

CALIBRATION DE LA METHODE ET VALIDATION DU LOGICIEL

Dans le but de s'assurer de l'exactitude des résultats donnés par le logiciel CrossCourt3, une série de tests ont été menés afin de valider la justesse des calculs et de calibrer la méthode.

4.1. Calibration de la méthode de mesure avec le logiciel CrossCourt

Cette étape a été effectuée dans le cadre d'une collaboration avec le laboratoire SMS des Mines de Saint-Etienne.

Un MEB Zeiss Supra 55VP est utilisé pour réaliser les mesures. L'échantillon étudié est monté sur un porte-échantillon possédant un monocristal de silicium et une grille permettant de calibrer le système HR-EBSD (l'alignement des bobines de balayage (scan rot) ; la correction du tilt dans l'image (tilt correction) et la défocalisation automatique permettant de tenir compte du changement de distance de travail avec la position sur la surface (dynamic focus)). On utilise une tension d'accélération de 20 kV, un courant de sonde d'environ 2,4 nA et une distance de travail de 18 mm. Le système EBSD est composé d'une caméra NordlysII (1344x1024 pixels) connecté au logiciel d'acquisition Channel5 avec une taille de pixel de 23,4 μm .

Les résultats sont comparés à ceux obtenus au laboratoire MSMP des Arts et Métier d'Aix-en-Provence. Le MEB est un JEOL 7001F LV, équipé d'un détecteur EBSD avec une caméra Nordlys (1344x1024 pixels). Sa calibration indique une taille de pixel de 24 μm . La tension d'accélération est de 20 kV et la distance de travail est de 20 mm.

4.1.1. Définition des paramètres d'acquisition et de traitement des diagrammes

4.1.1.1. Paramètres testés

Différents paramètres ont été testés avant et lors de l'acquisition, afin d'évaluer leur impact sur le calcul des déformations, Tableau 20. Elles peuvent provenir de la calibration du MEB/EBSD, de la préparation de l'échantillon, des paramètres d'acquisition et du traitement par le logiciel CrossCourt3.

Sources d'erreur	Tests	Résultats
Travailler sur le polissage jusqu'à l'OPU	Les échantillons ont été polis jusqu'à 1 micron et OPU en s'assurant de la meilleure planéité possible de la surface le long de l'épaisseur.	La planéité de la surface est vérifiée au microscope optique et au MEB.
Positionner correctement le barreau	Son parallélisme est vérifié au microscope optique puis au MEB.	Positionnement validé.
Orientation du détecteur	Modification des valeurs dans CrossCourt.	Entraîne une variation des déformations de $\pm 0,0001 <$ limite de détection.
Rotation du scan	Vérification du déplacement du faisceau en X et Y.	Validé
Taille du pixel de la caméra	Calibration et modification dans CrossCourt $\pm 1\mu\text{m}$.	Les ordres de grandeurs des déformations sont similaires mais les signes changent.
Tilt	Modification du tilt dans CrossCourt $\pm 1^\circ$.	Entraîne une variation des déformations de $\pm 0,0001 <$ limite de détection.
Distorsion de la CCD	Placement d'une grille derrière l'écran phosphore.	Les distorsions sont très marquées au bord de l'image (barillet). Les ROI sont à placer seulement au centre du diagramme.
Bruit de fond	Acquisition du bruit de fond défocalisé et en dehors de l'échantillon.	La défocalisation suffit.
Nombre et placement des ROI	Modification du nombre 4, 20, 40 et placement aléatoire.	Le nombre de 20 est optimisé. Le placement des ROI est nécessairement au centre et il doit être conservé aléatoire ou non pour assurer les comparaisons.

Tableau 20 : Récapitulatif des paramètres testés pour l'optimisation de l'acquisition et du traitement des cartographies EBSD.

Ces paramètres sont ainsi optimisés pour chaque acquisition. Le dernier paramètre à tester est le mode de déplacement faisceau ou platine.

4.1.1.2. Mode de déplacement faisceau ou platine

Pour cette étude, le choix s'est porté sur un échantillon de silicium monocristallin de par sa capacité de diffraction et la bonne qualité des EBSPs.

