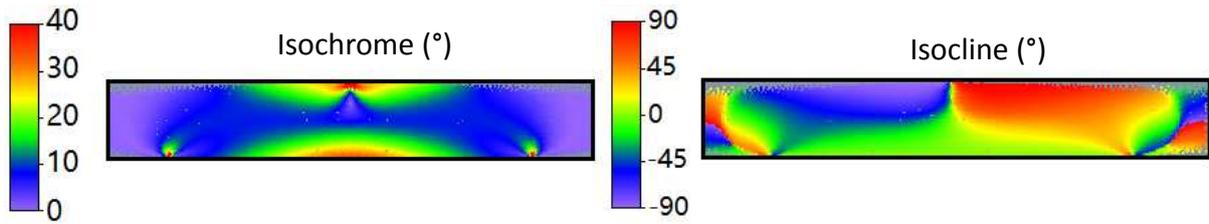


Figure 91 : Poutre isotrope sans retard de phase résiduelle

Les caractéristiques de cette modélisation sont données ci-dessous :

- Poutre de $120 \times 20 \times 0.18 \text{ mm}^3$
- Comportement du matériau : élastique isotrope ($E=160 \text{ GPa}$, $\eta=0.28$)
- Paramètre de maillage : Triangulaire en deux dimensions (DIME 2 ELEM TRI3) avec une densité de maillage plus importante au niveau des points d'appuis.
- Conditions limites : blocage suivant les deux directions d'un appui (liaison pivot) et blocage d'une direction (horizontale) pour le second appui (liaison glissière)
- Chargement : 10 N à mi-distance entre les deux bords gauche et droite de la poutre.

Il est possible de déterminer expérimentalement le coefficient photoélastique dans le cas d'une poutre isotrope ayant des contraintes résiduelles suivant l'axe \vec{x} . En effet l'ajout de contraintes résiduelles orientées suivant cet axe ne fait que décaler la droite proportionnellement à leur valeur (Figure 92). Si l'on admet que ce sont elles qui induisent des retards de phases résiduelles, cet exemple est celui de la poutre (001) orienté à 0° .

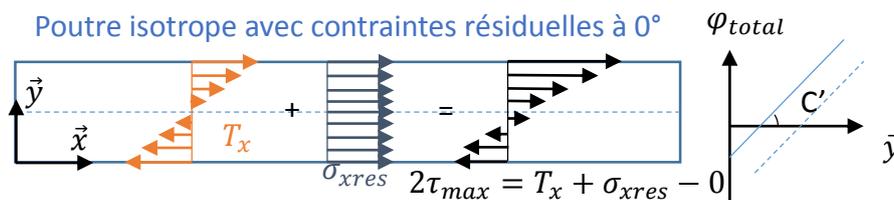


Figure 92 : Schéma de l'identification de C dans le cas d'une poutre isotrope avec des contraintes résiduelles orientées suivant l'axe \vec{x}

Nous pouvons conclure que le coefficient photoélastique pour la poutre (001) orientée à 0° est déterminé sans plus de complexité (Figure 93). Afin d'avoir une meilleure précision sur la valeur de C' , plusieurs mesures de la phase ont été réalisées sur la poutre. Le coefficient directeur de la droite C' est déterminé entre 17 et 21. Le coefficient photoélastique $C_{001}(0^\circ)$ est alors de l'ordre de 14 à 15 Brewster.

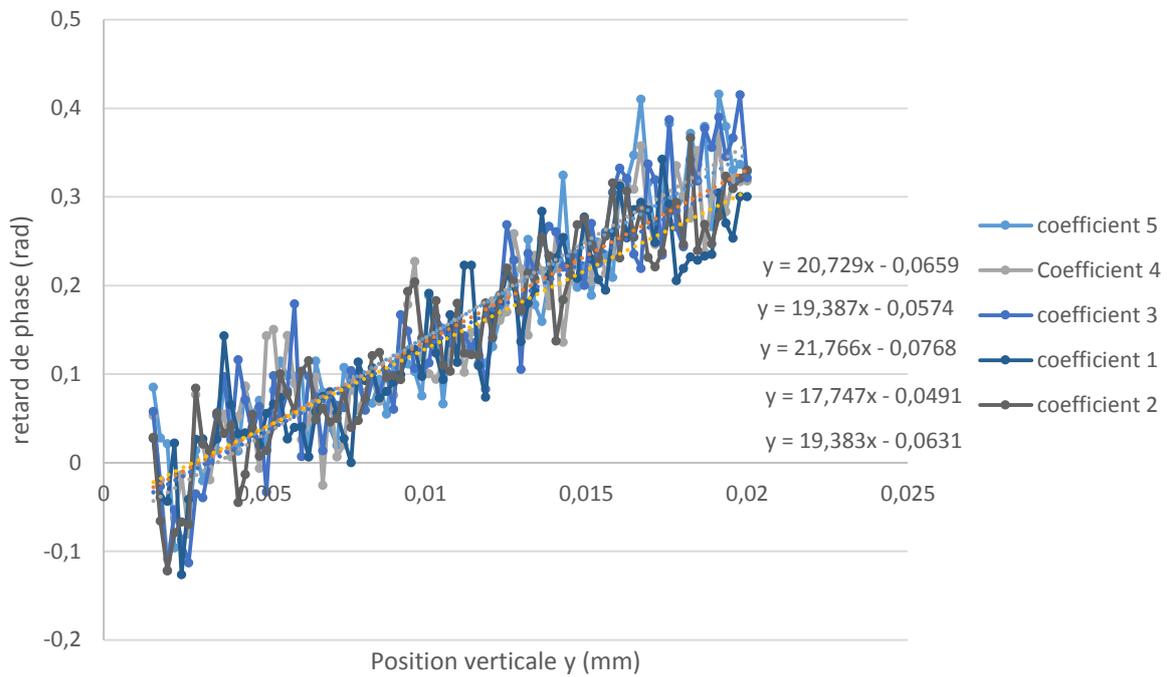


Figure 93 : Détermination du coefficient photoélastique du silicium pour une orientation cristalline (001) à 0°

Cependant, le cisaillement mesuré dépend de la norme des vecteurs des contraintes résiduelles de l'axe \vec{y} si le champ de contraintes résiduelles est orienté dans une direction autre que celle de la contrainte appliquée (30°, 45°, 60°). Or la valeur des contraintes résiduelles (ou de la phase résiduelle) est inconnue (Figure 94).

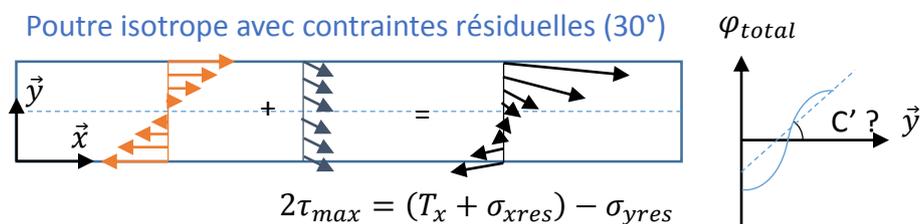


Figure 94 : Schéma de l'identification de C dans le cas d'une poutre isotrope avec des contraintes résiduelles orientées à 30°

Puisque les coefficients photoélastiques ne peuvent être précisément déterminés expérimentalement, des simulations numériques ont été réalisées. L'objectif est de faire correspondre les champs simulés aux champs mesurés afin d'identifier C. Pour cela, un champ de contraintes est ajouté à la modélisation classique d'une poutre anisotrope. Les caractéristiques de la modélisation sont les mêmes que celles données auparavant mais le comportement mécanique anisotrope de la poutre est pris en compte ainsi que l'ajout du champ de contraintes :

- Comportement du matériau : élastique anisotrope (exprimé par le tenseur d'élasticité du plan cristallin (100) qui est présenté dans le chapitre I)
- Chargement :
 - Flexion : 10 N à mi-distance entre les deux bords gauche et droite de la poutre.
 - Contraintes résiduelles : Ajout d'un tenseur de contraintes dont les valeurs des composantes et l'orientation sont nécessairement à indiquer.

Ces champs de contraintes résiduelles sont définis avec une orientation moyenne qui est déterminée par les mesures de l'isocline sur des poutres sans contraintes appliquées. Les composantes du tenseur de contraintes résiduelles expriment un cisaillement maximal entre 2 à 8 MPa. L'origine de ces valeurs sera expliquée par la suite. La Figure 95 présente les champs simulés et les champs expérimentaux des paramètres isocline et isochrome.

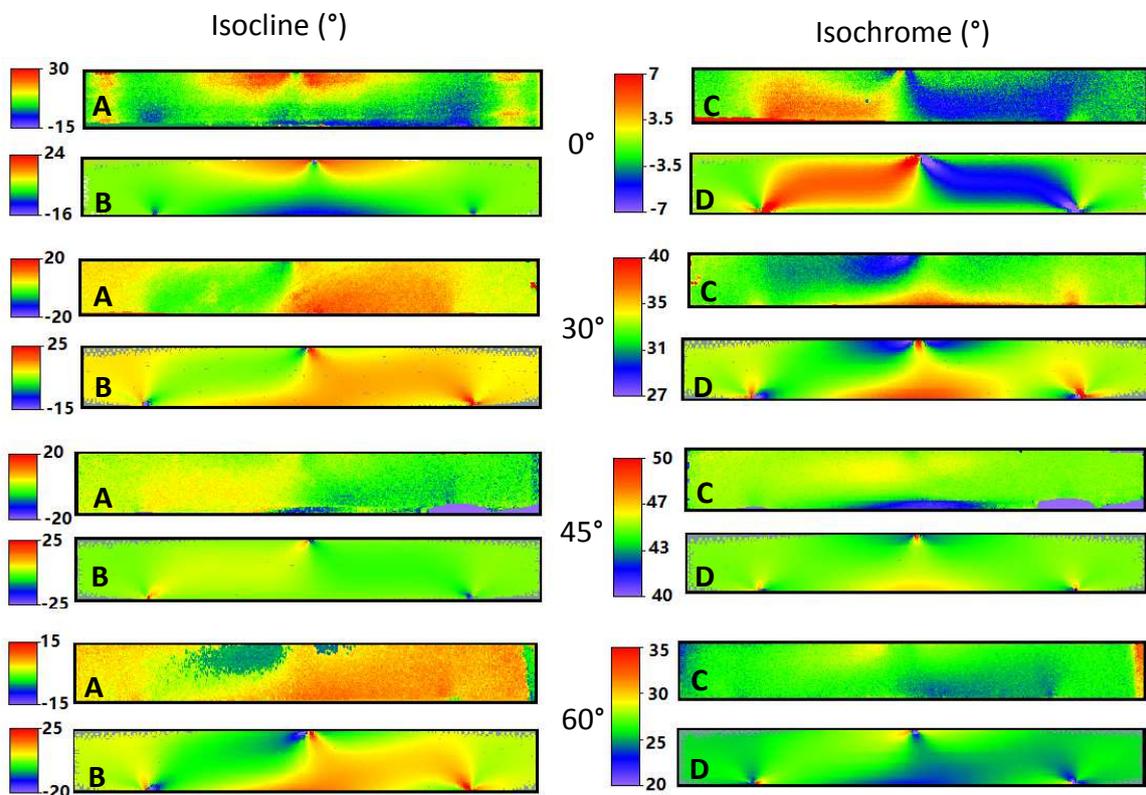


Figure 95 : Champs d'isocline expérimentaux (A), simulés (B) et champs d'isochrome expérimentaux (C), simulés (D)

Des valeurs successives de coefficients photoélastiques sont introduites afin que les champs modélisés correspondent au mieux aux champs expérimentaux (Figure 95). Les valeurs déterminées par cette procédure d'identification sont proches des valeurs de la littérature [82]. Cependant la démarche utilisée ne permet pas d'obtenir des valeurs précises. Une forte perte de précision vient de l'ajout de contraintes résiduelles approximatives dans la simulation. Ces calculs ont tout de même confirmé l'évolution anisotrope du coefficient photoélastique (Tableau 25).

Tableau 25 : Valeur du coefficient photoélastique pour le plan cristallin (001)

Orientation dans le plan	Valeurs Déterminées (Bw)	Valeurs de la littérature [82] (Bw)
0°	14.7	14.22
30°	16	18.06
45°	21	21.55
60°	16	18.6

À partir de ces expérimentations le cisaillement maximal peut être déterminé dans les substrats monocristallins et mono-likes. Au vu des résultats de simulation et des expérimentations, nous pourrions penser que le coefficient photoélastique est dépendant de l'orientation des contraintes dans le plan. Or on remarque que l'orientation cristalline dans le plan est la même que l'orientation des contraintes résiduelles dans les poutres expérimentales utilisées.

Dans le cas des substrats polycristallins la littérature utilise une valeur approchée du coefficient photoélastique. He et al [82] ont fait des essais en flexion quatre points sur plusieurs poutres polycristallines et ont montré que le coefficient photoélastique était approximativement de 20 Bw. Un moyen de s'en assurer sans réaliser d'expériences est d'adapter un principe analytique habituellement utilisé en cristallographie. Il faut cependant connaître le tenseur piézo-optique relatif à la structure cristalline. Dans le cas de la structure diamant, les composantes du tenseur sont données par plusieurs auteurs de la littérature [25] [94] [95]. Comme il est expliqué dans le chapitre I, l'anisotropie du coefficient photoélastique est liée à l'anisotropie mécanique de la structure diamant. Or les propriétés mécaniques sont définies dans la base cristalline (base locale), contrairement au coefficient photoélastique (base globale). Il faut procéder à un changement de base tridimensionnelle. Nous pouvons déterminer l'orientation cristalline à partir d'une expérimentation par diffraction rayon X. La matrice de passage correspondant à l'orientation est calculable. La détermination du coefficient photoélastique se réalise très bien à partir d'un logiciel de calcul formel (Maxima). Plus de détails sur ce point sont donnés dans l'Annexe 10.

La Figure 96 présente les résultats du coefficient photoélastique du plan (100) déterminé par calcul formel et par expérimentation.

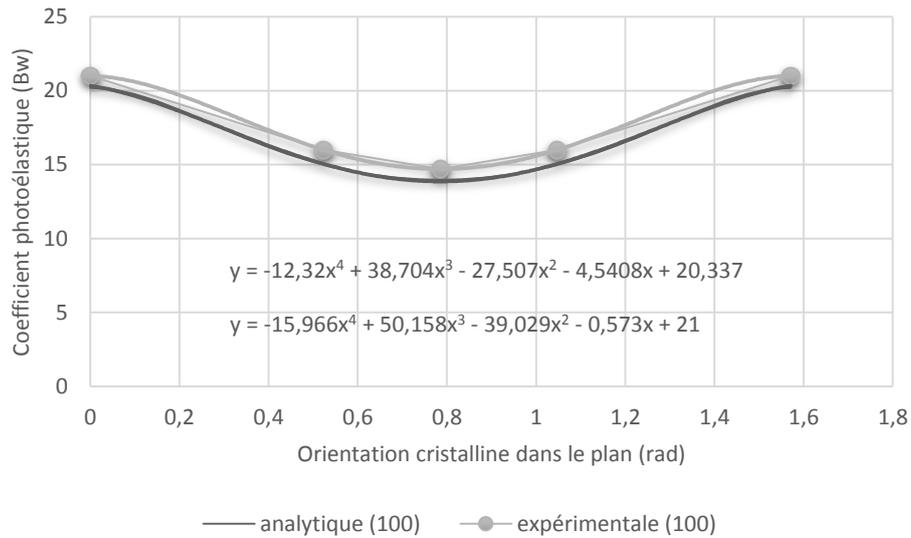


Figure 96 : Comparaison des résultats sur l'anisotropie du coefficient photoélastique déterminé expérimentalement et analytiquement

Les mesures expérimentales et simulées correspondent au calcul analytique. On observe que le coefficient photoélastique dépend de l'orientation cristalline dans le plan ω et non de l'orientation de la contrainte β , comme généralement indiqué dans la littérature [19] [93]. En effet, il est communément admis que l'orientation de la contrainte est la même que l'orientation cristalline. Les résultats obtenus au paragraphe 4.2 le confirment.

En conclusion, on a démontré qu'il était possible de déterminer le coefficient photoélastique pour chaque plan cristallin de différentes façons (expérimentation, simulation, calcul analytique). La façon la plus intéressante à utiliser dépend du cas. En effet, le calcul analytique est utile dans le cas d'une mesure dans les substrats polycristallins. Il faut cependant déterminer l'orientation cristalline par diffraction des rayons X et s'appuyer sur les résultats du tenseur piézo-optique de la littérature. Dans le cas des substrats monocristallins et mono-like, les mesures expérimentales et simulées sont suffisantes. Ici les résultats sont confirmés par le calcul analytique. À partir de ces valeurs de coefficients photoélastiques le cisaillement maximal peut être déterminé dans les substrats. Les résultats sont présentés dans le paragraphe 4.2.

4.2 Détermination des contraintes résiduelles

Afin de répondre au mieux à l'objectif de cette étude (mettre en relation les contraintes résiduelles avec les procédés de fabrication des substrats) plusieurs mesures ont été effectuées dans différents types de substrats. Ces types de substrats n'ont pas subi les mêmes procédés de fabrication (fonderie, abrasion). Ceux-ci ont donc été mis en relation avec les contraintes résiduelles au moyen d'une analyse de chaque type.

Deux types de procédés d'abrasion sont étudiés. Ils ont déjà été présentés dans le paragraphe 1.2.3 (découpe au fil diamanté et par slurry). Ces deux types de découpe ont transformé les briques de silicium en substrats (wafering). Les briques proviennent de lingots monocristallins, polycristallins et mono-likes. Ainsi six types différents de substrats sont étudiés.

Afin de ne pas conclure hâtivement, plusieurs substrats ont été examinés pour chaque type de fabrication. Parmi ces six types, des substrats proviennent de la même brique et d'autres non. Le tableau suivant récapitule les différentes mesures réalisées :

Substrat découpe	monocristallins	Mono-likes	polycristallins
Slurry	2 briques (notées A et B) (au moins 4 substrats)	1 brique (notées A et B) (4 substrats)	2 briques (notées A et B) (au moins 4 substrats)
diamant	2 briques (notées C et D) (au moins 4 substrats)	1 brique (notées C et D) (4 substrats)	2 briques (notées C et D) (au moins 4 substrats)

Seuls quelques substrats mono-likes ont été analysés. Ils provenaient de la même brique. Dans tous les cas, la position de la brique dans le lingot n'est pas connue. Cela signifie que les résultats obtenus pour les différentes briques ne peuvent pas être reliés à une position de la brique durant les procédés de fabrication. Avoir un suivi de tous les substrats étudiés serait complexe mais pourrait offrir des perspectives intéressantes.

4.2.1 Substrats monocristallins

Tous les substrats monocristallins étudiés sont composés d'un seul grain cristallin de plan (001) et sont obtenus par tirage Czochralski. La différence majeure de fabrication entre ces substrats provient du procédé d'abrasion. Les substrats monocristallins présentés ont subi une découpe au fil diamanté ou par procédé slurry.

Les résultats pour les substrats découpés au fil diamanté sont présentés par la Figure 97 et la Figure 98. Ces substrats proviennent de deux briques différentes. Les stries produites par la découpe au fil diamanté (ici verticale) sont visibles sur les cartographies. Le cisaillement maximal est calculé à partir du coefficient photoélastique déterminé pour le plan (100). Dans ces deux substrats les valeurs du cisaillement maximal sont comprises entre 2.5 et 8 MPa. Leur répartition dépend de la brique dans laquelle les substrats ont été découpés. Deux substrats de la même brique ont une répartition similaire des valeurs de cisaillement maximal.

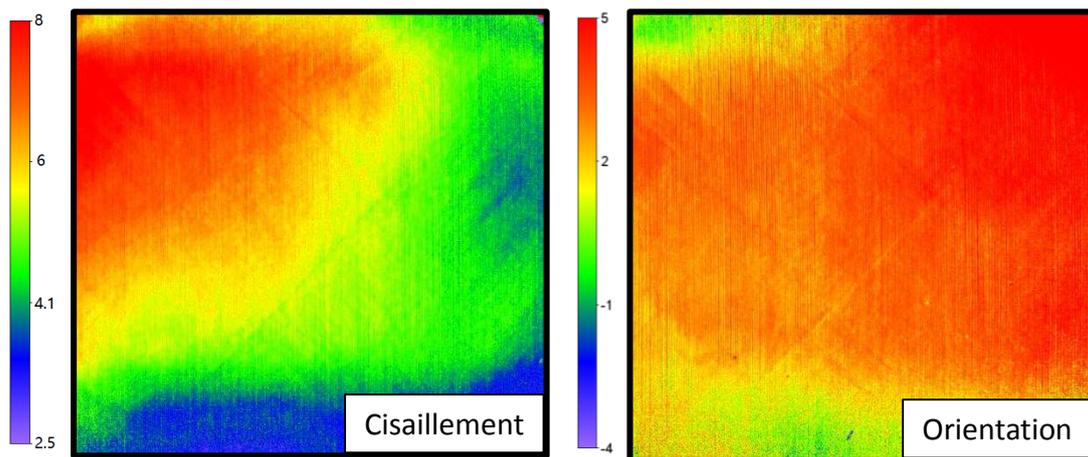


Figure 97 : Valeurs (MPa) et orientation ($^{\circ}$) du cisaillement maximal dans un substrat monocristallin [001] découpé au fil diamanté (Brique A)

Dans tous les substrats étudiés, une orientation de contraintes est toujours privilégiée. Ici les substrats de la brique A et B (Figure 97 et Figure 98) ont des contraintes orientées à environ 0° . Dans le premier substrat des stries à 45° apparaissent. Les variations d'orientation restent toujours du même ordre de grandeur (environ 5°) dans tous les substrats étudiés provenant des mêmes procédés de fabrication. Cela induit que la prise en compte de l'anisotropie du coefficient photoélastique en fonction de l'orientation de la contrainte n'a que peu d'intérêt si on connaît la valeur approximative du coefficient photoélastique. La différence entre un calcul avec ou sans cette variation du coefficient est illustrée en Annexe 11.

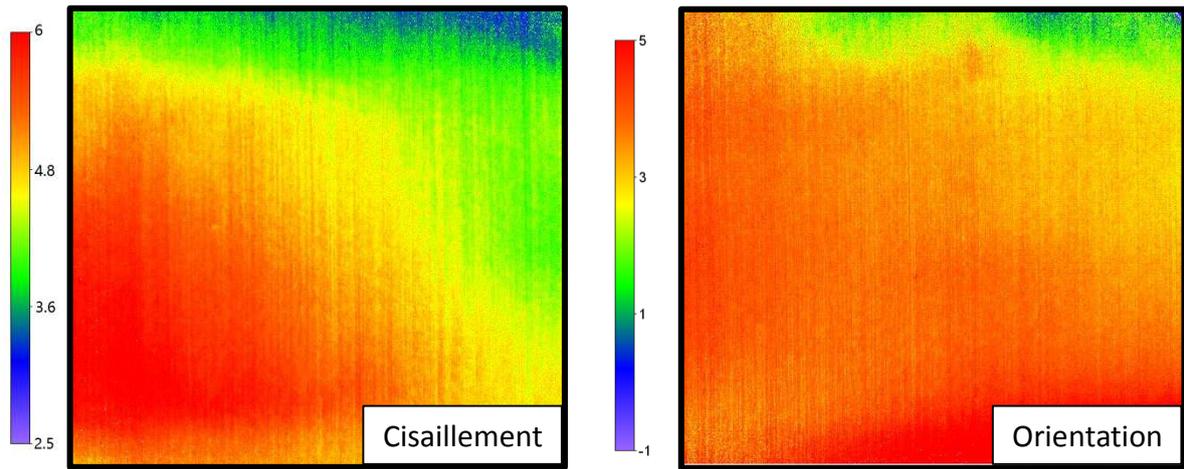


Figure 98 : Cisaillement maximal (MPa) et son orientation ($^{\circ}$) dans un substrat monocristallin [001] découpé au fil diamanté (Brique B)

Les résultats pour les substrats obtenus par découpe slurry sont présentés dans la Figure 99. L'état de surface rugueux est visible sur la cartographie des orientations de contrainte. C'est moins visible sur la cartographie du cisaillement maximal. La valeur du cisaillement maximal moyen est du même ordre de grandeur que celles des substrats présentés précédemment (Figure 97 et Figure 98) (environ 6 MPa). Les valeurs minimale (2.5 MPa) et maximale (7.5 MPa) se situent toujours sur les bords, comme dans le cas des substrats découpés au fil diamanté. La répartition des valeurs de cisaillement maximal est quasiment similaire pour les substrats provenant de la même brique. C'est aussi le cas pour les substrats de la seconde brique étudiée.

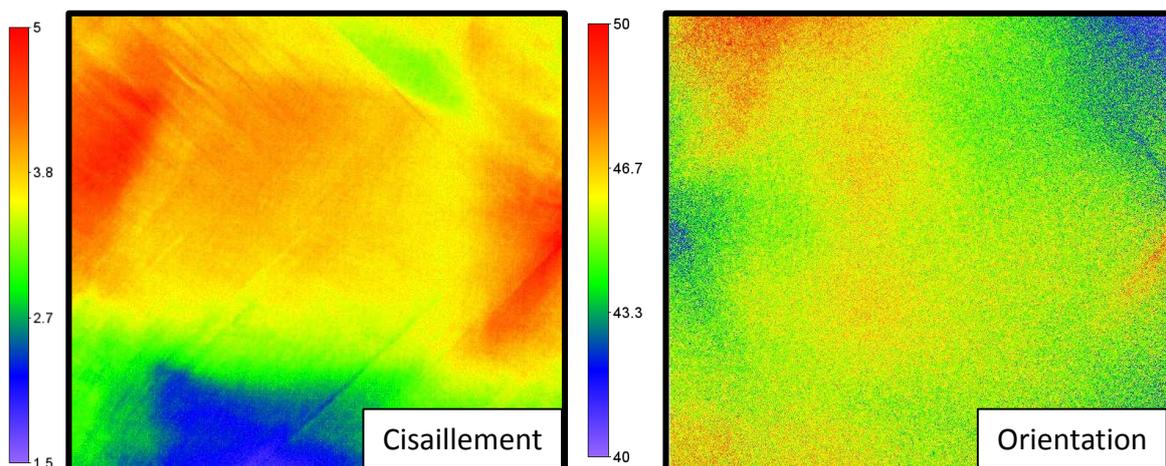


Figure 99 : Valeur (MPa) et orientation ($^{\circ}$) du cisaillement maximal dans un substrat monocristallin [001] découpé par procédé slurry

Dans le cas du substrat présenté dans la Figure 99, les valeurs maximale et minimale du cisaillement se situent en deux points opposés bien précis, sur les bords gauche et droit. Ces points ajoutent une valeur de cisaillement de 1.5 MPa environ. L'origine de ce phénomène est inconnue et ponctuelle. Il est possible que le substrat ait subi des détériorations durant sa manipulation. Ce sont peut-être des amorces de fissures. Dans le cas des orientations des contraintes, tous les substrats étudiés ont une orientation des contraintes privilégiée à environ 45°. Il y a peu de variation d'orientation (10° environ).

L'analyse des performances du dispositif expérimental nous permet de conclure sur les incertitudes de mesure des cartographies ci-dessus (Figure 99). Les résultats ont une incertitude de mesure entre 0.6 et 0.4 MPa, soit environ 6,25% d'erreur lorsque l'on utilise la méthode développée avec 160 images puisque le cisaillement maximal se situe entre 2 et 8 MPa (1/300^{ème} et 1/35^{ème} de frange) pour tous les substrats présentés.

Dans le cas de la détermination des orientations des contraintes par minimisation, nous pouvons estimer que l'erreur de mesure est de l'ordre de 5 à 10° minimum. Ces incertitudes sont très grandes au vu des petites variations des orientations des contraintes. D'ailleurs on remarque que les valeurs du cisaillement maximal sont quasiment nulles au bas de la cartographie de la Figure 97. En conséquence, la valeur des orientations est fortement bruitée (elle évolue sur toute l'échelle).

Le dispositif nous permet donc de mesurer les contraintes résiduelles dans les substrats monocristallins. Pour autant la mise en relation des procédés de fabrication avec les contraintes résiduelles reste complexe car il est difficile de déterminer la part des contraintes induites par le procédé de tirage ou les procédés de découpe. En effet, dans tous les cas présentés rien ne permet de distinguer les contraintes respectives. C'est pourquoi une dernière étude est nécessaire.

La Figure 100 présente les résultats obtenus sur un substrat réalisé par tirage Czochralski, ayant subi un polissage mécanique. Les valeurs du cisaillement maximal mesurées sont beaucoup plus faibles que dans les cas présentés ci-dessus (Figure 97, Figure 98 et Figure 99). Les contraintes sont tellement faibles que nous sommes à l'échelle du bruit de la mesure. Donc l'analyse des orientations n'est pas exploitable. La cartographie des orientations des contraintes montre que le signal bruité provient des défauts optiques du montage présenté dans le chapitre III et non des contraintes.

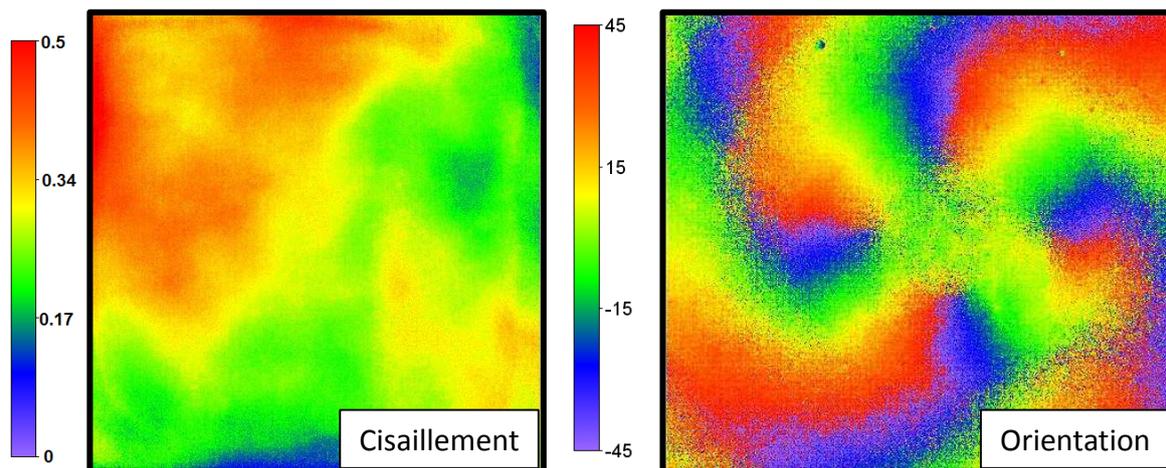


Figure 100 : Valeur (MPa) et orientation ($^{\circ}$) du cisaillement maximal dans un substrat monocristallin [001] poli mécaniquement

La technique d'analyse utilisée induit des erreurs de mesure aussi grandes, voire plus, que les valeurs mesurées (0.33 MPa). Ici le coefficient photoélastique utilisé pour déterminer le cisaillement maximal n'est pas dépendant de l'orientation des contraintes car les valeurs déterminées ne sont que du bruit. Un coefficient photoélastique de 17.5 Bw est appliqué au calcul.

4.2.2 Substrats Mono-likes

Les substrats mono-likes étudiés proviennent tous du même procédé de fonderie (solidification dirigée avec germe monocristallin). Ils sont composés de quatre cristaux (100) délimités par des joints de grains. Ces joints de grains suivent l'orientation cristalline dans le plan. Tout comme les substrats monocristallins, les découpes par abrasion influencent la valeur des contraintes résiduelles et leur orientation. C'est pourquoi, deux sortes de substrats sont étudiés (Figure 101 et Figure 102). Les valeurs du cisaillement sont déterminées à partir des valeurs du coefficient photoélastique présentées dans le paragraphe 4.1. Deux briques seulement ont été étudiées (une brique découpée par slurry et l'autre au fil diamanté).

La Figure 101 présente les résultats de contraintes résiduelles dans un substrat mono-like découpé au fil diamanté. Le cisaillement maximal mesuré est en moyenne de 7 MPa. Ces valeurs minimale et maximale sont de 5 et 9 MPa. Elles se situent sur les bords du substrat et au niveau des joints de grains. C'est pour cette raison que les joints sont visibles sur la cartographie du cisaillement maximal.

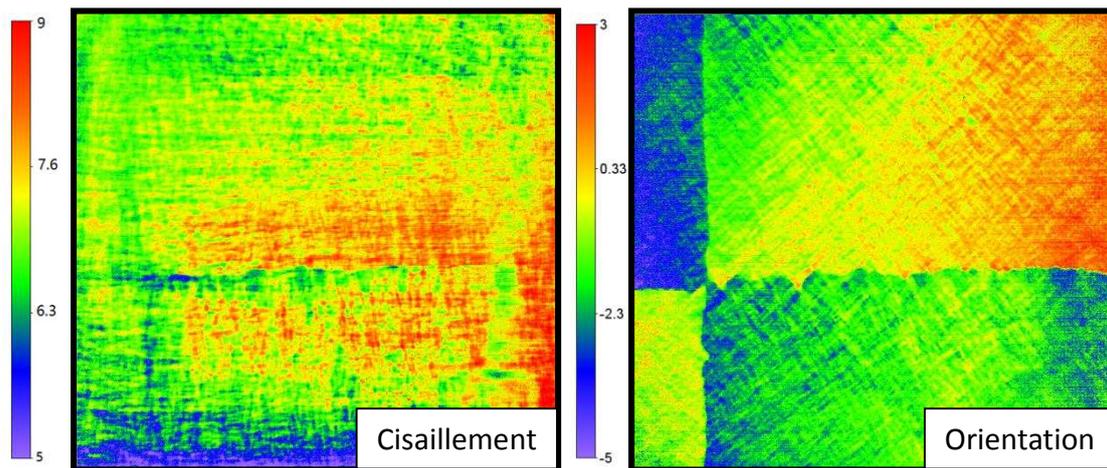


Figure 101 : Valeur (MPa) et orientation ($^{\circ}$) du cisaillement maximal dans un substrat mono-like [001] découpé au fil diamanté

On observe que les orientations de contraintes sont fortement influencées par les joints de grains contrairement aux valeurs de cisaillement maximal. C'est pour cela qu'elles sont très visibles sur la cartographie des orientations des contraintes. Par ailleurs l'orientation des contraintes a une direction privilégiée à 0° . Les faibles variations de l'orientation sont liées aux quatre grains qui composent le substrat. Des effets de stries sont aussi visibles sur la cartographie des orientations des contraintes.

Dans le cas des substrats étudiés, découpés par procédé slurry, les résultats sont légèrement différents (Figure 102). Les joints de grains induisent des orientations de contraintes différentes pour deux grains. C'est le cas pour tous les substrats étudiés provenant de la même brique. Deux grains opposés ont une orientation de contrainte d'environ 20° tandis que les deux autres ont une orientation de contrainte à 0° . Cette fois-ci, la variation importante de l'isocline permet de voir l'intérêt de l'utilisation d'un coefficient photoélastique dépendant de l'orientation de la contrainte. La différence de répartition du cisaillement maximal entre un coefficient qui dépend ou non de l'orientation est illustrée dans l'annexe 11.

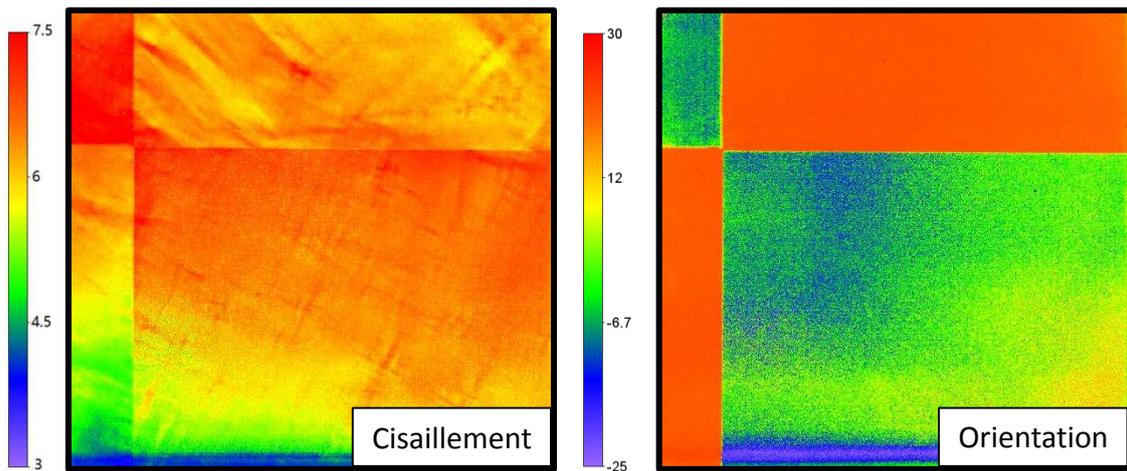


Figure 102 : Valeur (MPa) et orientation (°) du cisaillement maximal dans un substrat mono-like [001] abrasé par slurry

La valeur moyenne du cisaillement maximal (6.5 MPa) est à peu près équivalente à celle des substrats découpés au fil diamanté (7 MPa). La répartition des contraintes est plutôt homogène. Les valeurs minimale (3 MPa) et maximale (7.5 MPa) se situent au niveau des bords et sur les joints de grain. Des croix de cisaillement plus intenses sont visibles à certains endroits très localisés. Ces endroits sont répartis sur toute la cartographie. La valeur la plus grande du cisaillement maximal (7.5 MPa) se situe tout de même à l'interface des joints de grains. Au bas de la cartographie, nous remarquons que le cisaillement maximal est très faible (bien en dessous de 1 MPa). Cela induit que le calcul des orientations des contraintes est fortement bruité à ce niveau-là. Ce phénomène est d'ailleurs visible sur la cartographie des orientations des contraintes.

Quant aux incertitudes de mesure, celles induites par le dispositif sont de l'ordre de 0.4 MPa, soit une erreur de 4.4% pour le calcul du cisaillement maximal. Dans le cas des orientations de l'isocline, l'incertitude de mesure est de l'ordre de 8°. Ces 8° correspondent aux valeurs minimale et maximale de la cartographie des orientations des contraintes.

4.2.3 Substrats polycristallins

L'analyse des substrats polycristallins est plus complexe car l'agencement des orientations cristallines est aléatoire. Deux sortes de substrats polycristallins sont présentées : tous proviennent d'une solidification dirigée mais n'ont pas subi le même procédé de découpe. Il faut connaître l'orientation cristalline de tous les grains pour pouvoir déterminer le coefficient photoélastique adapté à la mesure. Pour cela une étude par diffraction rayon X a été réalisée en collaboration avec Philippe Goudeau et Fabien Paumier du département de physique de l'institut PPRIME. On présentera le principe de la mesure avant de traiter les résultats sur les substrats.

4.2.3.1 Principe de détermination des orientations cristallines

Un dispositif DRX (diffractomètre à rayons X) est utilisé pour déterminer les orientations cristallines. Ce dispositif est un diffractomètre XRD3000 4-cercles de marque Seifert dédié à la mesure des textures et des contraintes. Il est équipé d'une source de cuivre ($\text{CuK}\alpha$), d'un collimateur (0,5 mm dans notre cas) et d'un détecteur ponctuel. Il ne permet pas automatiquement de faire des cartographies des orientations (mesures en plusieurs points de l'espace). La mesure de l'orientation cristalline d'un grain dans un substrat polycristallin équivaut à celle effectuée dans un substrat monocristallin. Il est complexe de mesurer les orientations cristallines d'un monocristal par DRX. Par conséquent la mesure a été effectuée sur un échantillon de 50 mm² et seuls quelques grains ont été examinés. Cet échantillon provient d'un substrat polycristallin découpé par procédé slurry (Figure 103).

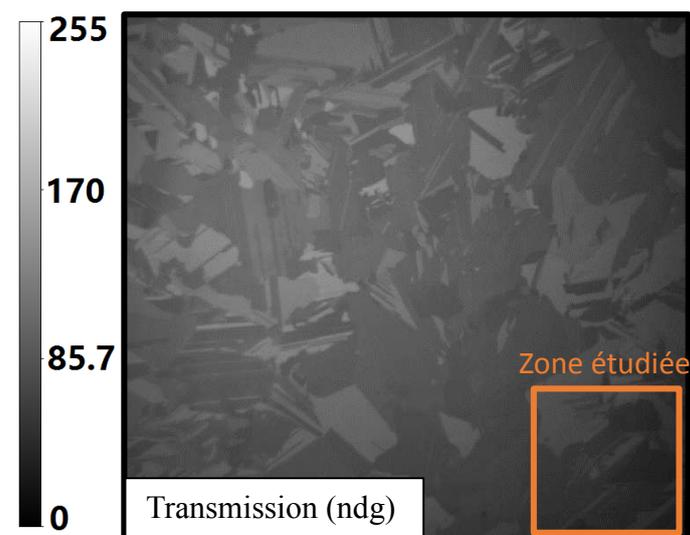


Figure 103 : substrat polycristallin étudié

L'objectif est de trouver les plans cristallins parallèles à la surface par itérations successives. Pour cela, différents plans cristallins connus sont recherchés. L'emplacement du pic de diffraction et son intensité sont les indicateurs cristallographiques utilisés. L'emplacement de ce pic dépend de l'orientation cristalline du grain par rapport au montage (Figure 104).

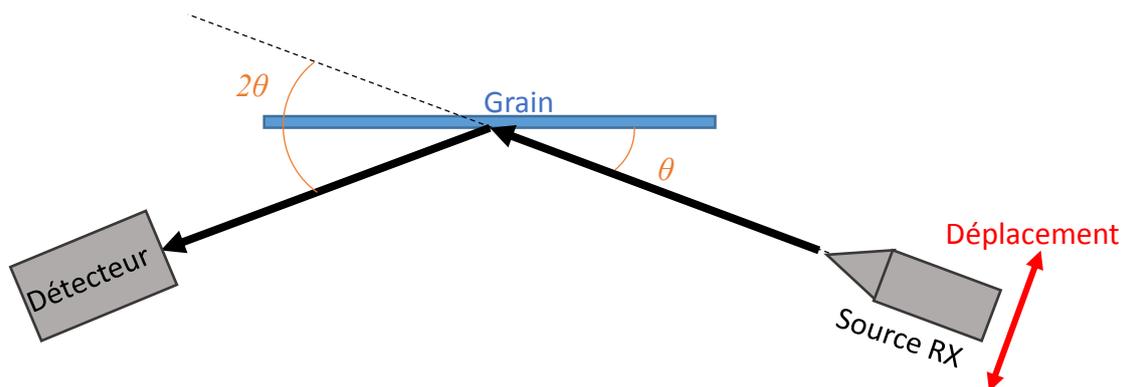


Figure 104 : Principe de mesure par DRX

Un angle θ est défini théoriquement pour chaque plan cristallin. Dans le cas du dispositif utilisé c'est le détecteur et l'échantillon qui tournent par petits incréments de rotation (d'angle θ) pour scanner le point mesuré et déterminer la position du pic (mesures habituellement appelées 2θ). Le tableau suivant énumère quelques emplacements des pics de diffraction dans le cas du silicium (structure diamant).

Tableau 26 : Valeurs angulaires de position de pic de diffraction pour quelques plans cristallins

Plan cristallin	Valeur de θ (°)
(100)	69.132
(220)	47.303
(111)	28.443
(311)	56.122

Expérimentalement, l'information est pertinente si le pic mesuré est de grande amplitude. Sinon ce pic est considéré comme du bruit parasite. Dans le cas de monocristaux, il est nécessaire de réaliser des figures de pôles pour chaque grain. En effet, l'emplacement imprécis de l'échantillon dans le réflectomètre peut empêcher l'utilisateur de déterminer la position du pic recherchée car un monocristal définit un pic de diffraction pour un angle bien précis (quelques centièmes de degré dans les trois dimensions). Il faut donc mettre en rotation le grain dans les trois dimensions de l'espace pour déterminer au mieux l'emplacement du pic.

Cela signifie qu'il faut faire une mesure $\theta 2\theta$ pour chaque position χ et Ψ dans l'espace de l'échantillon (Figure 105).

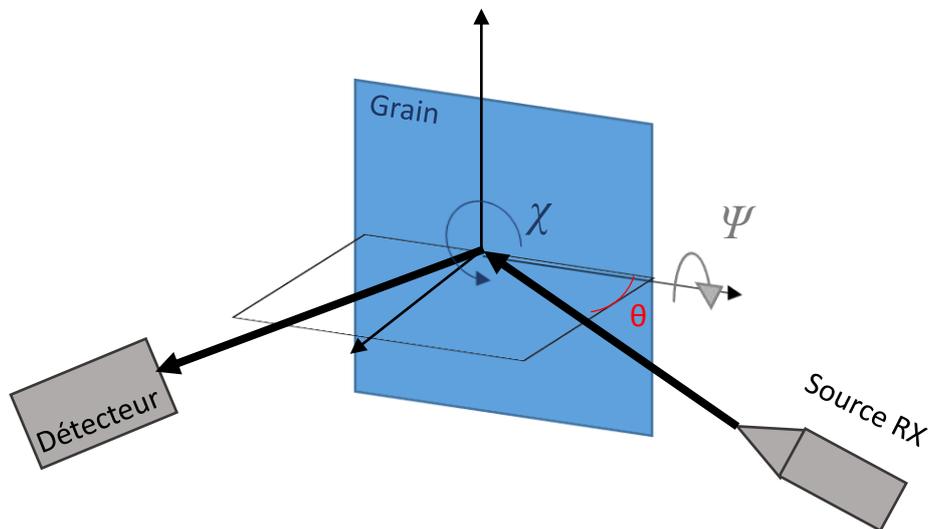


Figure 105 : Principe d'une figure de pôle

Ces mesures durent plusieurs dizaines d'heures pour chaque grain, car il est nécessaire de faire des figures de pôles avec des pas angulaires très petits. De plus, certains plans cristallins ne diffractent pas la lumière. L'orientation de certains grains n'a donc pas pu être réalisée. Les résultats trouvés sont définis dans la Figure 106.

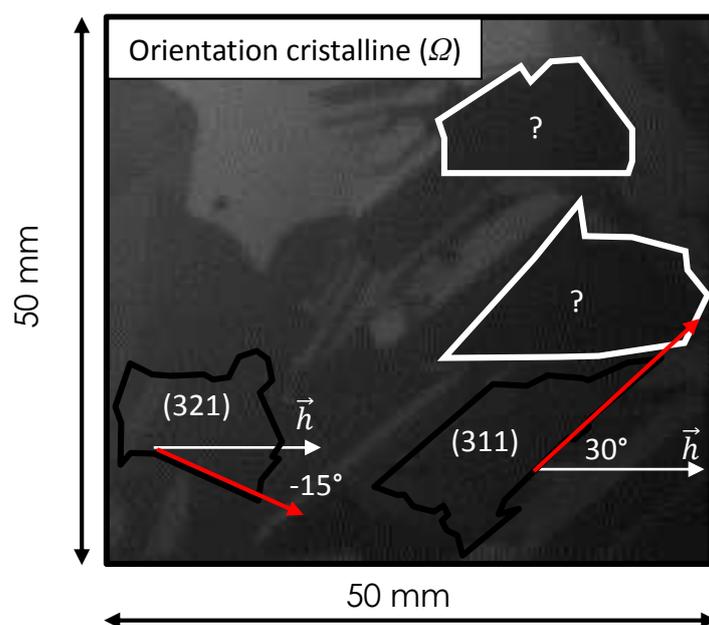


Figure 106 : orientation cristalline mesurée par diffraction rayon X

Pour les grains entourés de blanc, aucun plan cristallin n'a été trouvé. Seuls deux grains (entourés de noir) ont dévoilé leur plan cristallin (321) et (311). Les flèches rouges indiquent les orientations cristallines dans le plan par rapport à l'horizontale \vec{h} . Ces orientations suivent les bords rectilignes du grain. Les cartographies du retard de phase et de l'orientation des contraintes obtenues par photoélasticité sont présentées dans la Figure 107.

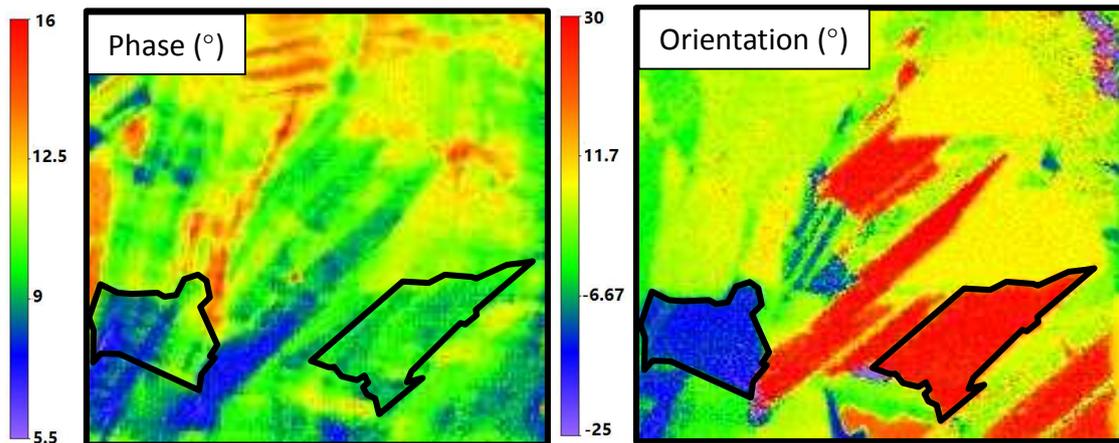


Figure 107 : Retard de phase (°) et orientation (°) des contraintes principales dans l'échantillon analysé par DRX

Les grains ne sont pas très visibles sur la cartographie du retard de phase. Ils le sont beaucoup plus sur la cartographie des orientations des contraintes. D'ailleurs, on remarque que pour les grains étudiés, l'orientation cristalline dans le plan correspond à l'orientation des contraintes déterminée par photoélasticité. Pour les deux autres grains dont l'orientation cristalline n'a pas pu être déterminée, l'orientation des contraintes est équivalente (4°). D'ailleurs ces grains ont un joint de grain rectiligne orienté à 0°. À partir de ces informations les coefficients photoélastiques peuvent être déterminés pour chacun des grains à partir de la méthode analytique proposée précédemment (paragraphe 4.1). Le cisaillement maximal déterminé est illustré dans la Figure 108-A. Le grain (311) a environ un cisaillement maximal de 4 MPa. Dans le cas du grain (321), le cisaillement est plus faible (3 MPa). La Figure 108-B représente le cisaillement maximal déterminé à partir d'un coefficient photoélastique global déterminé par la littérature [93]. Le coefficient photoélastique est évalué à 20 Bw.