Les échantillons sont coupés sous forme de barreau de dimensions $30 \times 5 \times 0,66 \text{ mm}^3$, provenant d'un wafer. Le wafer de silicium est décrit, Figure 83, par une surface supérieure parallèle au plan (100) du silicium. Le méplat du wafer est parallèle à la direction cristalline [100].

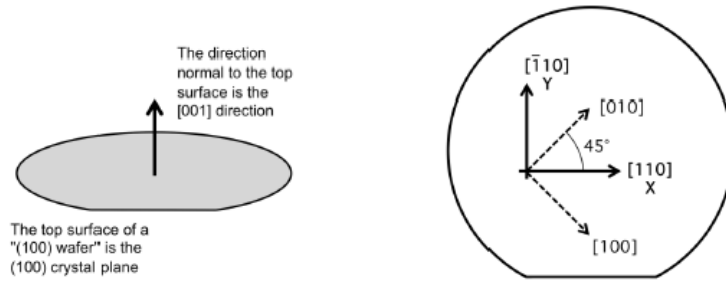


Figure 83 : Orientation cristallines d'un wafer (100).

Dans un premier temps, l'analyse est effectuée sur la face polie d'un barreau **non contraint**. Les acquisitions sont effectuées dans des conditions semblables aux laboratoires MSMP et SMS. Nous nous attendons, dans ce cas, à ne mesurer aucune déformation, c'est-à-dire obtenir des résultats inférieurs à 10^{-4} , la limite de détection.

L'échantillon est incliné à 70° , la tension d'accélération est de 20 kV. La cartographie est acquise sur $1,2 \times 0,9 \text{ mm}$ avec un pas de $100 \mu\text{m}$, soit 12 points sur x et 9 points sur y.

Dans le premier cas, l'acquisition est effectuée avec un faisceau d'électrons fixe et donc avec le **déplacement de la platine MEB**, les cartographies, Figure 84, sont obtenues.

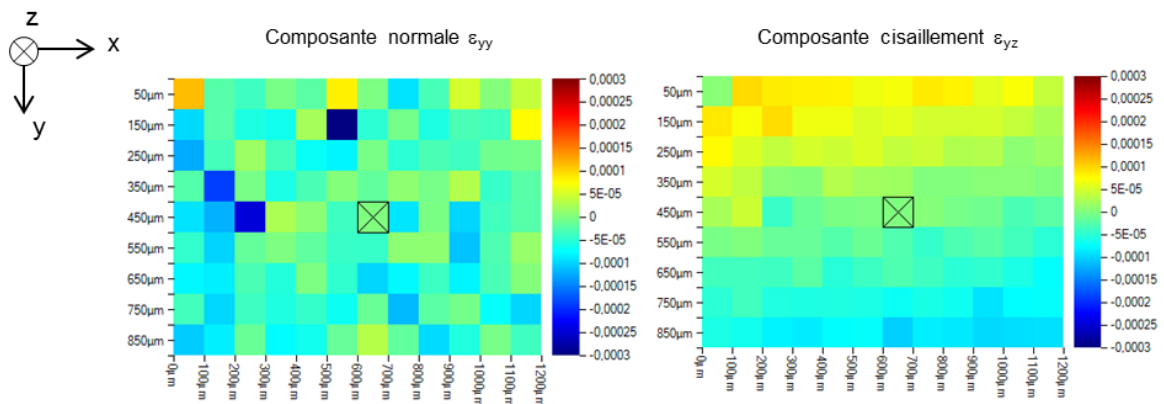


Figure 84 : Cartographies des composantes de déformation ε_{yy} et ε_{yz} lors d'une acquisition en scan job sur du silicium non contraint (pas de $100 \mu\text{m}$).

Nous constatons que les niveaux de déformation sont faibles et homogènes sur l'ensemble de la zone analysée. En effet, les valeurs maximales sont proches de 10^{-4} , la limite de détection. De plus, les déplacements sont désormais de l'ordre de 0,05 pixel sur y et 0,04 pixel sur x, en bonne correspondance avec la limite de sensibilité.