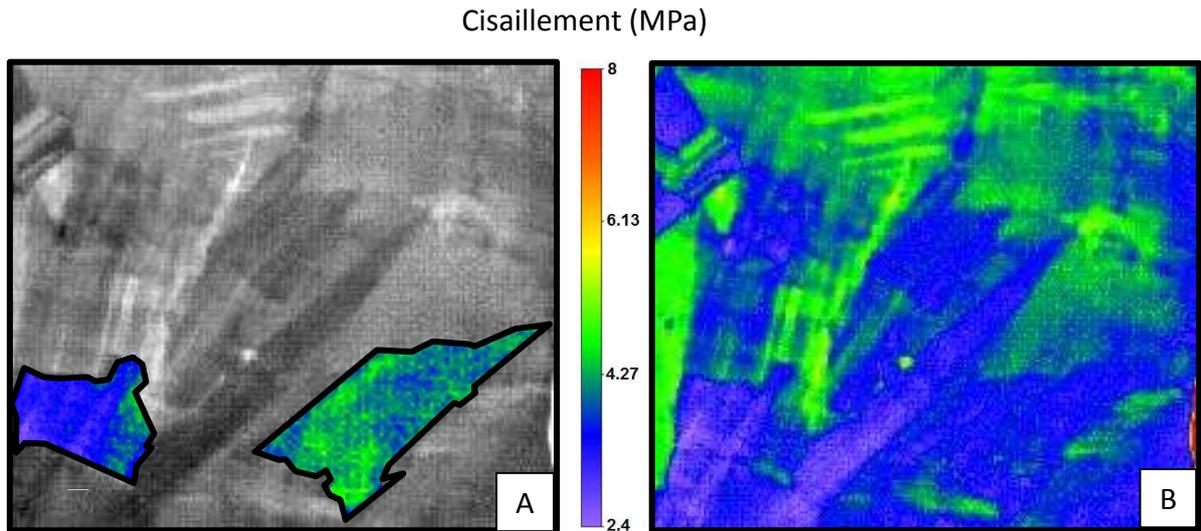


Figure 108 : cisaillement maximal (MPa) déterminé par coefficient photoélastique précis et coefficient approximatif

Il existe une différence de 1 à 2 MPa environ entre les valeurs du cisaillement maximal déterminées à partir d'un coefficient photoélastique adapté et les valeurs pour un coefficient de 20 Bw. Pour ces orientations (321) et (311) une erreur de 20% est introduite si les variations du coefficient photoélastique sont négligées. Or il est vrai que le procédé thermique dirige la croissance des grains. Ils ont donc tous une orientation cristalline privilégiée à peu près équivalente. L'erreur introduite serait de l'ordre de 3 MPa même s'il y avait un grain de plan cristallin (100). Cet aspect est illustré par la Figure 109.

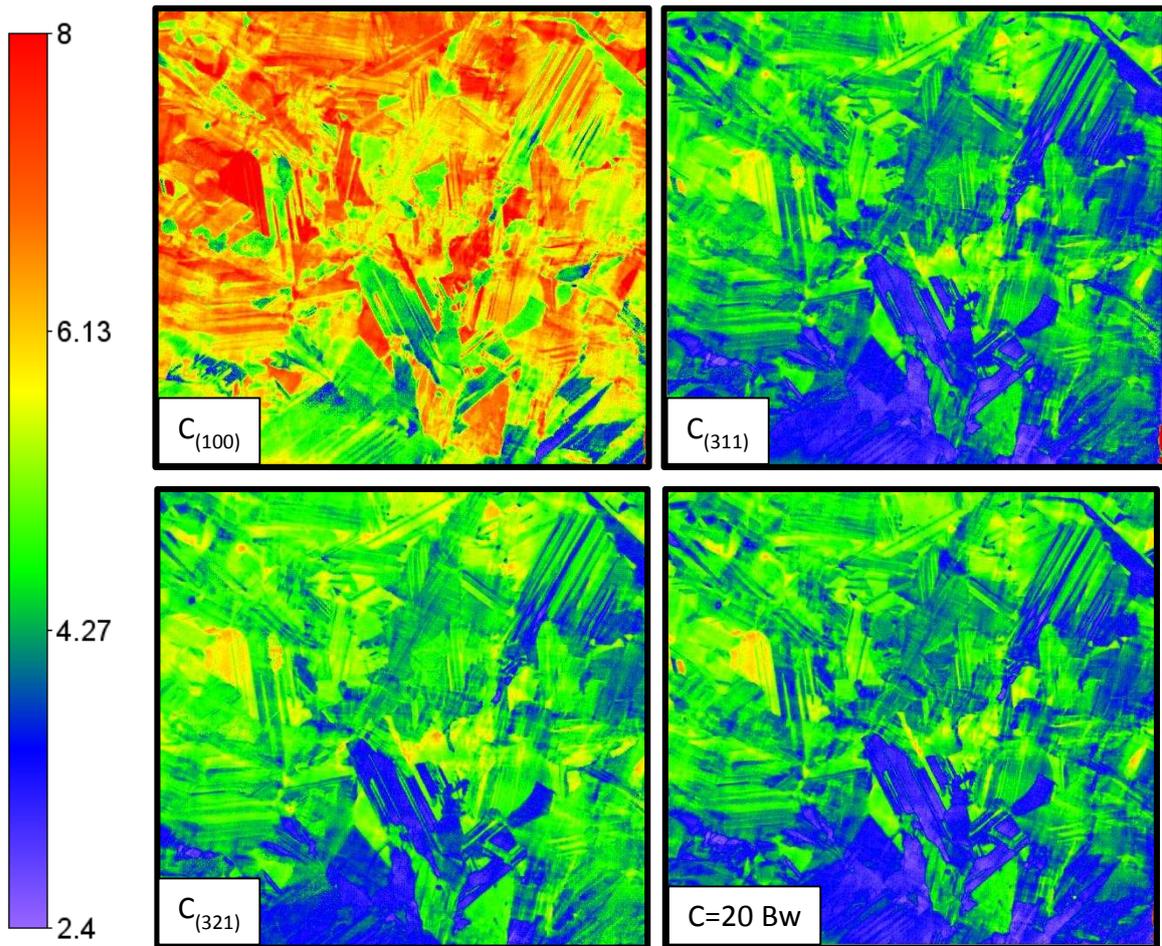


Figure 109 : Valeur du cisaillement maximal (MPa) en fonction du coefficient photoélastique dans un substrat polycristallin découpé par procédé slurry

Si on veut déterminer avec précision les valeurs des contraintes résiduelles dans les substrats polycristallins on doit tenir compte de l'orientation cristalline de chaque grain. Cela nécessite de scanner les substrats polycristallins par DRX pour déterminer les coefficients photoélastiques adaptés à chaque grain. Pour cela il faut disposer d'un équipement très important. Sans cet équipement on peut tout de même déterminer avec assez de précision les valeurs de cisaillement maximal : cela introduit une incertitude de mesure de l'ordre de 1 à 2 MPa n'empêchant pas de quantifier les contraintes résiduelles dans les substrats polycristallins.

Pour la suite de l'étude des substrats polycristallins, un coefficient de 20 Bw est appliqué au calcul, maintenant que l'incertitude de mesure qu'il génère est quantifiée. Il est probable que le coefficient photoélastique varie de plus ou moins 5 Bw. Il permet tout de même de définir l'ordre de grandeur des contraintes résiduelles. Les résultats obtenus (valeurs et répartition du cisaillement maximal) sont approximativement équivalents, même si l'incertitude de mesure du coefficient photoélastique n'est pas prise en compte. C'est pourquoi on présentera dans la suite les résultats obtenus pour les substrats polycristallins découpés par procédé slurry et au fil diamanté.

4.2.3.2 Mesure photoélastique sur les substrats polycristallins

Les cartographies présentées dans la Figure 110 sont relativement semblables à celles présentées en Annexe 11. Ce substrat est aussi découpé par procédé slurry mais il provient d'une brique différente. Tous les substrats étudiés ont aussi des orientations de contraintes privilégiées à 0° . L'échelle de variation des orientations est de plus ou moins 15° . Seuls quelques grains ont une orientation de contrainte particulière (plus ou moins 45°). Cette répartition d'orientation est fortement influencée par les grains et joints de grains. Chaque grain et joint de grains sont visibles sur la cartographie des orientations des contraintes.

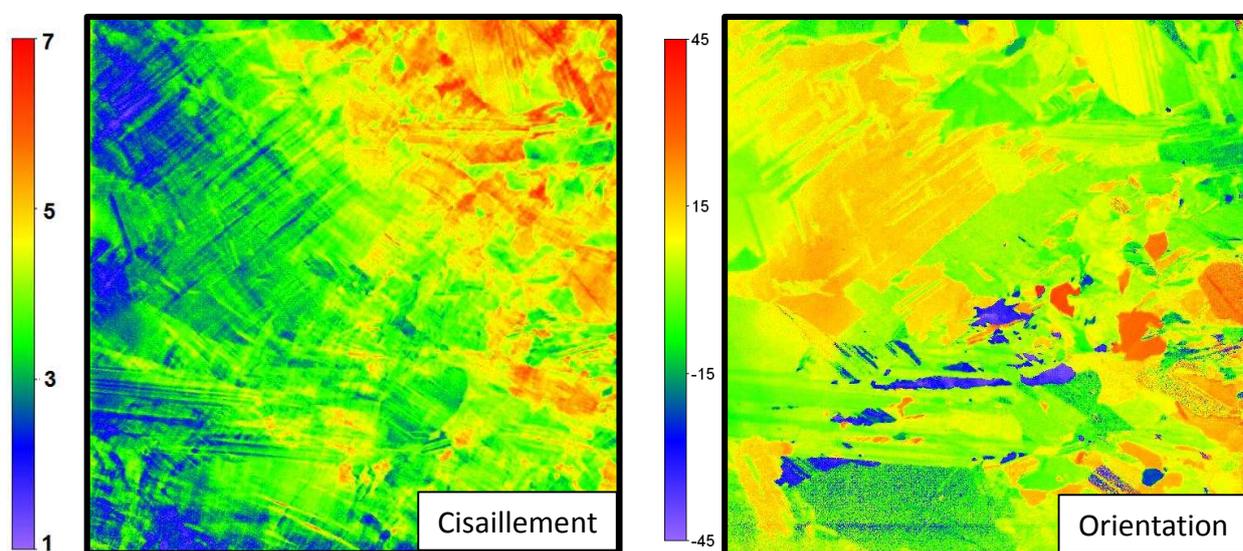


Figure 110 : Valeur (MPa) et orientation ($^\circ$) du cisaillement maximal dans un substrat polycristallin découpé par procédé slurry

Les valeurs du cisaillement maximal sont du même ordre de grandeur que celles déterminées dans le substrat analysé par DRX (paragraphe 4.2.3.1). Le cisaillement maximal est en moyenne égal à 5 MPa lorsqu'un coefficient photoélastique de 20 Bw est utilisé (Figure 110). Sur la cartographie du cisaillement maximal, un gradient ainsi que des stries à 45° sont visibles tandis que les grains le sont moins. L'incertitude de mesure liée au dispositif est de l'ordre de 0.5° au sujet du retard de phase.

Tout comme les substrats découpés par procédé slurry, les substrats découpés au fil diamanté ont aussi des orientations de contraintes privilégiées (Figure 111). Tous les substrats étudiés ont une orientation de contrainte moyenne de 0° . Le peu de variation d'orientation est lié à l'agencement des grains (plus ou moins 5°) et permet de rendre les grains visibles. La

répartition des valeurs des orientations de contraintes suit une loi normale. Quelques grains seulement ont une orientation de contraintes différente de la moyenne.

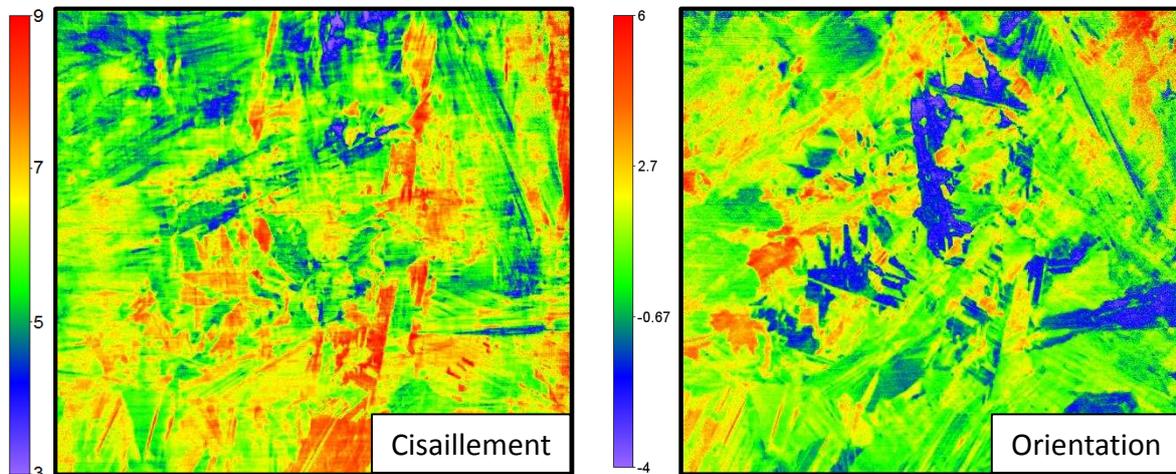


Figure 111 : Valeur (MPa) et orientation ($^{\circ}$) du cisaillement maximal dans un substrat polycristallin découpé au fil diamanté

Dans une brique, les orientations des contraintes sont quasiment équivalentes entre des substrats découpés les uns à la suite des autres. La Figure 112 présente ces résultats. Les variations d'un substrat à l'autre sont de moins de 1° sur une échelle de $\pm 45^{\circ}$, soit des variations de 1%. Elles sont probablement liées aux incertitudes de mesure qui sont de l'ordre de 5° .

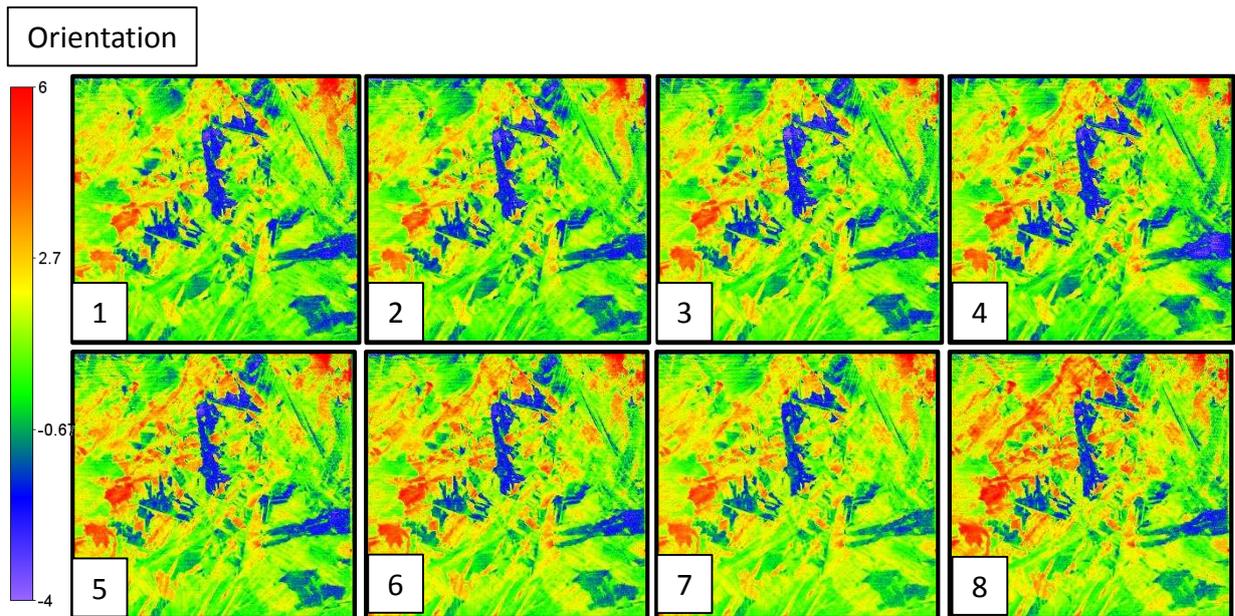


Figure 112 : orientation ($^{\circ}$) des contraintes dans des substrats polycristallins numérotés de 1 à 8 découpés au fil diamanté dans un lingot les uns à côté des autres

À la différence des orientations, un gradient est discernable entre le haut et le bas du substrat. Les valeurs de cisaillement maximal sont relativement équivalentes pour tous les substrats provenant de la même brique, ou d'une autre brique. La Figure 113 présente ces résultats déterminés dans des substrats découpés les uns à la suite des autres. Il n'y a qu'une différence de 0.5° . D'ailleurs l'incertitude de mesure liée au dispositif est de l'ordre de 0.5° .

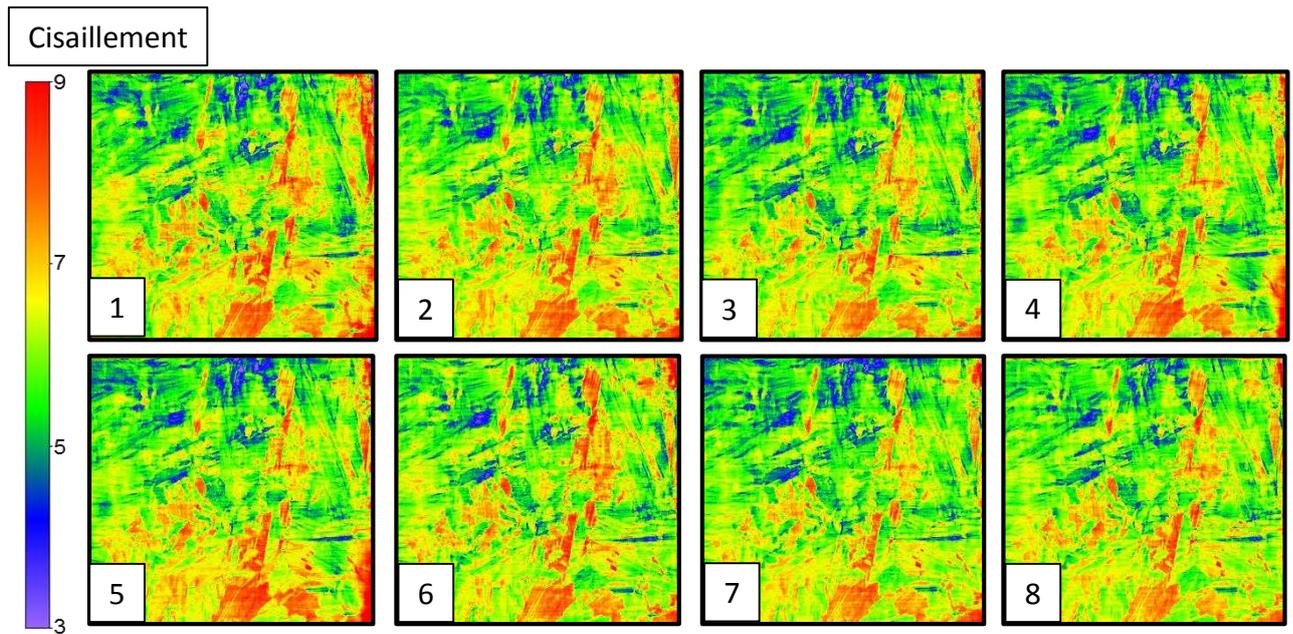


Figure 113 : Valeur du cisaillement maximal (MPa) dans des substrats polycristallins numérotés de 1 à 8 découpés au fil diamanté dans un lingot les uns à côté des autres

4.3 Discussion

Les résultats présentés ci-dessus apportent des informations pertinentes. Leur approfondissement demanderait un travail plus conséquent faisant intervenir d'autres domaines scientifiques comme la mécanique du contact et la thermomécanique. Ce n'est pas l'objectif de cette étude qui se concentre sur la détermination des contraintes résiduelles. Cependant, cette étude pouvant intéresser d'autres travaux de recherche, on va mettre les résultats obtenus ici en relation avec les procédés d'élaboration sous forme de discussion. Auparavant (4.3.1) on rappelle synthétiquement les résultats.

4.3.1 Synthèse des résultats

Les résultats ont été obtenus à partir de plusieurs centaines d'études de substrats qui n'ont pas subi les mêmes procédés de fabrication. Parmi tous les types de substrats étudiés certains proviennent de la même brique et d'autres de briques différentes (Tableau 27). La position de la brique dans le lingot n'est pas connue.

Tableau 27 : Briques étudiées

	Polis miroir	Fil diamanté	slurry
monocristallin	2 briques	2 briques	2 briques
Mono-like	-	1 brique	1 brique
polycristallin	-	1 brique	2 briques

De manière générale, les résultats de valeurs et d'orientation des contraintes sont quasiment similaires entre les substrats provenant de la même brique. Il existe cependant de faibles variations de ces résultats entre les substrats provenant de briques différentes. Les valeurs moyennes des orientations des contraintes résiduelles sont synthétisées dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Valeurs des orientations des contraintes résiduelles principales mesurées dans les substrats provenant de procédés de fabrication différents.

	Polis miroir	Fil diamanté	slurry
Czochralski	<i>indét.</i>	$0^\circ \pm 2^\circ$	$45^\circ \pm 5^\circ$
Solidification dirigée avec germe	-	$0^\circ \pm 4^\circ$	$0^\circ_{-25^\circ} \pm 8^\circ$
Solidification dirigée sans germe	-	$0^\circ \pm 5^\circ$	$0^\circ \pm 10^\circ$

L'intervalle de valeur définit les valeurs minimale et maximale déterminées sur le champ spatial. Pour rappel, les valeurs obtenues pour les substrats monocristallins polis miroirs sont indéterminées. Le Tableau 29 synthétise les valeurs moyennes du cisaillement maximal. L'intervalle de tolérance définit les variations du cisaillement maximal sur les cartographies.

Tableau 29 : Valeur du cisaillement maximal mesuré dans les substrats provenant de procédés de fabrication différents

	Polis miroir	Fil diamanté	slurry
monocristallin	0+0.5 MPa	5 ± 3 MPa	4 ± 2 MPa
Mono-like	-	7 ± 3 MPa	6 ± 2 MPa
polycristallin	-	5 ± 4 MPa	5 ± 4 MPa

De ces tableaux, on conclut que l'orientation des contraintes et la valeur du cisaillement maximal sont fortement influencées par les procédés de fabrication, puisque des différences

existent entre les types de substrats étudiés. La mise en relation de ces résultats avec les procédés d'élaboration est discutée ci-dessous.

4.3.2 Mise en relation des résultats avec les procédés de fabrication

Beaucoup de paramètres entrent en jeu durant la fabrication. Ici, seuls certains d'entre eux sont mis en relation avec les résultats obtenus. Les procédés mécaniques de découpe, la formation des joints de grains et le gradient thermique semblent fortement influents. Ces trois paramètres de fabrication sont ici présentés séparément bien qu'ils soient intrinsèquement liés.

4.3.2.1 Procédés de découpe

Les études sur les substrats monocristallins montrent que ce sont les procédés de découpe qui sont les plus influents. La valeur de cisaillement maximal déterminée est quasiment nulle lorsque les substrats subissent un polissage miroir sur les surfaces. La cartographie des orientations des contraintes confirme le peu de signal récupéré par le dispositif en comparaison des autres mesures. Ce n'est pas le cas lorsque les substrats sont bruts de découpe. Les deux procédés étudiés induisent un cisaillement maximal d'environ 5 MPa. Les valeurs sont réparties sous forme de loi normale. Il n'y a qu'une légère différence de valeur de contraintes résiduelles entre les deux procédés. Le cisaillement maximal est légèrement plus grand lorsque le procédé au fil diamanté est utilisé. Cette conclusion est confirmée pour tous les types de substrats étudiés (monocristallins, polycristallins et mono-like). Il semble que les contraintes résiduelles se situent majoritairement sur les surfaces des substrats. Les aspects de granulosité (générés par le slurry) et de stries (générées par le fil diamanté) sont présents sur les cartographies d'orientation des contraintes.

De plus, la répartition du cisaillement montre que les valeurs minimale et maximale sont toujours éloignées l'une de l'autre (gradient faible) et positionnées sur les bords. En effet, les briques subissent aussi des découpes (squaring et cropping) qui influencent les contraintes sur les bords.

Un autre point confirmant l'importance de la découpe est que l'orientation des contraintes a toujours une direction privilégiée. Certes cette orientation est aussi liée à l'orientation cristalline. Cependant de manière générale, les grains des substrats polycristallins qui ont des orientations cristallines différentes ont tout de même une orientation de contrainte privilégiée semblable à l'orientation du fil de découpe comme en témoignent les stries de découpe. Par ailleurs, il existe une nette différence entre les cartographies d'orientation des substrats polycristallins découpés par procédé slurry et au fil diamanté. Ce dernier point confirme la forte influence des procédés de découpe sur les grains de silicium.

4.3.2.2 Formation des grains et des joints de grains

Les études des substrats composés de plusieurs grains montrent que la formation des grains et des joints de grains a une influence notable sur les contraintes résiduelles. En effet, les gradients maximum du cisaillement, de l'ordre de 1 MPa, se situent au niveau des joints de grains dans les substrats mono-like. Les procédés de solidification dirigée induisent des joints de grains qui sont des lieux de concentration ou de libération de contraintes résiduelles. Les variations ponctuelles risquent d'apporter des défauts locaux dont les conséquences sont importantes.

Bien que la découpe génère des orientations privilégiées, les grains et joints de grains influencent aussi l'orientation des contraintes résiduelles par le biais des orientations cristallines. C'est pourquoi les grains sont visibles sur les cartographies des orientations des contraintes des substrats polycristallins. Ce point est conforté par les résultats obtenus sur les substrats mono-like. En effet, les orientations des contraintes résiduelles sont différentes entre les quatre grains composant le substrat. Ces grains sont tous composés à partir de germes de plans (100). Cependant on observe que ces germes ne sont pas exactement positionnés de la même manière dans le plan. Le positionnement de ces germes dans le creuset est un paramètre important. En effet les joints de grains formés sont différents selon l'orientation cristalline dans le plan ce qui influence les contraintes résiduelles.

Dans le cas des substrats polycristallins, il est plus difficile de déterminer l'influence de la formation des grains et des joints de grains sur les contraintes résiduelles car l'anisotropie mécanique joue aussi un rôle. Celle-ci dépend du procédé de croissance cristalline dirigée qui est lui-même influencé par le gradient thermique appliqué durant la fabrication des lingots polycristallins.

4.3.2.3 Gradient thermique

La croissance dirigée génère des orientations cristallines de grains qui sont en partie maîtrisées. Le comportement mécanique induit n'est donc pas aléatoire³⁸ entre les différents grains (d'où le fait d'utiliser un coefficient photoélastique général). Ce procédé tend à diminuer les variations de contraintes résiduelles. Cependant la solidification dirigée doit induire un gradient de température pour obtenir la croissance dirigée. Ce gradient est visible sur les cartographies de cisaillement des substrats polycristallins. La différence de cisaillement

³⁸ C'est pour cette raison que les orientations cristallines mesurées par DRX pour les deux grains sont quasiment équivalentes.

maximal est répartie uniformément et elle est de l'ordre de 1 MPa (différence entre les deux valeurs extrêmes opposées).

Des défauts locaux liés aux gradients thermiques apparaissent dans les substrats monocristallins. Ils se présentent sous la forme de traits le long des orientations cristallines [110], c'est-à-dire à 45° du plan horizontal [100] (Figure 97 et Figure 99). Dans le cas d'une structure cubique, les dislocations sont connues pour suivre cette orientation. Par ailleurs il est intéressant de constater des variations de contraintes dans un seul grain.

Des grains n'ont pas les mêmes orientations de contraintes résiduelles que les autres dans certains substrats polycristallins. Il est possible que ces grains n'aient pas suivi la croissance dirigée. Ils peuvent avoir une orientation cristalline légèrement différente. Cela induirait donc que ces grains ont un comportement mécanique différent durant la découpe. Celle-ci génère des contraintes plus fortes ou plus faibles à leur niveau. La valeur générée est de l'ordre de 1 MPa.

4.4 Conclusion du chapitre IV

Ce dernier chapitre a présenté les paramètres déterminés par le dispositif expérimental (cisaillement maximal et orientation d'une des contraintes principales) dans les substrats de silicium cristallin. Pour arriver à ce résultat, le coefficient photoélastique a été au préalable déterminé. L'étude de ce paramètre a été réalisée de manière expérimentale et simulée pour le plan cristallin (100). Afin de déterminer les coefficients photoélastiques pour certains grains composant un substrat polycristallin, une étude analytique a été réalisée. La prise en compte de l'anisotropie mécanique n'est pas forcément nécessaire dans la plupart des cas de substrats étudiés. En effet, les orientations de contraintes et cristallines sont quasiment les mêmes. Les variations du coefficient photoélastique dans le plan n'ont que peu d'influence sur les résultats dans le cas des substrats monocristallins et mono-like de plan (100).

Trois types de substrats ont été étudiés (monocristallins, polycristallins et mono-like) provenant de trois procédés de fonderie. Ce choix d'analyser un maximum d'échantillons a permis de comprendre certains phénomènes mis en jeu durant la fabrication. C'est grâce à ces multiples analyses que nous pouvons conclure de manière générale que les contraintes résiduelles dans les substrats de silicium solaire ont des valeurs de cisaillement maximal de l'ordre de 0 à 8 MPa. Ces contraintes résiduelles sont fortement orientées. Elles dépendent de l'orientation cristalline et de l'orientation de la découpe.

Tous les procédés sont liés et il reste difficile de dissocier leurs influences. Cependant à partir des résultats nous pouvons conclure que ce sont les procédés de découpe et d'orientation cristalline qui influencent le plus les contraintes résiduelles. Les valeurs de cisaillement induites par ces procédés sont estimées à environ 5 MPa. Le procédé thermique de Czochralski génère un cisaillement très faible (moins de 0.4 MPa). C'est différent pour les procédés de solidification dirigée car ils engendrent des joints de grains qui sont des lieux locaux de concentration de contraintes résiduelles. De plus la solidification dirigée induit un gradient de contrainte global de l'ordre de 1 MPa et le comportement de certains grains est différent. Ce phénomène est lié à l'orientation cristalline et aux procédés de découpe. En effet, ces derniers génèrent des niveaux de contraintes résiduelles en fonction du comportement mécanique des grains. Le Tableau 30 présente une mise en relation des valeurs de contraintes résiduelles avec les procédés :

Tableau 30 : Valeur du cisaillement maximal induit par les procédés de fabrication

Procédé Fonderie		Procédé abrasion	
Czochralski	≈ 0.4 MPa	Polis miroir	≈ 0 MPa
Solidification dirigée avec germe	≈ 1 MPa	Fil diamanté	≈ 4 MPa
Solidification dirigée sans germe	≈ 1 MPa	slurry	≈ 5 MPa

5 Conclusion générale

L'objectif principal de cette étude est de déterminer les valeurs du cisaillement maximal ainsi que l'orientation d'une des contraintes principales dans différents types de substrats et dans différentes briques. Pour cela, la photoélasticimétrie a été choisie et mise en œuvre (conception et réalisation d'un dispositif et de techniques d'analyse). Plusieurs types de substrats (monocristallins, mono-like et polycristallins) ont été étudiés. La détermination des contraintes résiduelles dans ces différents types de substrats permet de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu durant la fabrication. La littérature s'est intéressée seulement aux substrats polycristallins en laissant de côté les autres types, qui sont cependant riches en informations. Plusieurs centaines de substrats ont pu être étudiés durant ce travail de recherche grâce à la facilité d'utilisation et à l'automatisation des deux dispositifs réalisés. Ils ont été développés pour être implémentés dans le laboratoire et au CEA.

Les solutions techniques choisies (source froide, polariscope en lumière diffusée...) ont permis de réaliser un montage adapté à la détermination des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium sans pour autant utiliser un équipement complexe et coûteux. Ce sont des solutions originales qui composent le dispositif spécifiquement développé pour l'analyse des paramètres photoélastiques dans les substrats de silicium cristallin. Il a été largement utilisé et éprouvé durant toute l'étude.

En plus de ces choix techniques, le dispositif est doté de nouvelles méthodes d'analyse. L'utilisation d'un compensateur de Bravais comme étalon est proposée pour qualifier le montage et les nouvelles techniques. Les méthodes classiques de la littérature utilisées habituellement ont aussi été évaluées dans cette situation particulière (retard de phase faible). Cette évaluation a montré que les techniques développées ici sont les plus adaptées à notre étude car l'extraction du paramètre isochrome est indépendante de la valeur de l'isocline qui est source d'erreurs. De plus, la précision sur les paramètres photoélastiques est améliorée par l'utilisation d'un grand nombre de configurations grâce à la totale automatisation du dispositif et de l'analyse.

Outre le banc de photoélasticité, différents équipements ont été utilisés pour acquérir des informations pertinentes sur les substrats. Par exemple, la méthode de suivi de marqueur est utilisée pour déterminer le comportement mécanique du silicium ou encore analyser le mécanisme du dispositif. Des mesures par diffraction des rayons X ont été réalisées pour déterminer l'orientation cristalline. C'est un paramètre important pour déterminer précisément le coefficient photoélastique de chaque grain. La littérature accorde beaucoup d'importance à ce coefficient qui dépend de l'orientation cristalline et dont les valeurs ont d'abord été déterminées par des mesures expérimentales couplées à des simulations numériques. Il est difficile de les caractériser précisément par ces méthodes car les contraintes résiduelles et les orientations cristallines influencent les résultats. Cependant les valeurs obtenues ont été comparées à des calculs analytiques et concordent avec les valeurs du coefficient photoélastique

de la littérature³⁹. De cette étude il ressort que la connaissance exacte des valeurs du coefficient photoélastique ne sont que relativement importantes. En effet, dans les substrats monocristallins et mono-like les orientations cristallines sont orientées suivant une seule direction et dans le cas des substrats polycristallins, la croissance dirigée permet d'obtenir des grains avec des orientations cristallines relativement proches. La simplification par un unique coefficient photoélastique est intéressante surtout dans le cas d'applications industrielles car cela permet d'avoir des résultats rapidement et de pouvoir faire des études comparatives en sortie de chaîne de fabrication.

On peut conclure que les paramètres de contraintes (cisaillement maximal et orientation d'une des contraintes principales) obtenus sont significatifs. Une réflexion a été menée pour mettre en relation les contraintes déterminées avec les procédés de fabrication. Quelques particularités de résultats ont été discutées et interprétées (dislocations, concentration de contraintes au niveau des joints de grains, gradient thermique,...). Ainsi les défauts globaux sont induits par les procédés de découpe ou par le gradient thermique tandis que les contraintes locales se situent au niveau des joints de grains ou au niveau des bords des substrats. Les contraintes locales semblent les plus néfastes car elles génèrent un fort gradient en comparaison des contraintes globales qui sont réparties de manière homogène sur les substrats. Ces contraintes sont autant induites par les procédés de fonderie que par les procédés de découpe. De manière générale, ce sont les procédés de découpe qui induisent le plus de cisaillement et ce n'est pas surprenant puisque c'est l'unique phénomène mécanique mis en jeu durant la fabrication. Les procédés thermiques sont moins influents. Le procédé de Czochralski constitue des lingots monocristallins connus pour leurs qualités mécaniques (peu d'impuretés). Il paraît évident que les défauts cristallins sont peu nombreux ou d'amplitude faible sinon les défauts causeraient des modifications de l'agencement de la structure théoriquement organisée⁴⁰. Les résultats ont montré que ce n'est pas le cas dans les substrats obtenus par croissance dirigée (mono-like et polycristallins). Les joints de grains jouent un rôle plus important car ils sont des lieux de concentration ou de libération de contraintes résiduelles, phénomène bien visible dans les résultats obtenus en photoélasticité.

Les cartographies des orientations de contraintes résiduelles dans les substrats de silicium n'apparaissent pas dans la littérature. Pourtant ces cartographies apportent des informations pertinentes sur les contraintes résiduelles. Par exemple, on observe que les orientations des contraintes résiduelles suivent l'orientation cristalline. L'agencement de la structure cristalline ordonnée est connu pour bloquer ou relaxer les contraintes dans une direction privilégiée qui est celle de l'orientation cristalline.

En conclusion, les éléments de discussion apportés durant l'étude ouvrent sur de nouvelles perspectives de travaux de recherche liés aux contraintes résiduelles dans les

³⁹ Il est intéressant de voir que les variations du coefficient photoélastique ressemblent aux variations du module d'élasticité.

⁴⁰ C'est d'ailleurs pour cette raison que lorsque l'on applique un clivage sur un substrat monocristallin obtenu par Czochralski, celui-ci se propage linéairement allant d'un bout à l'autre des bords du substrat sans rencontrer de défauts particuliers à l'échelle de visualisation.

substrats. En effet, l'étude complète requiert des compétences dans différents domaines car les procédés thermiques de croissance et de découpe par abrasion induisent des contraintes intrinsèquement liées, de tous niveaux (I, II et III)⁴¹ et de plusieurs sortes. Cette étude accompagne les améliorations apportées aujourd'hui aux procédés de fabrication. À partir de ces résultats on comprend pourquoi des recherches avancées se concentrent sur les procédés de découpe. Ces procédés sont des sources importantes de détérioration des substrats et des lingots. La méthode de mesure proposée pourrait alors aider ces recherches. En effet, dans le PV peu de méthodes permettent de déterminer des champs spatiaux d'informations sur les substrats de cette taille. Par exemple, la mesure du paramètre isocline donne indirectement des informations sur les orientations cristallines, point complexe dans la caractérisation des substrats. La corrélation qu'il y a entre l'orientation des macles et la valeur de l'isocline est un exemple typique montrant que l'analyse de l'isocline est fortement liée à l'orientation cristalline. La photoélasticité est de plus relativement facile et rapide à mettre en place dans une chaîne de caractérisation ou de fabrication lorsque l'on connaît son fonctionnement et ses blocages techniques.

Enfin l'étude réalisée ouvre plusieurs perspectives : la première concerne l'influence de la position des substrats dans les briques de silicium sur les contraintes résiduelles. Cela permettrait de mettre en relation l'importance de la position des éléments chauffants dans les creusets ou encore de tester différents paramètres de solidification (ex : temps de chauffe, vitesse de tirage des lingots...). La deuxième perspective mettrait en place un dispositif de réflectométrie pour mesurer les orientations cristallines et corrélérer les résultats avec la détermination du paramètre isocline. En effet les mesures en diffraction des rayons X sont longues (plusieurs heures) et complexes. Ce dispositif permettrait de connaître rapidement (en quelques minutes) les orientations cristallines dans les substrats polycristallins. Quelques travaux ont déjà été réalisés sur ce sujet parallèlement à l'étude principale. Cette démarche permettrait de réaliser des études statistiques sur l'orientation cristalline des grains dans les substrats polycristallins et de voir l'importance de la croissance dirigée sur les lingots. Une autre perspective proposée serait de mettre en place des mesures en photoélasticité tridimensionnelle dans les lingots de silicium (découpage optique). Cette étude permettrait par exemple de découpler les contraintes résiduelles induites par les procédés de fonderie et les procédés de découpe.

⁴¹ Ces niveaux sont présentés dans le paragraphe 1.3 du chapitre I. Le niveau I prend en compte les contraintes résiduelles dont les variations sont macroscopiques, proportionnelles à la taille du substrat. Le niveau II prend en compte les contraintes résiduelles dont les variations sont de la taille d'un grain. Le niveau III comprend les contraintes résiduelles dont les variations sont de l'ordre de la structure du cristal voire atomique.

6 Références

1. Marion, A. (1987). Introduction aux techniques de traitement d'images. Eyrolles.
2. Taguchi, M., Yano, A., Tohoda, S., Matsuyama, K., Nakamura, Y., Nishiwaki, T., & Maruyama, E. (2014). 24.7% record efficiency HIT solar cell on thin silicon wafer. *Photovoltaics, IEEE Journal of*, 4(1), 96-99.
3. Müller, A., Ghosh, M., Sonnenschein, R., & Woditsch, P. (2006). Silicon for photovoltaic applications. *Materials Science and Engineering: B*, 134(2), 257-262.
4. Kanda, Y. (1982). A graphical representation of the piezoresistance coefficients in silicon. *IEEE Transactions on electron devices*, 29(1), 64-70.
5. Pastrnak, J., & Vedam, K. (1971). Optical anisotropy of silicon single crystals. *Physical Review B*, 3(8), 2567.
6. Pérez, R., & Gumbsch, P. (2000). Directional anisotropy in the cleavage fracture of silicon. *Physical review letters*, 84(23), 5347.
7. Sharpe Jr, W. N., Yuan, B., Vaidyanathan, R., & Edwards, R. L. (1997, January). Measurements of Young's modulus, Poisson's ratio, and tensile strength of polysilicon. In *Micro Electro Mechanical Systems, 1997. MEMS'97, Proceedings, IEEE., Tenth Annual International Workshop on* (pp. 424-429). IEEE.
8. Danilewsky, A., Wittge, J., Kiefl, K., Allen, D., McNally, P., Garagorri, J., ... & Tanner, B. K. (2013). Crack propagation and fracture in silicon wafers under thermal stress. *Journal of applied crystallography*, 46(4), 849-855.
9. Pérez, R., & Gumbsch, P. (2000). Directional anisotropy in the cleavage fracture of silicon. *Physical review letters*, 84(23), 5347.
10. Sen, D., Thaulow, C., Schieffer, S. V., Cohen, A., & Buehler, M. J. (2010). Atomistic study of crack-tip cleavage to dislocation emission transition in silicon single crystals. *Physical Review Letters*, 104(23), 235502.
11. Megaw, H. D., & Nye, J. F. (1957). *Physical Properties of Crystals: their representation by tensors and matrices*.
12. Tairov, Y. M., & Tsvetkov, V. F. (1988). *Semiconductor Compounds Aiv Biv. Handbook on Electrotechnical Materials*, 3, 446-471.
13. Zhang, L., Barrett, R., Cloetens, P., Detlefs, C., & Sanchez del Rio, M. (2014). Anisotropic elasticity of silicon and its application to the modelling of X-ray optics. *Journal of synchrotron radiation*, 21(3), 507-517.

14. Hopcroft, M., Nix, W. D., & Kenny, T. W. (2010). What is the Young's Modulus of Silicon?. *Microelectromechanical Systems, Journal of*, 19(2), 229-238.
15. Kaajakari, V. (2002). Silicon as an anisotropic mechanical material-a tutorial.
16. Kim, J., Cho, D., & Muller, R. S. (2001, June). Why is (111) silicon a better mechanical material for MEMS. In *Proc. Transducers* (pp. 662-665).
17. Bretagne, N., Valle, V., & Dupré, J. C. (2005). Development of the marks tracking technique for strain field and volume variation measurements. *NDT & E International*, 38(4), 290-298.
18. Green, M. A., & Keevers, M. J. (1995). Optical properties of intrinsic silicon at 300 K. *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, 3(3), 189-192.
19. Gamarts, E. M., Dobromyslov, P. A., Krylov, V. A., Prisenko, S. V., Jakushenko, E. A., & Safarov, V. I. (1993). Characterization of stress in semiconductor wafers using birefringence measurements. *Journal de Physique III*, 3(5), 1033-1049.
20. Li, H. H. (1980). Refractive index of alkaline earth halides and its wavelength and temperature derivatives. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 9(1), 161-290.
21. PALIK, E. D. (1998). Institute for Physical Science and Technology University of Maryland College Park, Maryland. *Handbook of optical constants of solids*, 3, 1.
22. Kanda, Y. (1982). A graphical representation of the piezoresistance coefficients in silicon. *IEEE Transactions on electron devices*, 29(1), 64-70.
23. Mytsyk, B., Demyanyshyn, N., Martynyuk-Lototska, I., & Vlokh, R. (2011). Piezo-optic, photoelastic, and acousto-optic properties of SrB₄O₇ crystals. *Applied optics*, 50(21), 3889-3895.
24. Warner, A. W., Pinnow, D. A., Bergman Jr, J. G., & Crane, G. R. (1970). Piezoelectric and photoelastic properties of lithium iodate. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 47(3B), 791-794.
25. Biegelsen, D. K. (1974). Photoelastic tensor of silicon and the volume dependence of the average gap. *Physical Review Letters*, 32(21), 1196.
26. Yuge, N., Abe, M., Hanazawa, K., Baba, H., Nakamura, N., Kato, Y., ... & Aratani, F. (2001). Purification of metallurgical-grade silicon up to solar grade. *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, 9(3), 203-209.
27. Pizzini, S. (2010). Towards solar grade silicon: Challenges and benefits for low cost photovoltaics. *Solar energy materials and solar cells*, 94(9), 1528-1533.
28. Czochralski, J. 219, *Z. Physik Chem.*, 1918, Vol. 92.

29. Felder, E. (2009). Usinage par abrasion: Principes généraux. Ed. Techniques Ingénieur.
30. Withers, P. J., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2001). Residual stress. Part 1—measurement techniques. *Materials science and Technology*, 17(4), 355-365.
31. Lyon, K. G., Salinger, G. L., Swenson, C. A., & White, G. K. (1977). Linear thermal expansion measurements on silicon from 6 to 340 K. *Journal of Applied Physics*, 48(3), 865-868.
32. Ashby, M. F., Colombié, M., & Décarroux, S. (2000). Choix des matériaux en conception mécanique. Paris: Dunod.
33. Choi, W., Abiade, J., Lee, S. M., & Singh, R. K. (2004). Effects of slurry particles on silicon dioxide CMP. *Journal of the Electrochemical Society*, 151(8), G512-G522.
34. Bidiville, A., Wasmer, K., Michler, J., Ballif, C., Van-der-Meer, M., & Nasch, P. M. (2008, September). Influence of abrasive concentration on the quality of wire-sawn silicon wafers. In *Proceedings of the 23rd EU PV-SEC (No. PV-LAB-CONF-2010-024, pp. 1311-1314)*.
35. Sreejith, P. S., & Ngoi, B. K. A. (2001). Material removal mechanisms in precision machining of new materials. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 41(12), 1831-1843.
36. Clarke, D. R., Kroll, M. C., Kirchner, P. D., Cook, R. F., & Hockey, B. J. (1988). Amorphization and conductivity of silicon and germanium induced by indentation. *Physical review letters*, 60(21), 2156.
37. Zarudi, I., & Zhang, L. C. (1998). Effect of ultraprecision grinding on the microstructural change in silicon monocrystals. *Journal of Materials Processing Technology*, 84(1), 149-158.
38. Rouault de Coligny, P. (2002). Analyse et optimisation du procédé de découpe de plaques de silicium.
39. Chung, C. H. (2012, November). Abrasive distribution of the fixed diamond wire in wire sawing process. In *Advanced Materials Research (Vol. 579, pp. 145-152)*.
40. Bidiville, A., Wasmer, K., Kraft, R., & Ballif, C. (2009). Diamond wire-sawn silicon wafers—from the lab to the cell production. In *Proceedings of the 24th EU PV-SEC (No. PV-LAB-CONF-2010-026, pp. 1400-1405)*.
41. Kotake, H., & Takasu, S. I. (1980). Observation of residual stress and defects in silicon induced by scribing. *Journal of Materials Science*, 15(4), 895-902.
42. Wu, H., & Melkote, S. N. (2012). Effect of crystallographic orientation on ductile scribing of crystalline silicon: Role of phase transformation and slip. *Materials Science and Engineering: A*, 549, 200-205.

43. Minowa, K., & Sumino, K. (1992). Stress-induced amorphization of silicon crystal by mechanical scratching. *Physical review letters*, 69(2), 320.
44. Montay, G., Maras, A., & Rouhaud, E. (2011). Analyse des contraintes résiduelles par la méthode de la rainure et du trou incrémental. 20ème Congrès Français de Mécanique, 28 août/2 sept. 2011-25044 Besançon, France (FR).
45. Vaz, F., Rebouta, L., Goudeau, P., Riviere, J. P., Schäffer, E., Kleer, G., & Bodmann, M. (2002). Residual stress states in sputtered Ti_{1-x}Si_xN_y films. *Thin Solid Films*, 402(1), 195-202.
46. De Wolf, I. (2003). Raman spectroscopy: Chips and stress. *Spectroscopy Europe*, 15(2), 6-13.
47. Schroder, D. K. (2006). *Semiconductor material and device characterization*. John Wiley & Sons.
48. Becker, M., Scheel, H., Christiansen, S., & Strunk, H. P. (2007). Grain orientation, texture, and internal stress optically evaluated by micro-Raman spectroscopy. *Journal of applied physics*, 101(6), 063531.
49. Romain-Latu, E. (2006). Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG).
50. Narayanan, S., Kalidindi, S. R., & Schadler, L. S. (1997). Determination of unknown stress states in silicon wafers using microlaser Raman spectroscopy. *Journal of applied physics*, 82(5), 2595-2602.
51. Huang, H., Chai, J., Yu, H., Mao, G., Zheng, B., Wang, B., ... & Zhou, L. (2015, May). Research on the residual stress measurement in steel plate using critically refracted longitudinal ultrasonic wave based on the phase-frequency analysis method. In *Structural Health Monitoring and Integrity Management: Proceedings of the 2nd International Conference of Structural Health Monitoring and Integrity Management (ICSHMIM 2014)*, Nanjing, China, 24-26 September 2014 (p. 139). CRC Press.
52. Javadi, Y., Sadeghi, S., & Najafabadi, M. A. (2014). Taguchi optimization and ultrasonic measurement of residual stresses in the friction stir welding. *Materials & Design*, 55, 27-34.
53. Ranc, N. (2003). *Couplage thermomécanique*. Ed. Techniques Ingénieur.
54. Berthel, B., Chrysochoos, A., Wattrisse, B., & Galtier, A. (2008). Infrared image processing for the calorimetric analysis of fatigue phenomena. *Experimental Mechanics*, 48(1), 79-90.
55. Dulieu-Barton, J. M., & Stanley, P. (1998). Development and applications of thermoelastic stress analysis. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 33(2), 93-104.