Dans le cas où l'acquisition est effectuée avec un **déplacement du faisceau** sur l'échantillon. Le déplacement du faisceau entraîne le déplacement de l'ensemble de l'EBSPs (paragraphe 3.4.2.). Le point de référence est choisi au centre de la zone d'acquisition.

Une correction est ainsi nécessaire et son application devrait permettre de retrouver des niveaux de déformation faibles. Cependant, nous constatons que ces déplacements augmentent lorsque le faisceau s'éloigne du centre. Sur la Figure 85 sont données les composantes de la déformation normale ε_{yy} et de cisaillement ε_{yz} .

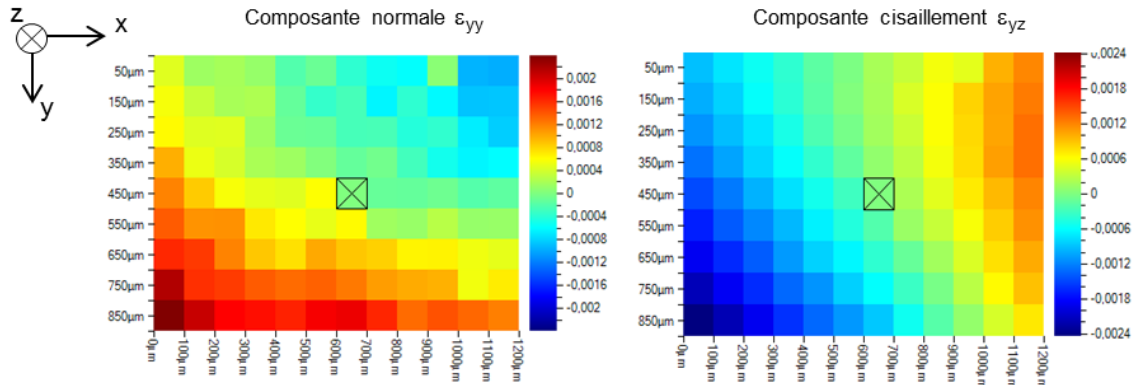


Figure 85 : Cartographies des composantes de déformation ε_{yy} et ε_{yz} lors d'une acquisition en déplacement faisceau sur du silicium non contraint (pas de 100 μm).

Le déplacement selon y peut atteindre 3 pixels et selon x, 1 pixel. Cela entraîne de forts niveaux de déformation, jusqu'à $2 \cdot 10^{-3}$.

L'analyse des cartographies avec déplacement du faisceau montre que les déplacements deviennent supérieurs à 0,05 pixel et peuvent dépasser le pixel lorsque la taille des cartographies est supérieure à $\pm 60 \mu\text{m}$ en y et $\pm 150 \mu\text{m}$ en x.

Il est ainsi nécessaire d'utiliser le déplacement de l'échantillon plutôt que celui du faisceau lorsque la zone à analyser est supérieure à ces dimensions afin d'éviter la correction qui induit de fortes erreurs. Cependant, il est important de noter que le déplacement de la platine est moins précis que celui du faisceau et cela devient délicat lorsque la zone est inférieure à 100 μm et donc que le pas d'acquisition est en dessous des 1 μm . Dans ce cas, le déplacement du faisceau est envisageable. **En effet, pour un échantillon soigneusement positionné et une cartographie de taille limitée à $\pm 60 \mu\text{m}$ en y et $\pm 150 \mu\text{m}$ en x, ce modèle de correction est satisfaisant.**

Dans le cas de cartographies de taille plus importante, il sera nécessaire de contrôler avec précision le positionnement de l'échantillon dans le microscope et la planéité de la surface de manière à éviter les artefacts liés au balayage [129]. En effet, tout écart à la planéité de la surface introduit une correction erronée de la position du point source.

4.1.1.3. Limitation de la désorientation

Un test élaboré à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, à partir de Kikuchi simulés, permet de vérifier la réponse de CrossCourt3 (CC) lorsque de fortes rotations sont introduites. Les rotations selon les axes X et Y sont imposées entre 0 et 5° avec un pas de 0,5°. Un logiciel de corrélation d'images des Kikuchi développé au SMS, StrainCorrelator (SC), est utilisé afin de comparer les résultats. Un état récent de la technique est présenté dans la référence [130]. StrainCorrelator a une option

supplémentaire de pré-rotation du cliché qui permet de redresser les diagrammes avec une forte rotation et ainsi faciliter la mesure des déplacements. En effet, la mesure des déplacements par corrélation ne donne des résultats exacts que pour deux images identiques et translattées. Lorsque la transformation mécanique du cristal génère une forte désorientation, la forme des éléments du cliché change à cause de l'effet de la projection sur l'écran. Pour seulement 3° de désorientation l'erreur atteint 10⁻³ [115]. La Figure 86 décrit la procédure de pré-rotation d'un cliché de Kikuchi de référence avec la désorientation mesurée par rapport au cliché « current », déformé.

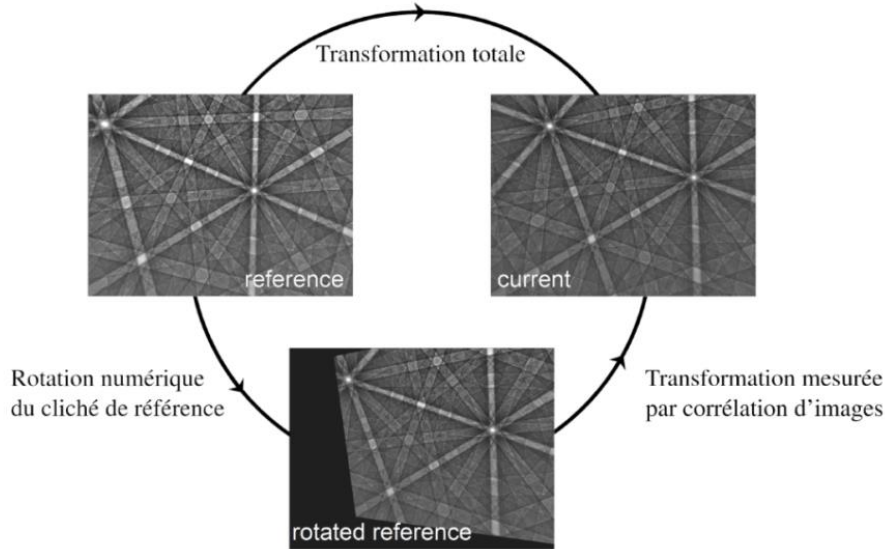


Figure 86 : Procédure de pré-rotation d'un cliché de Kikuchi avant corrélation d'images, permettant de tenir compte d'une désorientation supérieure à 1° avec le cliché de référence [115].

Cette méthode consiste à transformer l'une des deux images afin de pouvoir réaliser la corrélation sur deux clichés avec la même orientation apparente [114, 115]. En utilisant le modèle géométrique, une image est tournée numériquement de la désorientation approximative entre les deux clichés (obtenue par la mesure EBSD classique). La transformation corrigée de l'effet de rotation est estimée par corrélation d'images. La transformation totale, $\underline{\underline{F_{tot}}}$, est reconstruite comme la composition de la rotation, $\underline{\underline{F_r}}$ et de la transformation mesurée, $\underline{\underline{F_m}}$, soit $\underline{\underline{F_{tot}}} = \underline{\underline{F_r}} \cdot \underline{\underline{F_m}}$.

La cartographie test est traitée par les deux logiciels, StrainCorrelator, avec l'option de pré-rotation et CrossCourt3. La Figure 87 donne l'évolution de la hauteur du pic de la fonction de corrélation indiquant sa qualité.