56. Hatit, S. B. (2009). Polarimétrie de Mueller résolue en angle (Doctoral dissertation, Ecole Polytechnique X).
57. Aas, L. M. S., Ellingsen, P. G., & Kildemo, M. (2011). Near infra-red Mueller matrix imaging system and application to retardance imaging of strain. *Thin Solid Films*, 519(9), 2737-2741.
58. Skenes, K. (2014). Characterization of residual stresses in birefringent materials applied to multicrystalline silicon wafers.
59. Patterson, E. A. (2002). Digital photoelasticity: principles, practice and potential. *Strain*, 38(1), 27-39.
60. Bond, W. L., & Andrus, J. (1956). Photographs of the stress field around edge dislocations. *Physical Review*, 101(3), 1211.
61. C. Bruhat, *Optique*, éd. revue par A. KASTLER.
62. Barone, S., & Patterson, E. A. (1996). Full-field separation of principal stresses by combined thermo-and photoelasticity. *Experimental Mechanics*, 36(4), 318-324.
63. Nurse, P., & Allison, I. M. (1972). Automatic acquisition of photoelastic data. In JBCSA Conference.
64. Redner, S. (1974). New automatic polariscope system. *Experimental Mechanics*, 14(12), 486-491.
65. Zhenkun, L., Dazhen, Y., & Wanming, Y. (2003). Whole-field determination of isoclinic parameter by five-step color phase shifting and its error analysis. *Optics and lasers in engineering*, 40(3), 189-200.
66. Villa, J., Quiroga, J. A., & Gómez-Pedrero, J. A. (2004). Measurement of retardation in digital photoelasticity by load stepping using a sinusoidal least-squares fitting. *Optics and lasers in engineering*, 41(1), 127-137.
67. Hecker, F. W., & Morche, B. (1986). Computer-aided measurement of relative retardations in plane photoelasticity. In *Experimental Stress Analysis* (pp. 535-542). Springer Netherlands.
68. Carré, P. (1966). Installation et utilisation du comparateur photoélectrique et interférentiel du Bureau International des Poids et Mesures. *Metrologia*, 2(1), 13.
69. Patterson, E. A., & Wang, Z. F. (1991). Towards full field automated photoelastic analysis of complex components. *Strain*, 27(2), 49-53.
70. Ashokan, K., & Ramesh, K. (2009). An adaptive scanning scheme for effective whole field stress separation in digital photoelasticity. *Optics & Laser Technology*, 41(1), 25-31.

71. Quiroga, J. A., & Gonzalez-Cano, A. (1997). Phase measuring algorithm for extraction of isochromatics of photoelastic fringe patterns. *Applied Optics*, 36(32), 8397-8402.
72. Yoneyama, S., & Kikuta, H. (2006). Phase-stepping photoelasticity by use of retarders with arbitrary retardation. *Experimental mechanics*, 46(3), 289-296.
73. Zhang, D., Han, Y., Zhang, B., & Arola, D. (2007). Automatic determination of parameters in photoelasticity. *Optics and lasers in engineering*, 45(8), 860-867.
74. Magalhaes, C. A., & Magalhaes Jr, P. A. A. (2012). New numerical methods for the photoelastic technique with high accuracy. *Journal of Applied Physics*, 112(8), 083111.
75. Magalhaes Jr, P. A. A., Neto, P. S., & de Barcellos, C. S. (2011). Analysis of Shadow Moire Technique With Phase Shifting Using Generalisation of Carre Method. *Strain*, 47(s1), e555-e571.
76. Ashokan, K., & Ramesh, K. (2009). An adaptive scanning scheme for effective whole field stress separation in digital photoelasticity. *Optics & Laser Technology*, 41(1), 25-31.
77. Morimoto, Y., & Hayashi, T. (1994). Separation of isochromatics and isoclinics using Fourier transform. *Experimental techniques*, 18(5), 13-17.
78. Morimoto, Y., & Imamoto, Y. (1994). Error causes and error reduction in fringe pattern analysis by phase shifting method using Fourier transform. *Experimental Mechanics*, 34, 379-384.
79. Zheng, T., & Danyluk, S. (2001). Nondestructive measurement of in plane residual stresses in thin silicon substrates by infrared transmission. *Materials evaluation*, 59(10), 1227-1233.
80. Lim, D. S., & Danyluk, S. (1988). Correlation of dynamic friction and the dislocation etch pit density surrounding annealed scratches in (1 1 1) p-type silicon. *Journal of materials science*, 23(7), 2607-2612.
81. Zheng, T. (2000). A study of residual stresses in thin anisotropic (silicon) plates.
82. He, S. (2005). Near Infrared Photoelasticity of Polycrystalline Silicon and it's Relation to In-Plane Residual Stresses.
83. Li, F. (2010). Study of stress measurement using polariscope.
84. Horn, G., Mackin, T. J., & Lesniak, J. (2005). Trapped particle detection in bonded semiconductors using gray-field photoelastic imaging. *Experimental mechanics*, 45(5), 457-466.
85. Ganapati, V., Schoenfelder, S., Castellanos, S., Oener, S., Koepge, R., Sampson, A., ... & Bagdahn, J. (2010). Infrared birefringence imaging of residual stress and bulk defects in multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 108(6), 063528.

86. Horn, G., Chu, Y. S., Zhong, Y., Mackin, T. J., Lesniak, J. R., & Reiniger, D. (2008). Detection and quantification of surface nanotopography-induced residual stress fields in wafer-bonded silicon. *Journal of The Electrochemical Society*, 155(1), H36-H42.
87. Yamada, M. (1985). Quantitative photoelastic measurement of residual strains in undoped semi-insulating gallium arsenide. *Applied Physics Letters*, 47(4), 365-367.
88. Fukuzawa, M., & Yamada, M. (2001). Photoelastic characterization of Si wafers by scanning infrared polariscope. *Journal of crystal growth*, 229(1), 22-25.
89. Ganapati, V., Schoenfelder, S., Castellanos, S., Oener, S., Koepge, R., Sampson, A., ... & Bagdahn, J. (2010). Infrared birefringence imaging of residual stress and bulk defects in multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 108(6), 063528.
90. Wang, B. B., Leadbetter, A., Freudenthal, J., Seipel, B., & Seigneur, H. (2014). Measuring Stress Birefringence in Small Si Samples. *Energy Procedia*, 55, 608-617.
91. Ciarlet, P. G. (1988). *Introduction à l'analyse numérique matricielle et à l'optimisation*.
92. He, S., Zheng, T., & Danyluk, S. (2004). Analysis and determination of the stress-optic coefficients of thin single crystal silicon samples. *Journal of applied physics*, 96, 3103-3109.
93. He, S. (2005). Near Infrared Photoelasticity of Polycrystalline Silicon and it's Relation to In-Plane Residual Stresses.
94. Ramachandran, G. N. (1947, February). Photoelastic constants of diamond. In *Proceedings of the Indian Academy of Sciences-Section A (Vol. 25, No. 2, pp. 208-219)*. Springer India.
95. Ramachandran, G. N., & Radhakrishnan, T. (1952). XXVI. The relation between thermo-optic and piezo-optic phenomena in crystals. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 43(338), 317-326.
96. Brémand, F., Dupré, J. C., & Lagarde, A. (1992). Non-contact and non-disturbing local strain measurement methods. I: Principle. *European journal of mechanics. A. Solids*, 11(3), 349-365.
97. Rotinat, R., Tié, R., Valle, V., & Dupré, J. C. (2001). Three Optical Procedures for Local Large-Strain Measurement. *Strain*, 37(3), 89-98.
98. POP, O., Sauvat, N., & Dubois, F. (2007). Evaluation expérimentale du comportement hygromécanique des assemblages bois par la méthode du suivi des marqueurs. 18ème Congrès Français de Mécanique (Grenoble 2007).
99. Arghir, M. (2015). Experimental study of floating ring annular seals using high-speed optical techniques and mark tracking methods. *S19 Tribologie et mécanique du contact*.

100. Wang, Y., Murphy, J. D., & Wilshaw, P. R. (2010). Determination of grain orientations in multicrystalline silicon by reflectometry. *Journal of The Electrochemical Society*, 157(9), H884-H890.
101. Joos, G., & Freeman, I. M. (1958). *Theoretical physics*. Courier Corporation.

7 Annexes

7.1 Annexe 1 : Méthode du suivi de marqueur

C'est une méthode de mesure qui a vu le jour à la fin du XX^{ème} siècle au sein du laboratoire [96]. Sa simplicité de mise en œuvre et sa précision en fait une méthode optique applicable à la mesure du comportement de matériau à géométrie simple [97] [98] ou tout simplement à la mesure de position locale dans un champ [99]. Il est nécessaire d'avoir une caméra, une source lumineuse et des marqueurs de bonnes dimensions. La qualité de la mesure dépend grandement de la qualité des marqueurs [17]. Un marqueur est caractérisé par sa taille, sa géométrie et sa valeur en intensité lumineuse. La méthode calcule le barycentre de l'intensité lumineuse du marqueur dans une fenêtre définie par l'utilisateur (Figure 114).

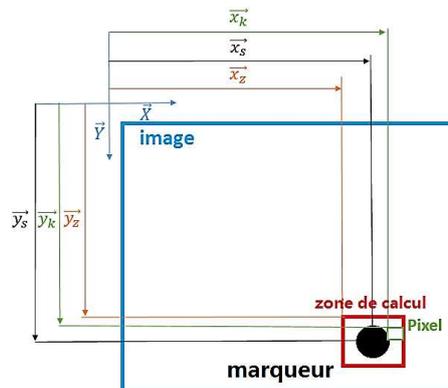


Figure 114 : coordonnées spatiales d'un marqueur et de sa zone de calcul

Les coordonnées du barycentre du marqueur sont calculées à partir de la somme des intensités des pixels dans la zone de calcul et de l'intensité seuil délivrée par l'utilisateur suivant la couleur sombre ou claire de celui-ci :

$$x_s = \frac{\sum_k x_k \cdot (I_k - I_t)}{\sum_k (I_k - I_t)}$$

$$y_s = \frac{\sum_k y_k \cdot (I_k - I_t)}{\sum_k (I_k - I_t)}$$

7-1

lorsque $i_k > i_t$

7.2 Annexe 2 : Grains et joints de grains

Cette annexe définit rapidement ce que sont les grains et les joints de grains. Les descriptions restent sommaires.

7.2.1 Grains

Un grain est un réseau ordonné d'une structure cristalline. Dans le cas du silicium, c'est l'interaction atomique des structures diamant de même orientation cristalline qui forme un réseau ordonné. À l'échelle macroscopique, ce réseau définit un grain ayant pour orientation cristalline celle de la structure (Figure 115). Dans le cas d'un monocristal, nous pouvons dire qu'il est composé d'un seul grain.

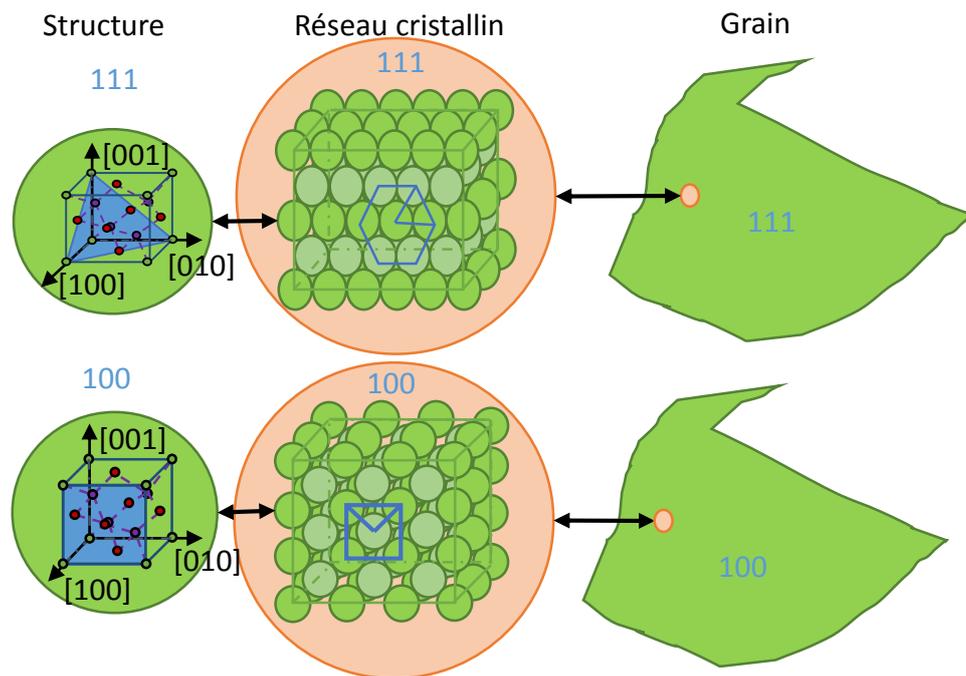


Figure 115 : formation spatiale d'un grain cristallin

La densité atomique n'est pas équivalente pour tous les grains d'une structure similaire. En effet, elle dépend de l'orientation de cette structure. Par exemple, un réseau composé de structures ayant comme plan cristallin parallèle à la surface du substrat le plan (111) est plus dense ($15.66 \cdot 10^{14}$ atomes/cm²) qu'un réseau composé de structures de plan (100) ($6.78 \cdot 10^{14}$

atomes/cm²). C'est l'une des raisons pour lesquelles le comportement mécanique varie entre plusieurs grains d'orientations cristallines distinctes.

7.2.2 Joints de grains

Lors de processus thermiques tels que la fonderie, les matériaux cristallins changent de phase et subissent des modifications structurales (ex : germination, croissance). Ces changements s'effectuant dans un même temps en plusieurs points de l'espace dans la structure, des réseaux cristallins avec des orientations cristallines aléatoires se forment. La jointure entre séparant un grain d'un autre est appelée joint de grains et représente une structure atomique désordonnée ponctuelle. La largeur (ou l'épaisseur) de ces joints de grains reste à une échelle atomique. Les impuretés se retrouvent emprisonnées dans ces joints de grains ou bien dans les grains. Ces éléments (phosphore, soufre,...) fragilisent l'agencement atomique en devenant des points ne reliant pas la structure.

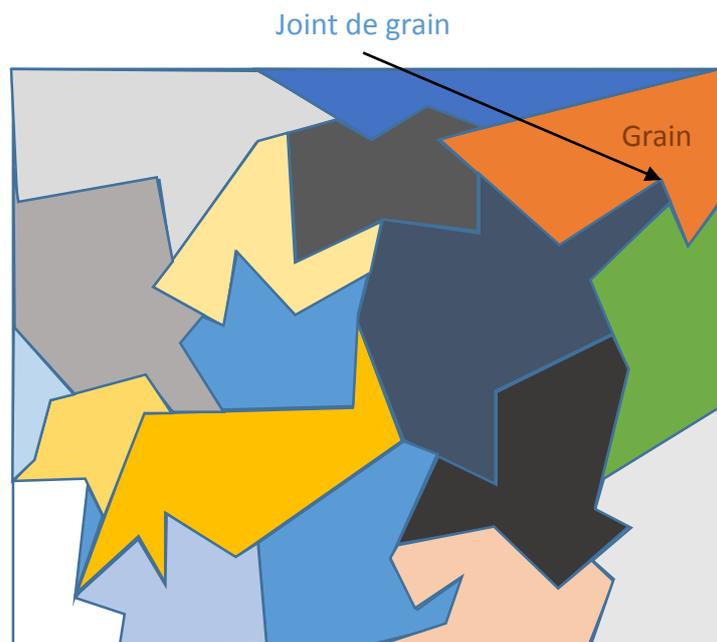


Figure 116 : structure polycristalline

De manière générale, les joints de grains sont à la fois des sources et des pièges pour les défauts ponctuels et les dislocations. Par exemple ils jouent un rôle dans la déformation plastique puisqu'ils peuvent induire des dislocations sous l'effet de contraintes et ainsi constituer des obstacles au mouvement des dislocations. Par ailleurs, au cours d'une trempe les défauts auront tendance à s'éliminer plus rapidement aux joints de grains.

Dans la littérature les structures polycristallines aléatoires sont assimilées à des comportements isotropes même si chaque grain est fortement anisotrope. Les propriétés mécaniques de la structure sont généralisées. Ces approximations dépendent de l'échelle à laquelle l'observation est effectuée. Dans notre cas, les cristaux étant de taille macroscopique, il n'est pas envisageable d'assimiler le comportement mécanique d'un substrat polycristallin à un comportement isotrope. Cependant, certains procédés thermiques permettent de diriger la croissance cristalline. De ce fait les grains croissent avec une orientation qui n'est pas aléatoire. Dans certains cas, ces grains ont une orientation cristalline très proche. La prise en compte du comportement comme un matériau isotrope est possible selon le degré de différence d'orientation.

7.3 Annexe 3 : Présentation des substrats à partir de mesures en transmission proche infrarouge

Afin de présenter les substrats, l'annexe s'appuie sur des visualisations en transmission pour chaque type de substrat. Ces différents types sont regroupés en fonction des procédés thermiques de fabrication.

7.3.1 Substrats monocristallins

Les substrats monocristallins étudiés sont composés d'un seul grain avec une orientation cristalline connue. Le plan cristallin (100) est parallèle à la surface du substrat. Les orientations cristallines [010] et [001] sont parallèles aux bords. Le champ de transmission lumineux est relativement homogène dans ce type de substrats (Figure 117). La faible variation du niveau d'intensité lumineuse sur les cartographies provient en grande partie de la variation de l'épaisseur du substrat. L'intensité transmise n'est pas la même entre les trois substrats monocristallins de la Figure 117. Ces différences dépendent du procédé de découpe. Pour une longueur d'onde incidente et une épaisseur données, les taux d'intensité transmis dans un substrat découpé par procédé slurry et fil diamanté sont 40% et 45% moins forts que dans un substrat poli miroir.

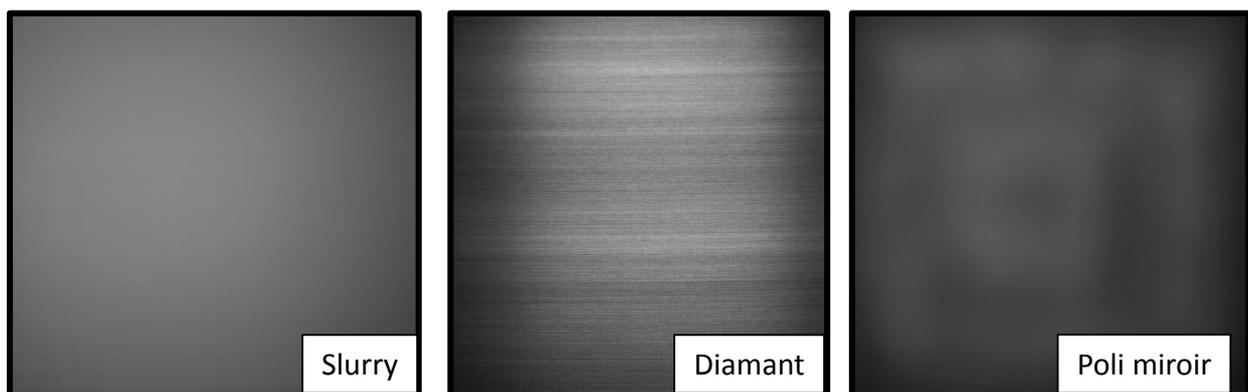


Figure 117 : lumière en Transmission dans des substrats monocristallins abrasés par trois procédés différents

La découpe par procédé slurry diffuse les ondes incidentes, contrairement à la découpe au fil diamanté. Le taux de transmission augmente considérablement et reste homogène spatialement si le substrat est poli. Les faibles variations d'intensité lumineuse visibles dans la

Figure 117 pour ce substrat proviennent de la source lumineuse utilisée (panneau constitué de plusieurs LEDS proches infrarouges sans diffuseur).

7.3.2 Substrats mono-like

Les substrats mono-like étudiés sont composés de quatre grains dissociés par des joints de grains. Ces grains ont tous un plan cristallin (100) parallèle au plan du substrat. Cependant il y a une variation de l'orientation cristalline dans le plan entre chaque grain. Les substrats mono-like ont eux aussi un taux de transmission relativement homogène spatialement. La différence de taux de transmission induite par les découpes est du même ordre de grandeur que celle induite dans le cas des substrats monocristallins. Les grains et joints de grains ne sont pas visibles en transmission simple. Pour les apercevoir, il faut que la lumière soit polarisée en entrée et en sortie (Figure 118).

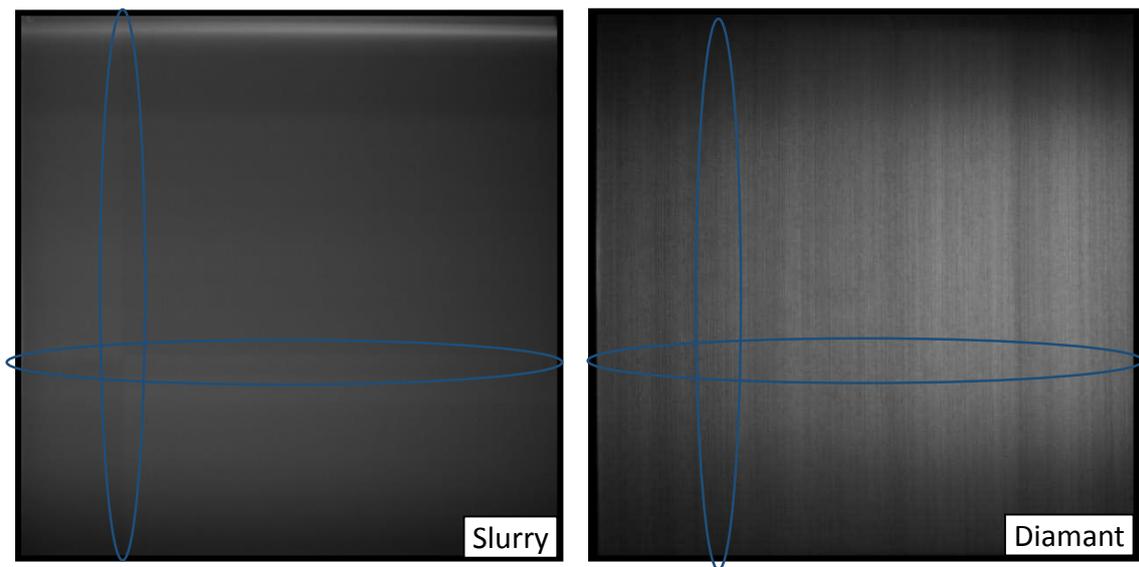


Figure 118 : transmission polarisée au travers des substrats mono-like

Les deux substrats présentés ci-dessus proviennent de briques différentes. Le substrat de gauche a des joints de grains rectilignes et parallèles aux bords. Le substrat de droite a de multiples joints de grains orientés à 45° des bords (Figure 119). Ces différences de joints de grains proviennent du procédé de fabrication. Ce sont les faces du germe utilisé pour diriger la solidification qui ont généré ces aspects de joints de grains. Les germes n'ont pas été positionnés de la même façon dans le fond du creuset.

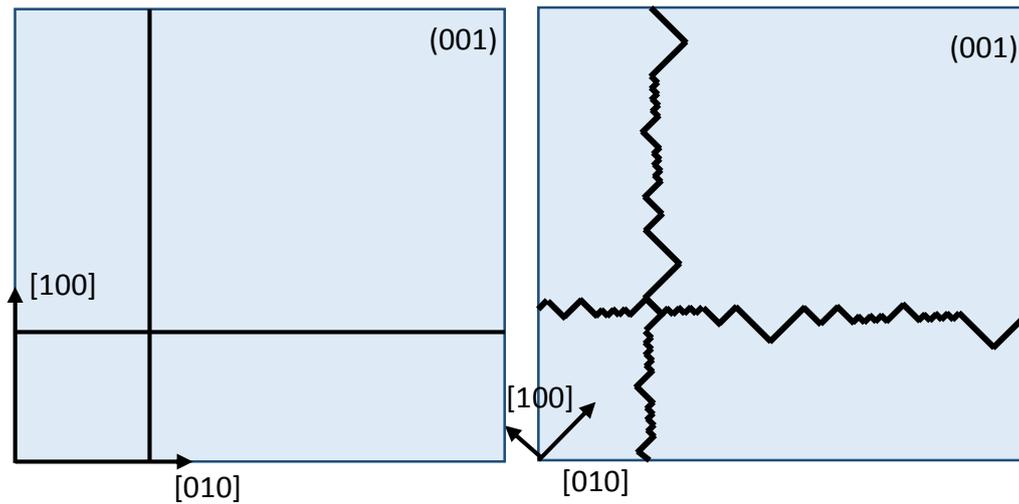


Figure 119 : Schéma des grains de substrats mono-like

7.3.3 Substrats polycristallins

Les substrats polycristallins sont composés de plusieurs grains dont les orientations cristallines ne sont pas connues. Le procédé de solidification dirigée est censé donner une orientation cristalline à peu près équivalente pour les différents grains. Les mesures d'intensité transmise montrent des différences de taux de transmission entre les différents grains (Figure 120).

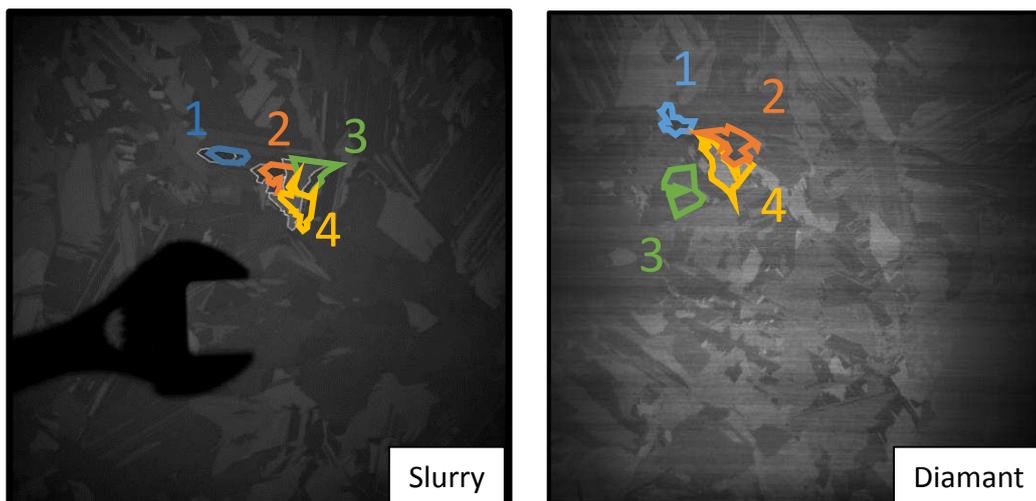


Figure 120 : Transmission lumineuse dans des substrats polycristallins

Il y a en moyenne une variation du taux de transmission d'environ 22% pour les substrats ayant subi une découpe slurry et de 28% pour les substrats découpé au fil diamanté. Le Tableau 31 présente le niveau de gris mesuré pour différents grains. Ces variations sont approximativement équivalentes pour les deux découpes.