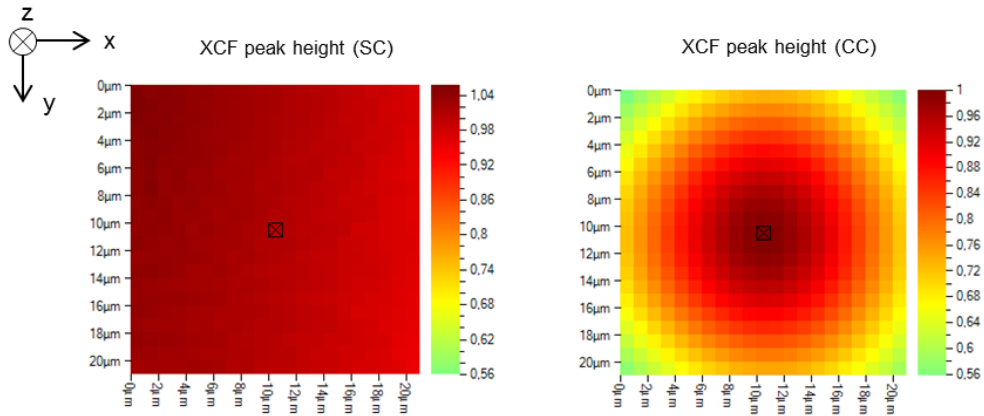


Figure 87 : Hauteur du pic de corrélation normalisée avec et sans pré-rotation des Kikuchi.

La comparaison des hauteurs de pics de corrélation, avec la pré-rotation et sans, montre que ce paramètre se dégrade et passe d'une valeur moyenne de 0,98 sur l'ensemble de la cartographie provenant de StrainCorrelator, à des valeurs largement en-dessous (jusqu'à 0,56) lorsque la désorientation dépasse les 2° sur la cartographie de CrossCourt3.

Ainsi avec le logiciel CrossCourt3, il est conseillé de vérifier que la désorientation entre les deux zones du grain analysé ne dépasse les 2°.

La justesse des calculs implémentés dans le logiciel CrossCourt3 est ensuite évaluée sur des tests simples supplémentaires.

4.1.2. Justesse des calculs

Cette étape consiste à vérifier les procédures de calcul des déformations et des contraintes du logiciel CrossCourt3, au moyen de diagrammes synthétiques, dans des cas simples avec solution analytique. Ce test a été élaboré par l'Ecole des Mines de Saint-Etienne. Les résultats sont comparés à la solution analytique et aux données du second logiciel, StrainCorrelator.

Des diagrammes EBSD pour du cuivre (Figure 88) ont été générés dans un état non-contraint (référence) et un état de contrainte plane $\sigma^{sample} = \begin{pmatrix} N & 0 & 0 \\ 0 & -N & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ avec $N = 200MPa$.

Dix orientations distinctes ont été utilisées, correspondant à l'orientation cube tournée autour de l'axe z d'un angle θ variant de 0° à 45° par pas de 5°.

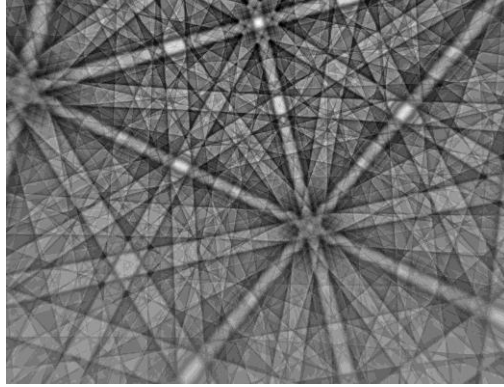


Figure 88 : EBSP de référence simulé d'un échantillon de cuivre non contraint

Les différentes composantes de déformation et de contrainte sont comparées, Tableau 21, dans les axes de l'échantillon en fonction de l'angle de rotation du cristal, pour les calculs analytiques, les mesures de StrainCorrelator et les mesures de CrossCourt3.