Tableau 31 : Intensité lumineuse mesurée pour des grains différents

Grain	découpe slurry	découpe diamant
1	43	67
2	59	80
3	78	104
4	95	140

Il est intéressant de constater qu'il y a tant de variations d'intensité transmise entre deux grains dans un substrat polycristallin. En effet, les taux de transmission semblent liés aux grains. La Figure 121 illustre ce phénomène. Le taux de transmission est mesuré dans cent cinquante-sept substrats découpés à la suite dans une brique polycristalline.

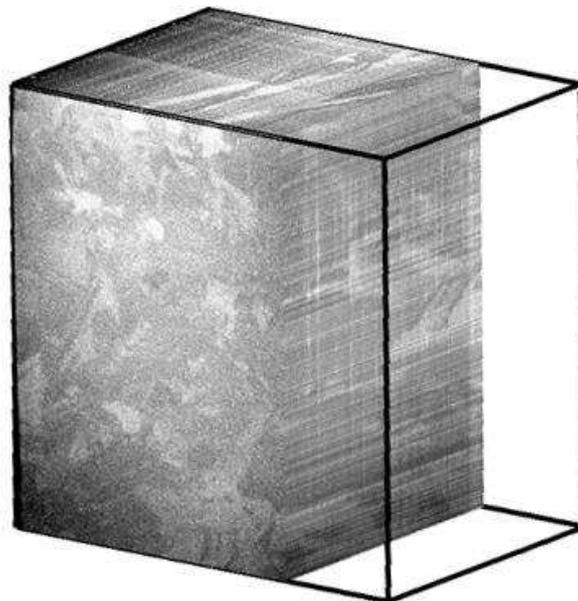


Figure 121 : visualisation tridimensionnelle du taux de transmission dans des substrats polycristallins

Des mesures de relief par contact mécanique (profilométrie) ou par mesure optique (interférométrie) ont montré que les grains n'ont pas d'orientation hors plan (reliefs), ou de différence de marche distincte entre eux. Ainsi les variations d'intensité lumineuse ne proviennent pas de phénomènes hors-plan. Cependant, ces variations d'intensité lumineuse disparaissent si les substrats sont polis mécaniquement sur les deux surfaces (polissage manuel

avec une abrasion sur 4 μm mesuré par microscope interférométrique). Les grains et joints de grains ne sont plus visibles en réflexion (Figure 122) ni en transmission (Figure 123). Nous pouvons présumer que l'état de surface joue un rôle dans la visualisation des grains⁴². Il est difficile de savoir quelle est la part de variation d'intensité qui est liée à l'orientation cristalline hors-plan ou dans le plan.

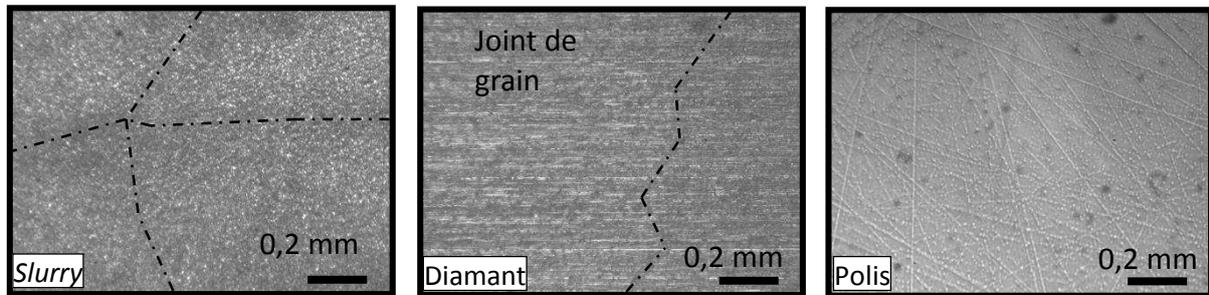


Figure 122 : état de surfaces en réflexion vu au microscope

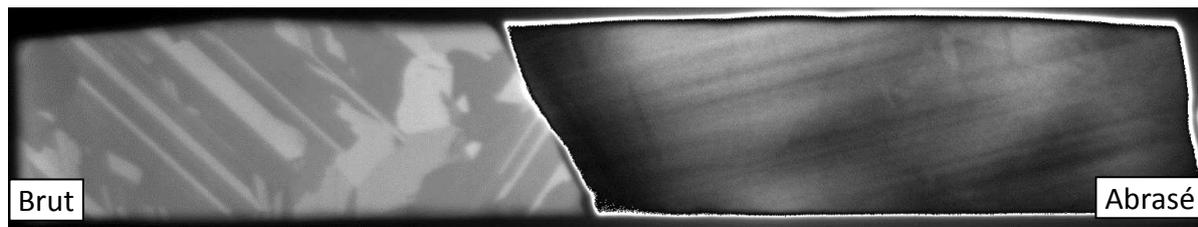


Figure 123 : polycristallin découpe slurry en transmission

Les mesures réalisées par diffraction des rayons X n'ont pas permis de mettre en relation les orientations cristallines avec les variations du taux de transmission. En effet il est compliqué de mesurer les orientations cristallines dans les substrats de silicium de qualité solaire. Les pics de diffraction provoqués par la structure cristalline sont étroits. Il est nécessaire de faire des figures de pôles avec des pas de rotation très fins. Cela induit que les mesures sont longues (en dizaine d'heures) et compliquées. Le goniomètre mis à disposition n'a pas permis de faire ces mesures. Cette étude annexe n'est donc pas traitée entièrement. Un nouveau montage est alors proposé pour mesurer approximativement les orientations cristallines dans les substrats polycristallins de manière rapide. Il existe des variations d'intensité en réflexion entre les différents grains constituant le substrat. Ces variations sont liées aux orientations cristallines. Le montage se base sur une étude réalisée par Wang et al [100]. L'objectif ici est de trouver une signature d'intensité lumineuse en réflexion correspondant à une orientation cristalline.

⁴² Il est aussi intéressant d'observer que les stries provoquées par le fil de découpe deviennent visibles lorsqu'on polit un substrat découpé par procédé slurry sur quelques micromètres (1 à 2 μm) (Figure 123). Le taux de transmission devient alors approximativement le même que pour les substrats découpés au fil diamanté.

7.4 Annexe 4 : Étape de mise au point des dispositifs expérimentaux

Les travaux réalisés ont été découpés en quatre étapes. Chaque étape ci-dessous a ses principaux points énoncés.

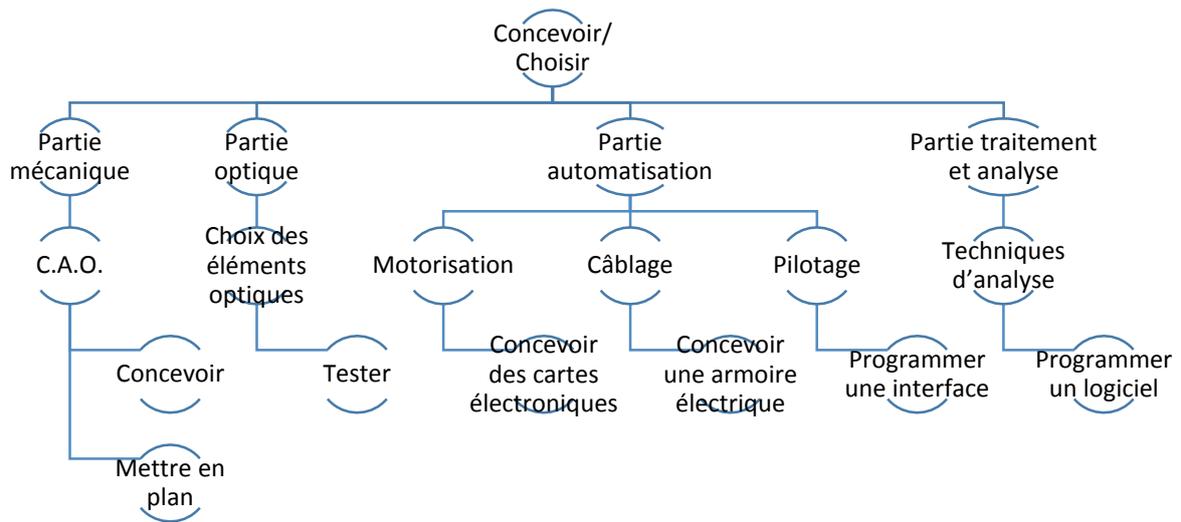


Figure 124 : conception

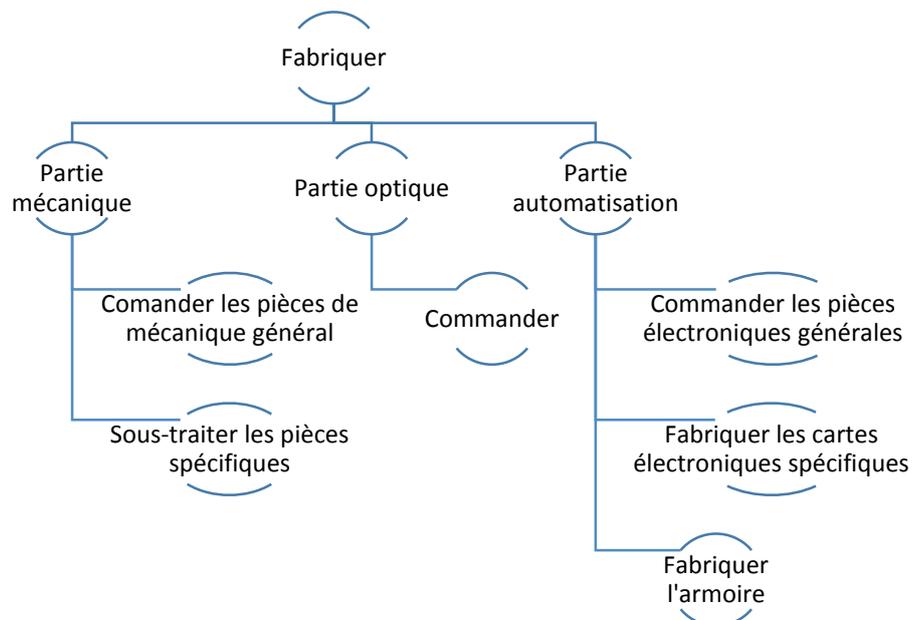


Figure 125 : fabrication

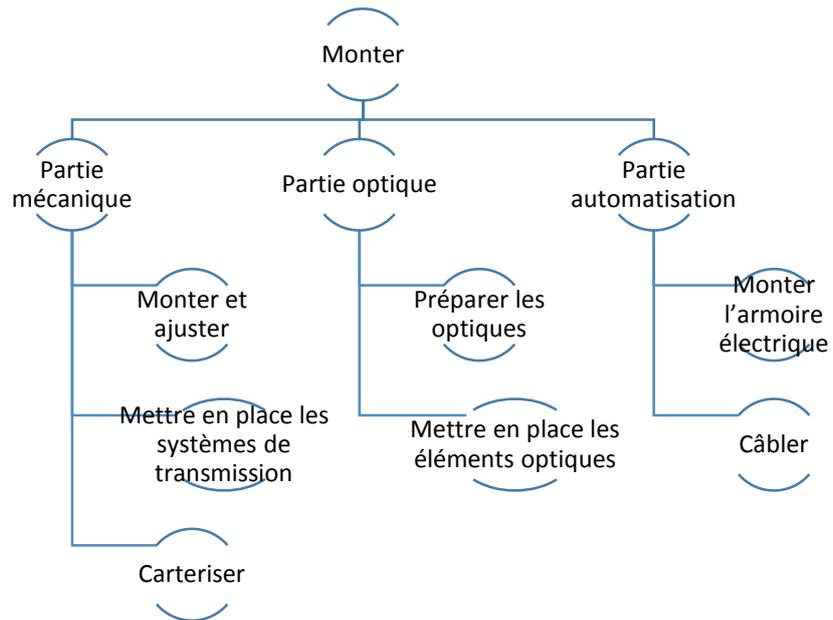


Figure 126 : montage

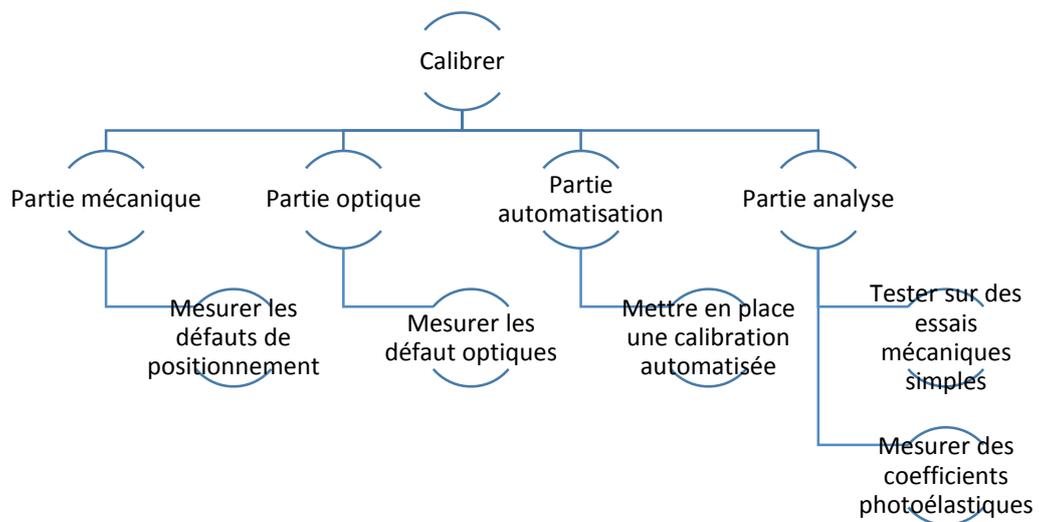
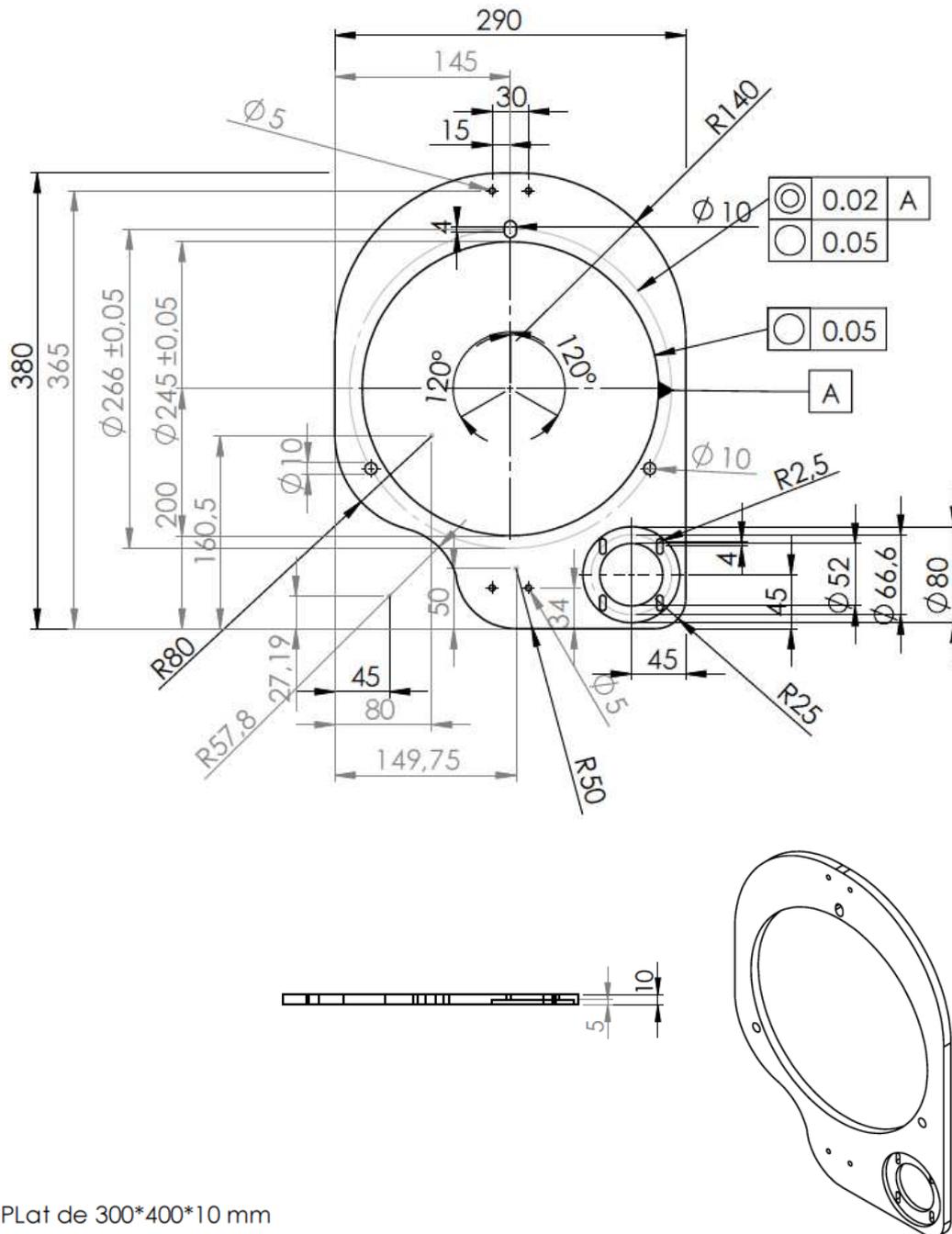


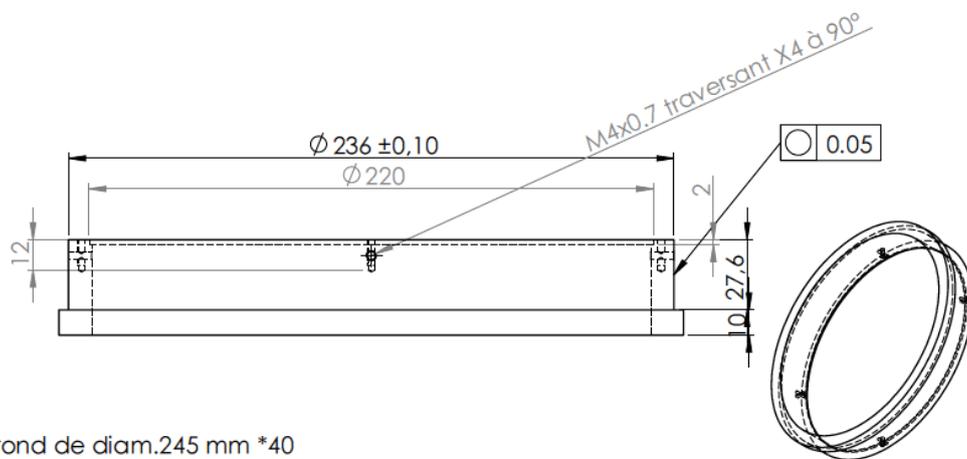
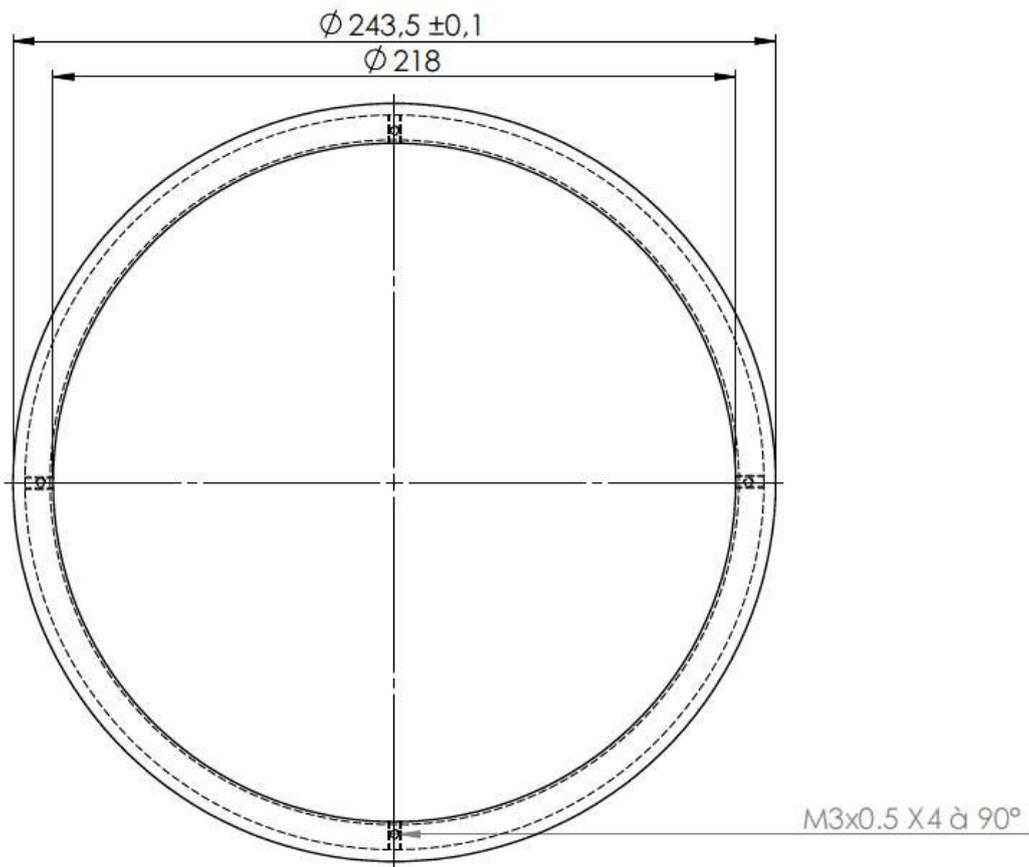
Figure 127 : calibration

7.5 Annexe 5 : CAO de quelques pièces du dispositif



Plat de 300*400*10 mm

Classe de précision :	fH	FINITION: ISO 2768 (NF EN 22768)	Nbe 2	échelle 1:5
AUTEUR:	NOM Jagailoux F.	DATE 10/03/14	Il n'est pas nécessaire de surfer les 2 faces	TITRE: plaque-polariseur
			MATERIAL: Aluminium EN AW-7075	No. DE PLAN polariseur 5



rond de diam.245 mm *40

Classe de précision :	fH	FINITION: ISO 2768 (NF EN 22768)	Nbe 2	échelle 1:2
AUTEUR	NOM Jagailoux F.	DATE 10/03/14		TITRE: support-polariseur
			MATERIAU: Aluminium EN AW-7075	No. DE PLAN polariseur 4

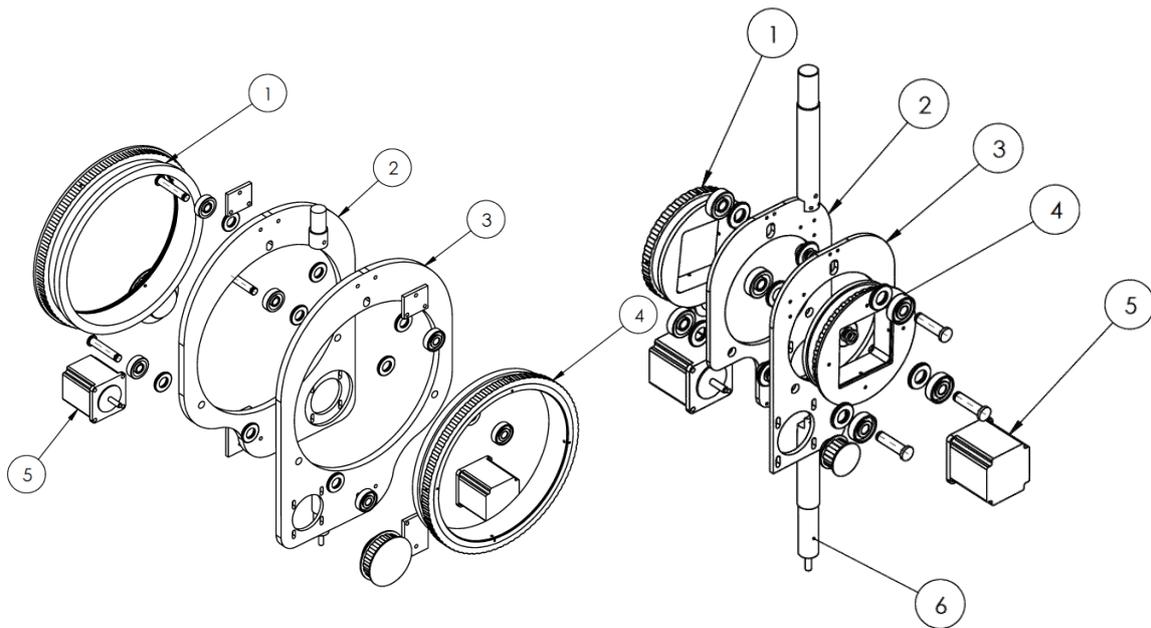


Figure 128 : Vue éclatée des supports des optiques

N°	Nom
1	Couronnes d'entrainements
2	Supports des moteurs de l'optique 1
3	Supports des moteurs de l'optique 2
4	Supports des optiques
5	Moteurs pas à pas
6	Axe de rotation de l'ensemble

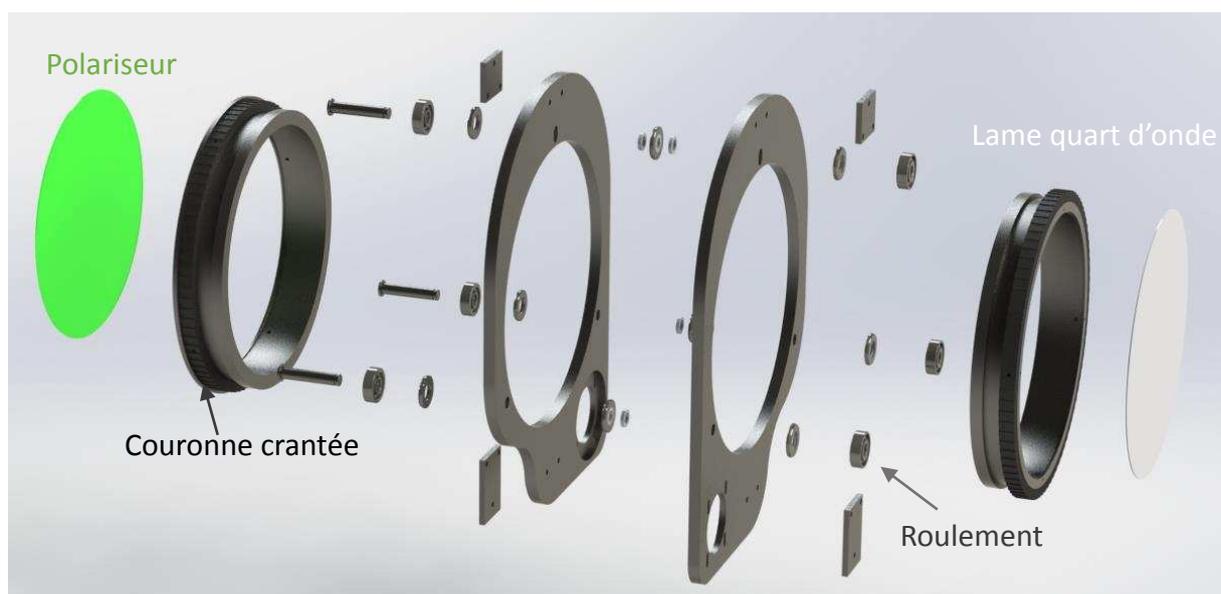


Figure 129 : Vue éclatée des supports polariseur-lame quart d'onde

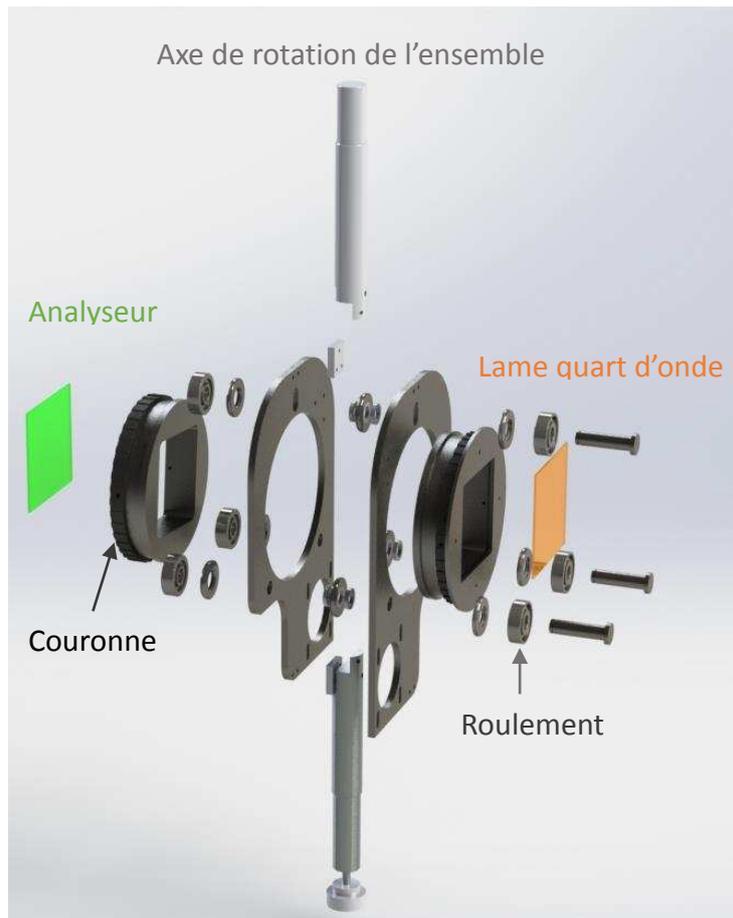


Figure 130 : Vue éclatée des supports analyseur-*lame quart d'onde*

7.6 Annexe 6 : Quelques images du montage expérimental

Les dispositifs ainsi que les éléments les plus importants sont présentés dans les Figure 131, Figure 132 et Figure 133. La Figure 134 présente l'agencement de l'armoire électrique avec ses cartes électroniques.

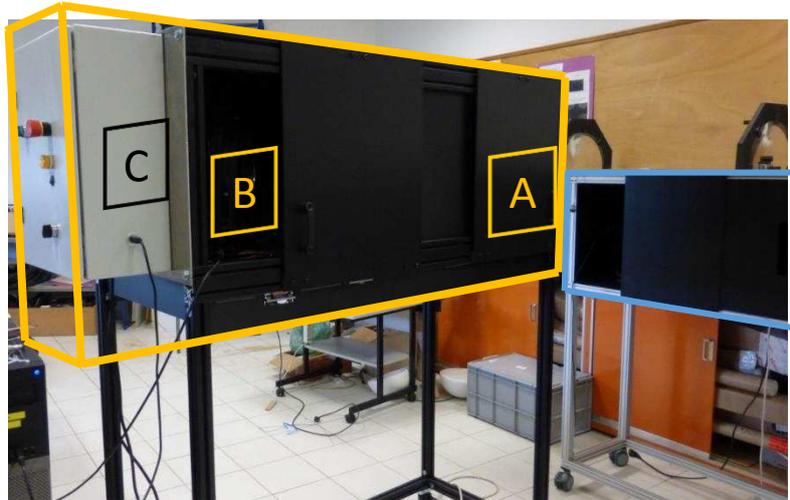


Figure 131 : Les dispositifs expérimentaux

Les éléments optiques sont mis en rotation par des systèmes de transmission poulie-courroie (Figure 132, Figure 133).

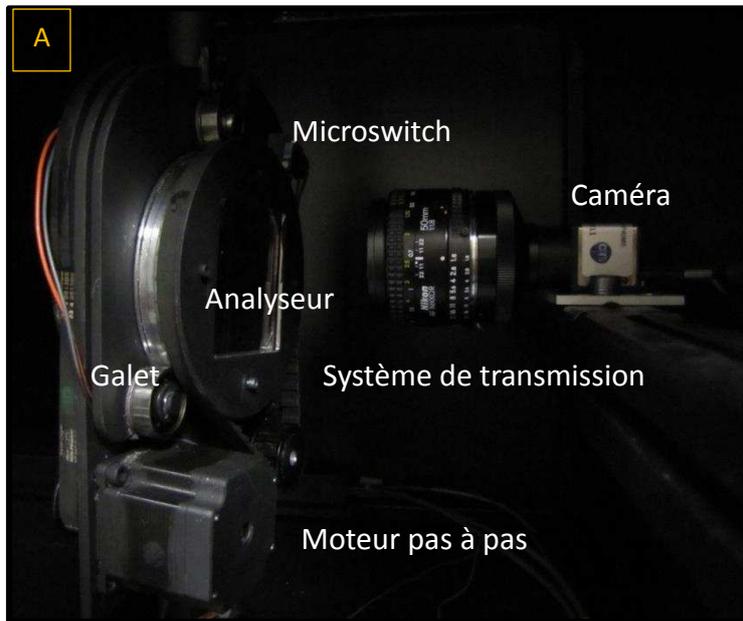


Figure 132 : L'analyseur et la caméra

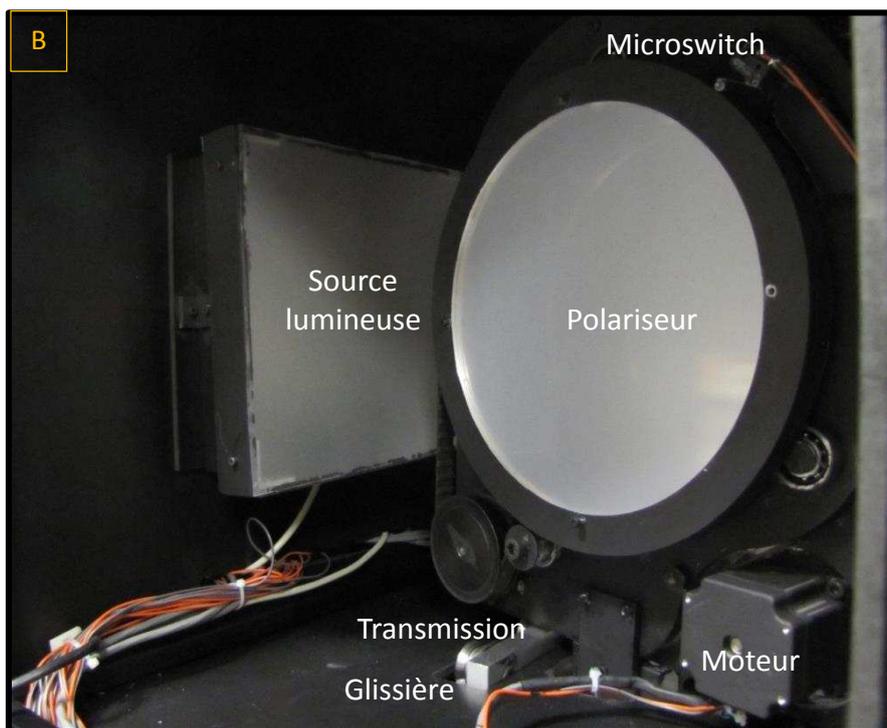


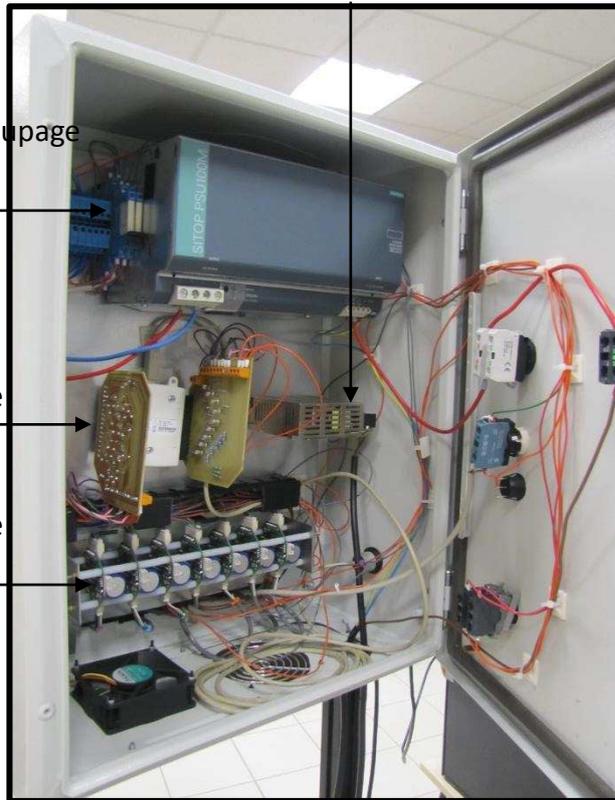
Figure 133 : Le polariseur et la source lumineuse

Alimentation des LED
220vac-12VCC

Alimentation à découpage
220Vac-24Vcc

Carte de découplage
puissance-commande

Carte de pilotage
moteur L293D



Boutons de pilotage :

- rentrer/sortir un substrat
- Allumer/éteindre les LEDS
- Allumer/éteindre le banc

Figure 134 : *L'armoire électrique*

7.7 Annexe 7 : Conception et réalisation de Cartes électroniques

Les cartes électroniques ont été conçues et réalisées spécifiquement pour les dispositifs expérimentaux. Ils sont réalisés de manière artisanale, via des révélateurs UV et des bains de perchlorure de fer. Les typons sont conçus sous DesignSparkPCB6.0 (logiciel gratuit du fournisseur Radiospare).

La Figure 135 présente le schéma électronique de principe de la carte transistor. Son but est de pouvoir piloter les éléments motorisés et de recevoir des informations des capteurs fin de course. Le typon est présenté dans la Figure 136.

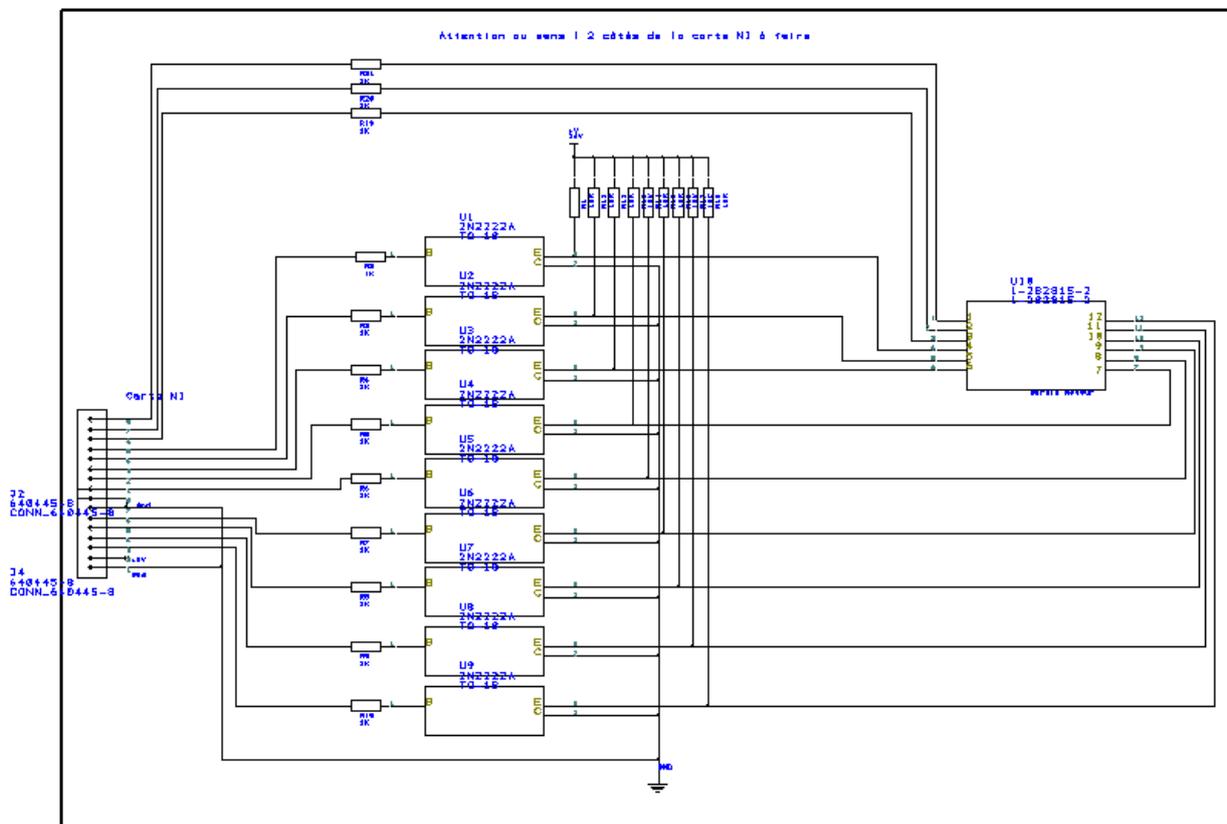


Figure 135 : Schéma de principe d'une carte de pilotage de 24V par TTL

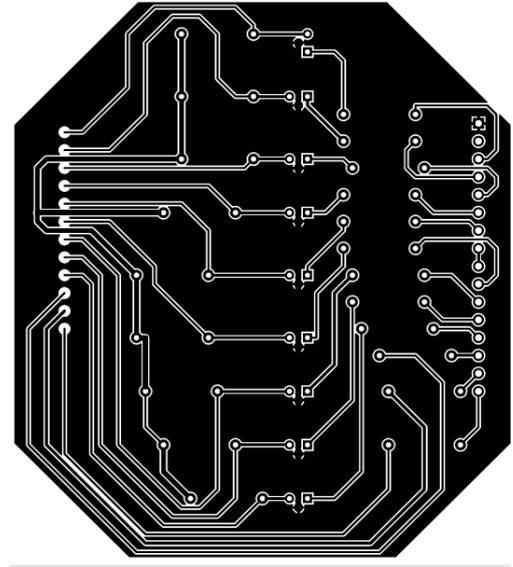
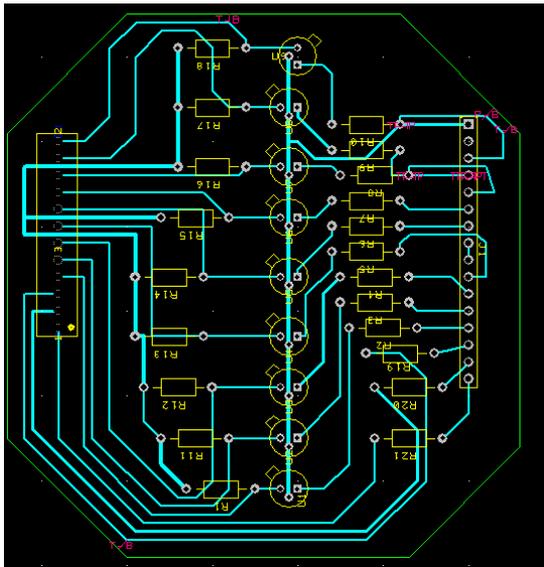


Figure 136 : Conception et réalisation de cartes de pilotage de 24V par TTL

Des cartes de pilotage pour moteurs pas à pas ont aussi été conçues. Elles utilisent uniquement un L293D. Le typon et une visualisation 3D des cartes sont présentés dans les Figure 137 et Figure 138.

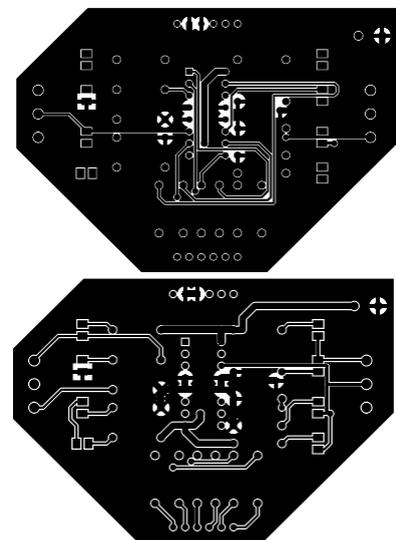
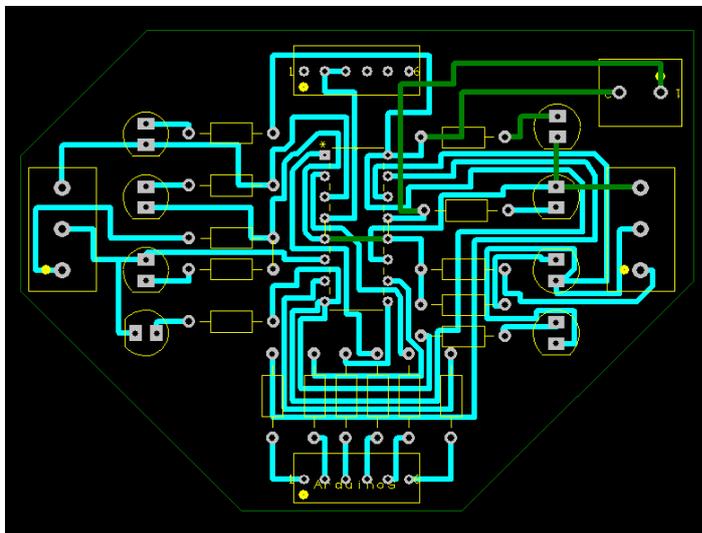


Figure 137 : Conception et réalisation de cartes de pilotage de moteur pas à pas (L293D)

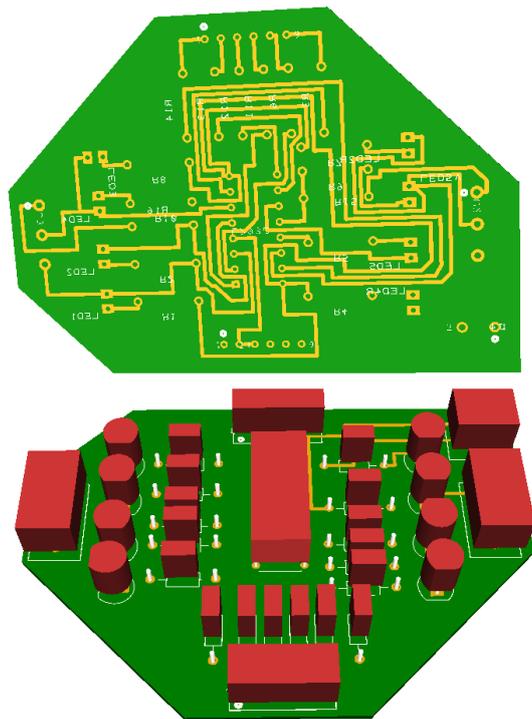


Figure 138 : Visualisation 3D de la carte de pilotage moteur

7.8 Annexe 8 : Programme C/C++

Quelques lignes de codes sont ici présentées pour expliquer les démarches de conception des programmes C/C++. Ils sont tous les trois réalisés sous Visual-Studio 2013.

7.8.1 Pilotage du dispositif

Voici une présentation de code de pilotage du dispositif qui communique avec la carte de pilotage (NI6428). Ici c'est le code qui est effectué lorsque l'on demande, par la fenêtre MFC la rotation du polariseur :

```
void Ccommande_moteur_manuelleDlg::OnBnClickedLancer()
{
    m_angle.GetWindowTextA(buf,4);
    angle=atoi(buf);

    if (m_enable.GetCheck())
    {
        if (Sens==FALSE && m_moteur.GetCurSel()==5)
        {
            MoteurPola.InitilisationCanal("Dev3/port2/line0",
"Dev3/port2/line1", "Dev3/port2/line2", "Dev3/port2/line6",0,1);
            MoteurPola.valeurbool = true;
            Angle=angle*38;
            MoteurPola.RotationRapide(Angle);
        }
        else if (Sens==TRUE && m_moteur.GetCurSel()==5)
        {
            MoteurPola.InitilisationCanal("Dev3/port2/line0",
"Dev3/port2/line1", "Dev3/port2/line2", "Dev3/port2/line6",0,0);
            MoteurPola.valeurbool = true;
            Angle=angle*38;
            MoteurPola.RotationRapide(Angle);
        }

        ...
        ...
        ...

        SetTimer(capteur,0,0);
    }
    else
    {
        MessageBox("Enable inactivé");
    }
}
```

7.8.2 Logiciel d'analyse

Voici quelques lignes de code présentant la démarche de fonctionnement du code d'analyse. Ce code s'exécute lorsque l'utilisateur demande l'analyse d'un nombre d'images par la méthode de modulation de phase de Hecker et Morche :

```
Image *img[200];
FILE* ima=fopen(FileName,"r");
switch (Type)
{
case 0:/*3 images Hecker et Morche*/
for (int i = 0; i <= 8; i++)
{
char Nom[1024];
fscanf(ima, "%s", Nom);
img[i] = new Image(Nom);
}
if (IsocRes == NULL)IsocRes = new Image(ImgInit->NbCol, ImgInit->Nblgn, -
1);
if (ImageCalcul == NULL){
ImageCalcul = new CVisu();
CRect rc;
this->GetWindowRect(&rc);
ImageCalcul->Create(NULL, L"Calcul Isocline", WS_POPUP |
WS_CAPTION | WS_SIZEBOX, CRect(rc.right, rc.top, rc.right + ImgInit->NbCol, rc.top +
ImgInit->Nblgn), this);
IsocRes->ValSup = 90; IsocRes->ValInf = 0;
IsocRes->Gain = 255. / (IsocRes->ValSup - IsocRes->ValInf);
IsocRes->Palette("Isocline.pal");
ImageCalcul->Init(IsocRes, 1.0);
ImageCalcul->ShowWindow(SW_SHOW);
}
for (int i = X0; i != X1 + 1; i++)
{
ImageCalcul->InvalidateRect(&CRect((i - 1)*ImageCalcul->Grand,
Y0*ImageCalcul->Grand, (i + 1)*ImageCalcul->Grand, Y1*ImageCalcul->Grand), false);
theApp.PumpWaitingMessages();
for (int j = Y0; j != Y1 + 1; j++)
{
unsigned int p0, p1, p2;
img[0]->LitPixel(i, j, &p0);
img[1]->LitPixel(i, j, &p1);
img[2]->LitPixel(i, j, &p2);
float alpha = .25*atan2((1.*p1 - 1.*p2) ,
(sqrt(3.)*(1.*p1+1.*p2-2.*p0)));
alpha = alpha * 180. / pi;
IsocRes->EcrPixelAuto(i, j, &alpha);
}
}
IsocRes->Image_Sauv("O3rect.txt", 'Z');
fclose(ima);
for (int i = 0; i != 9; i++) delete img[i];
break;
}
```

7.9 Annexe 9 : calcul du coefficient photoélastique à partir d'un logiciel de calcul formel (Maxima)

Le principe de calcul analytique du coefficient photoélastique est présenté dans cette annexe. Il est nécessaire de connaître les composantes du tenseur piézo-optique du silicium ainsi que l'orientation cristalline pour l'obtenir. Le tenseur piézo-optique de la structure du silicium est défini comme indiqué dans le chapitre I par :

$$\begin{bmatrix} \Delta\beta_1 \\ \Delta\beta_2 \\ \Delta\beta_3 \\ \Delta\beta_4 \\ \Delta\beta_5 \\ \Delta\beta_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} \quad 0-129$$

Or, dans notre cas, les variations du tenseur d'imperméabilité sont déterminées dans le repère du substrat par photoélasticité et le tenseur piézo-optique est connu dans la base cristalline. Les matrices de rotations tridimensionnelles appliquées dépendent de l'orientation cristalline. Un exemple de calcul sur un substrat de plan cristallin (100) parallèle à la surface (le cas le plus simple) est présenté dans la Figure 139 afin d'illustrer ce principe.

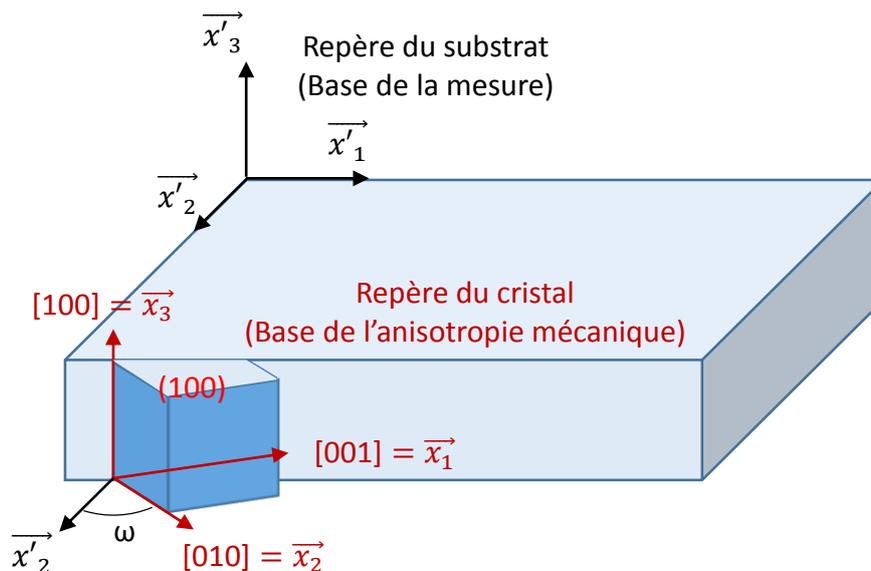


Figure 139 : Repère cristallin et repère du substrat

La matrice de passage appropriée est définie ci-dessous :

$$P_{100} = \begin{bmatrix} \cos(\omega) & \sin(\omega) & 0 \\ -\sin(\omega) & \cos(\omega) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad 0-130$$

Le paramètre ω représente l'orientation cristalline dans le plan. Or les composantes du tenseur d'imperméabilité sont exprimées par l'équation de l'ellipsoïde dans la base cristalline $(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$ énoncée dans le chapitre I :

$$\beta_1 x_1^2 + \beta_2 x_2^2 + \beta_3 x_3^2 + 2\beta_4 x_2 x_3 + 2\beta_5 x_3 x_1 + \beta_6 x_1 x_2 = 1 \quad 0-131$$

Il suffit d'appliquer les matrices de passage à cette équation pour passer dans la base du substrat. Les nouvelles coordonnées (x_1', x_2', x_3') sont définies comme :

$$\begin{bmatrix} x_1' \\ x_2' \\ x_3' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\omega) & \sin(\omega) & 0 \\ -\sin(\omega) & \cos(\omega) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix} \quad 0-132$$

$$\begin{bmatrix} x_1' \\ x_2' \\ x_3' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x_1 \cos(\omega) + x_2 \sin(\omega) \\ -x_1 \sin(\omega) + x_2 \cos(\omega) \\ x_3 \end{bmatrix}$$

Il suffit de substituer ces nouvelles coordonnées dans l'équation de l'ellipsoïde. Pour cela il faut que la forme vectorielle des nouvelles coordonnées soit exprimée sous forme matricielle $P(\omega)$ (matrice 6X6). Les lignes représentent les composantes du tenseur d'imperméabilité tandis que les colonnes représentent les valeurs des vecteurs :

$$\begin{array}{c} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \beta_4 \\ \beta_5 \\ \beta_6 \end{array} \begin{array}{c} \downarrow \\ \downarrow \\ \downarrow \\ \downarrow \\ \downarrow \\ \downarrow \end{array} \begin{array}{c} \xrightarrow{\quad} \\ \xrightarrow{\quad} \\ \xrightarrow{\quad} \\ \xrightarrow{\quad} \\ \xrightarrow{\quad} \\ \xrightarrow{\quad} \end{array} \begin{array}{c} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_2 x_3 \\ x_2 x_3 \\ x_2 x_3 \end{array} \begin{bmatrix} \cos^2(\omega) & \sin^2(\omega) & 0 & 0 & 0 & 2\cos(\omega)\sin(\omega) \\ \sin^2(\omega) & \cos^2(\omega) & 0 & 0 & 0 & -2\cos(\omega)\sin(\omega) \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos(\omega) & -\sin(\omega) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin(\omega) & \cos(\omega) & 0 \\ \frac{-\cos(\omega)}{2} & \frac{-\sin(\omega)}{2} & 0 & 0 & 0 & \cos(2\omega) \end{bmatrix} \quad 0-133$$

À partir de cette matrice de passage, l'expression du tenseur d'imperméabilité dans la nouvelle base s'exprime :

$$\beta' = P(\omega)\beta \quad 0-134$$

En conséquence, le tenseur piézo-optique de cette nouvelle base est :

$$\begin{aligned} \Delta\beta &= \pi\sigma \\ P(\omega)\Delta\beta &= P(\omega)\pi P(-\omega)P(\omega)\sigma \\ \Delta\beta' &= \pi'\sigma' \end{aligned} \quad 0-135$$

Le produit matriciel entre la matrice de changement de base avec l'inverse de la rotation de la matrice forme la matrice identité :

$$P(\omega)P(-\omega) = I \quad 0-136$$

Le tenseur piézo-optique de cette nouvelle base s'exprime comme :

$$\pi' = P(\omega)\pi P(-\omega) \quad 0-137$$

Après calcul analytique, le tenseur piézo-optique est défini :

$$\pi' = \begin{bmatrix} \pi'_{11} & \pi'_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & \pi'_{16} \\ \pi'_{12} & \pi'_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & -\pi'_{16} \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ \frac{\pi'_{16}}{2} & \frac{-\pi'_{16}}{2} & 0 & 0 & 0 & \pi'_{66} \end{bmatrix} \quad 0-138$$

Les composantes de ce tenseur sont :

$$\begin{aligned}
\pi'_{11} &= \pi_{11} - \frac{(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})\sin^2(2\omega)}{2} \\
\pi'_{12} &= \pi_{12} + \frac{(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})\sin^2(2\omega)}{2} \\
\pi'_{16} &= -\frac{(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})\sin(4\omega)}{2} \\
\pi'_{66} &= \pi_{44} + (\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})\sin^2(2\omega)
\end{aligned}
\tag{0-139}$$

Dans le cas d'une mesure bidimensionnelle, les vecteurs des contraintes et d'imperméabilité sont définis par trois composantes $\sigma'_1, \sigma'_2, \sigma'_6$. La contrainte σ_6 correspond à la contrainte de cisaillement dans le plan (\vec{x}'_1, \vec{x}'_2) :

$$\begin{bmatrix} \Delta\beta'_1 \\ \Delta\beta'_2 \\ \Delta\beta'_3 \\ 0 \\ 0 \\ \Delta\beta'_6 \end{bmatrix} = \pi' \begin{bmatrix} \sigma'_1 \\ \sigma'_2 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ \sigma'_6 \end{bmatrix}
\tag{0-140}$$

Un exemple de code de calcul de ces paramètres (Logiciel Maxima) est donné ci-dessous afin d'illustrer les calculs précédents pour ce plan (100). Nous pouvons déterminer la différence $(\Delta\beta'_1 - \Delta\beta'_2)$ qui exprime le retard de phase mesuré à partir de ces nouvelles données :

$$\varphi = \frac{n_0^3 \pi e}{\lambda} (\Delta\beta'_1 - \Delta\beta'_2)
\tag{0-141}$$

Or ce retard de phase est aussi équivalent à :

$$\varphi = \frac{2\pi e C}{\lambda} (\sigma_1 - \sigma_2)
\tag{0-142}$$

À partir de deux équations le coefficient photoélastique s'exprime par :

$$C = \frac{n_0^3(\Delta\beta'_1 - \Delta\beta'_2)}{2(\sigma_1 - \sigma_2)} \quad 0-143$$

Or d'après le tenseur piézo-optique les variations du tenseur d'imperméabilité sont égales à :

$$\Delta\beta'_1 = \pi'_{11}\sigma'_1 + \pi'_{12}\sigma'_2 + \pi'_{16}\sigma'_6$$

$$\Delta\beta'_2 = \pi'_{12}\sigma'_1 + \pi'_{11}\sigma'_2 - \pi'_{16}\sigma'_6$$

$$\Delta\beta'_6 = 0 = \frac{\pi'_{16}}{2}\sigma'_1 - \frac{\pi'_{16}}{2}\sigma'_2 + \pi'_{66}\sigma'_6 \quad 0-144$$

$$\Delta\beta'_1 - \Delta\beta'_2 = (\pi'_{11} - \pi'_{12})\sigma'_1 + (\pi'_{12} - \pi'_{11})\sigma'_2 + 2\pi'_{16}\sigma'_6$$

La contrainte de cisaillement σ_6 , peut aussi s'exprimer comme :

$$\Delta\beta'_6 = 0 = \frac{\pi'_{16}}{2}\sigma'_1 - \frac{\pi'_{16}}{2}\sigma'_2 + \pi'_{66}\sigma'_6 \quad 0-145$$

$$\sigma_6 = \frac{\pi'_{16}}{2\pi'_{66}}(\sigma'_1 - \sigma'_2)$$

D'après les équations 0-143, 0-144 et 0-145 le coefficient photoélastique est :

$$C(\omega)_{100} = \frac{n_0^3 \left((\pi'_{11} - \pi'_{12})\sigma'_1 + (\pi'_{12} - \pi'_{11})\sigma'_2 + \frac{\pi'^2_{16}}{2\pi'_{66}}(\sigma'_1 - \sigma'_2) \right)}{2(\sigma'_1 - \sigma'_2)} \quad 0-146$$

La différence des contraintes principales est éliminée lors de la factorisation. Le coefficient photoélastique est alors défini comme :

$$C(\omega)_{100} = \frac{n_0^3}{2 \sqrt{\frac{\sin^2 2\omega}{\pi_{44}^2} + \frac{\cos^2 2\omega}{(\pi_{11} - \pi_{12})^2}}} \quad 0-147$$

Cette expression nous permet de montrer que le coefficient photoélastique dépend de l'orientation cristalline dans le plan ω . Ce procédé numérique permet de déterminer le coefficient photoélastique pour n'importe quel plan cristallin, puisque les paramètres du tenseur piézo-optique de la base cristalline sont connus.

On remarque que cette expression mathématique 0-188 est la même que celle qui se trouve dans le paragraphe 1.1.2.4 du chapitre I (1-26). La seule différence entre les deux est que celle-là (0-188) dépend de l'orientation cristalline et non pas de l'orientation de la contrainte. En effet les auteurs de la littérature admettent que l'orientation cristalline ω peut être remplacée par l'orientation d'une des contraintes principales β sans introduire d'erreurs importantes [19] [93]. Les résultats obtenus présentés plus loin, le confirment.

Exemple de code Maxima :

Création de la matrice de passage T (ici (001)) et de la matrice piézo-optique générale (PI) + équation de l'ellipsoïde des indices (Ell)

```
T:matrix([cos(%phi),sin(%phi),0],[-sin(%phi),cos(%phi),0],[0,0,1]);
X:matrix([x1],[x2],[x3]);
PI:matrix([P11,P12,P12,0,0,0],[P12,P11,P12,0,0,0],[P12,P12,P11,0,0,0],[0,0,0,P44,0,0],[0,0,0,0,P44,0],[0,0,0,0,0,P44]);
```

Calcul du vecteur de la seconde base et implémentation dans l'équation de l'ellipsoïde

```
XP:T.X;
Ell:B1*part(XP,1)*part(XP,1)+B2*part(XP,2)*part(XP,2)+B3*part(XP,3)*part(XP,3)+B4*part(XP,2)*part(XP,3)+B5*part(XP,3)*part(XP,1)+B6*part(XP,1)*part(XP,2);
fullratsimp(factor(Ell));
```

Mise en forme matriciel et calcul de la matrice identité

```
P:matrix([cos(%phi)^2,sin(%phi)^2,0,0,0,2*cos(%phi)*sin(%phi)],[sin(%phi)^2,cos(%phi)^2,0,0,0,-2*cos(%phi)*sin(%phi)],[0,0,1,0,0,0],[0,0,0,cos(%phi),-sin(%phi),0],[0,0,0,sin(%phi),cos(%phi),0],[-0.5*sin(2*%phi),0.5*sin(2*%phi),0,0,0,cos(2*%phi)]);
Pin:fullratsimp(factor(invert(P)));
fullratsimp(P.Pin);
```

Calcul de la nouvelle matrice piézo-optique

```
Result:trigrat(fullratsimp(P.PI.Pin));
```

```
PI11PRIME:trigrat(fullratsimp(trigsimp(part(Result,1,1))));
PI12PRIME:trigrat(fullratsimp(trigsimp(part(Result,1,2))));
PI16PRIME:trigrat(fullratsimp(trigsimp(part(Result,1,6))));
PI66PRIME:trigrat(fullratsimp(trigsimp(part(Result,6,6))));
```

Calcul de la différence des composantes du tenseur d'imperméabilité (DeltaB1-DeltaB2)

```
DB1:trigrat(fullratsimp(trigsimp(PI11PRIME*Sig1+PI12PRIME*Sig2+PI66PRIME*Ta1
2)));
DB2:trigrat(fullratsimp(trigsimp(PI12PRIME*Sig1+PI11PRIME*Sig2-
PI66PRIME*Ta12)));
trigrat(fullratsimp(trigsimp(DB1-DB2)));
```

7.10 Annexe 10 : D'autres résultats

La Figure 140 et la Figure 141 présentent des résultats obtenus dans des substrats provenant des mêmes briques que les substrats présentés dans le chapitre IV.

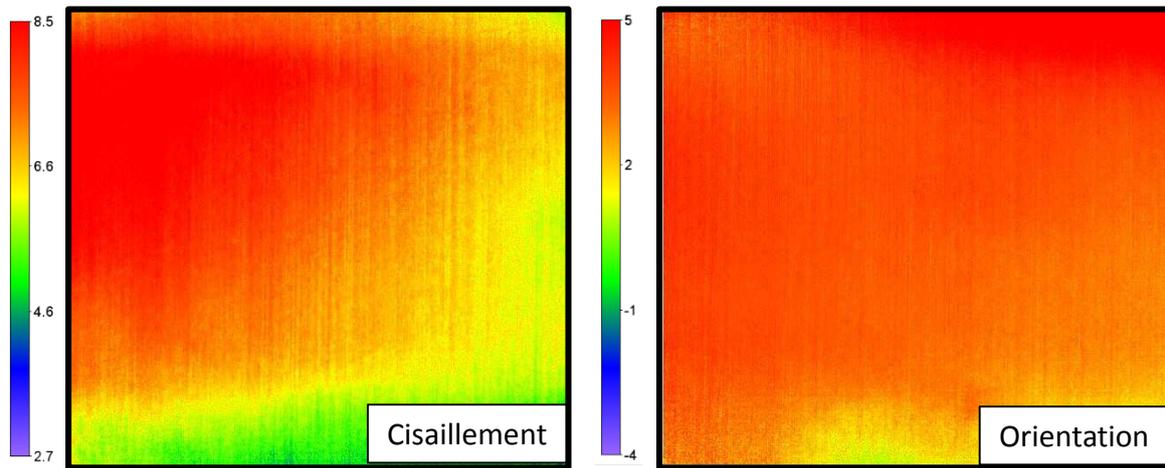


Figure 140 : Substrat monocristallin provenant de la même brique que le substrat présenté dans le chapitre IV (paragraphe 4.2.1)

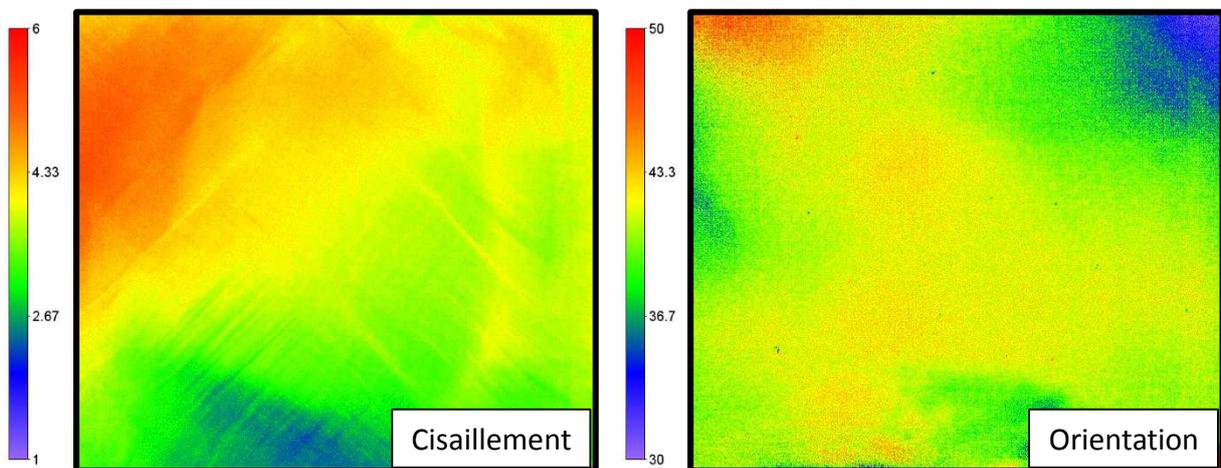


Figure 141 : Substrat monocristallin provenant de la même brique que le substrat présenté dans le chapitre IV (paragraphe 4.2.1)

Dans le cas des substrats monocristallins et de certains mono-like, la prise en compte d'un coefficient photoélastique évoluant dans le plan n'a pas beaucoup d'influence. Ce point est illustré par la Figure 142, la Figure 143 et la Figure 144.

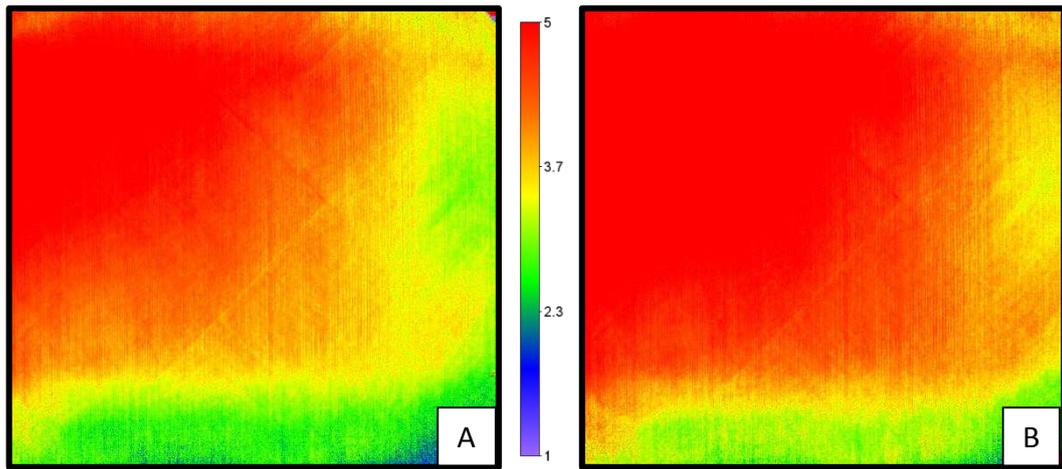


Figure 142 : Différence de répartition des valeurs du cisaillement en fonction de l'orientation de la contrainte. (A) C ne dépend pas de l'orientation de la contrainte (B) C dépend de l'orientation de la contrainte

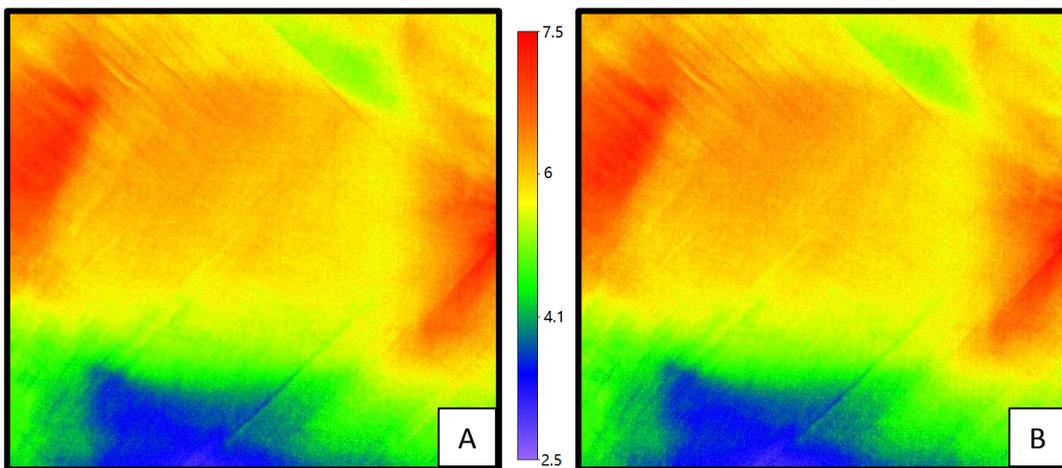


Figure 143 : Différence de répartition des valeurs du cisaillement en fonction de l'orientation de la contrainte. (A) C ne dépend pas de l'orientation de la contrainte (B) C dépend de l'orientation de la contrainte

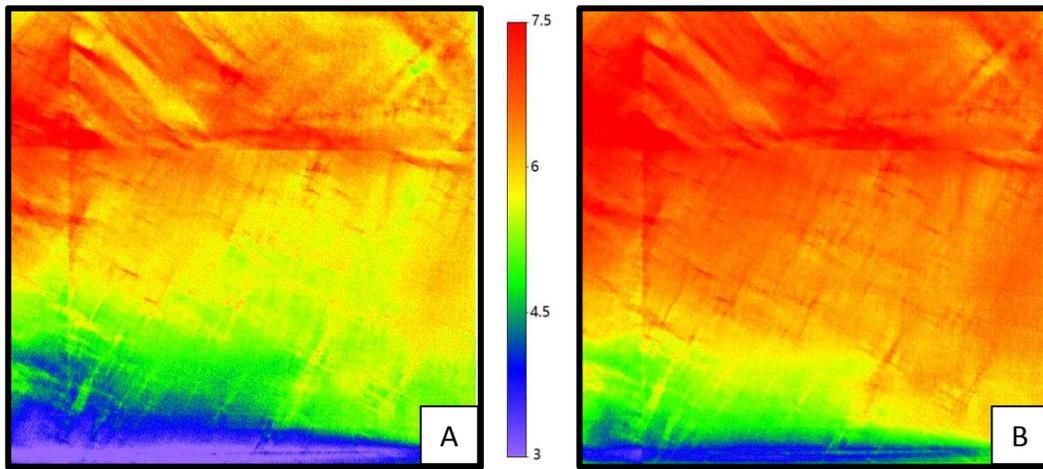


Figure 144 : Différence de répartition des valeurs du cisaillement en fonction de l'orientation de la contrainte. (A) C dépend de l'orientation de la contrainte (B) C ne dépend pas de l'orientation de la contrainte

La Figure 145 représente une visualisation tridimensionnelle de l'orientation des contraintes résiduelles dans cent cinquante-six substrats étudiés. Ces substrats proviennent d'une même brique et ont été découpés les uns à la suite des autres par procédé slurry.

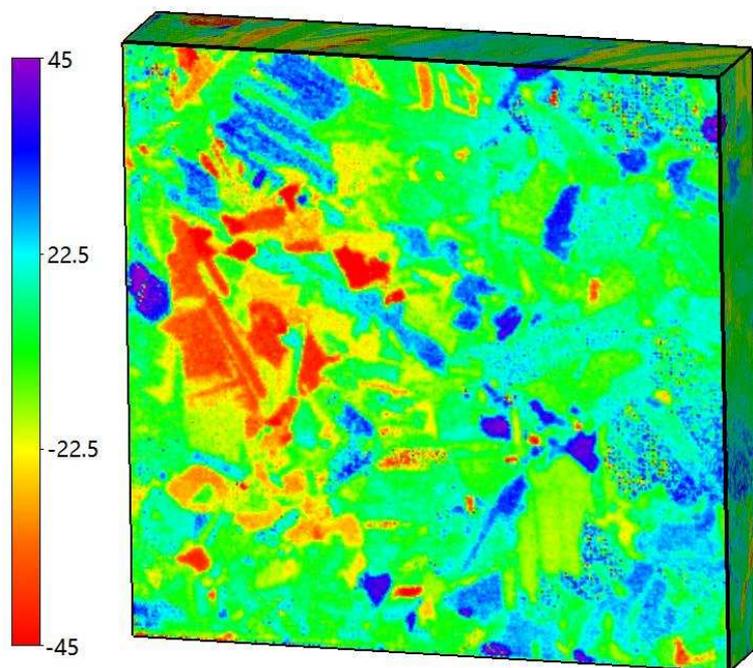


Figure 145 : reconstitution tridimensionnelle des orientations des contraintes ($^{\circ}$) dans des substrats polycristallins découpés par procédé slurry