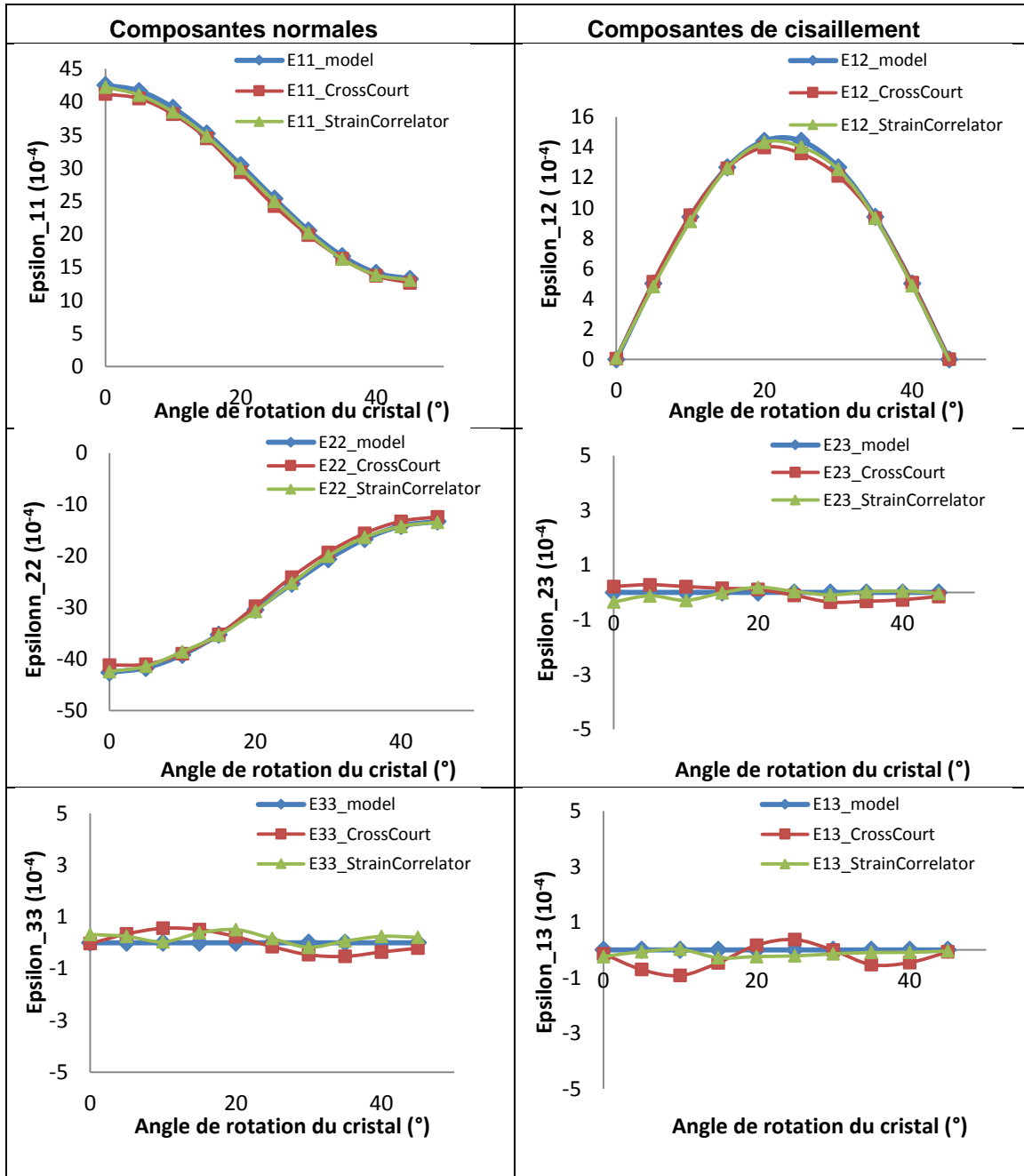


Tableau 21 : Comparaison des composantes du tenseur de déformation dans le cas de l'essai simulé entre le modèle, StrainCorrelator et CrossCourt.

Les graphiques représentant les composantes de déformation montrent un bon accord entre le modèle analytique et les mesures effectuées par les deux logiciels (dans la limite de la précision de 1×10^{-4}).

Les graphiques, Tableau 22, représentent les contraintes calculées, exprimées dans le repère de l'échantillon, en fonction de l'angle de rotation θ du cristal.

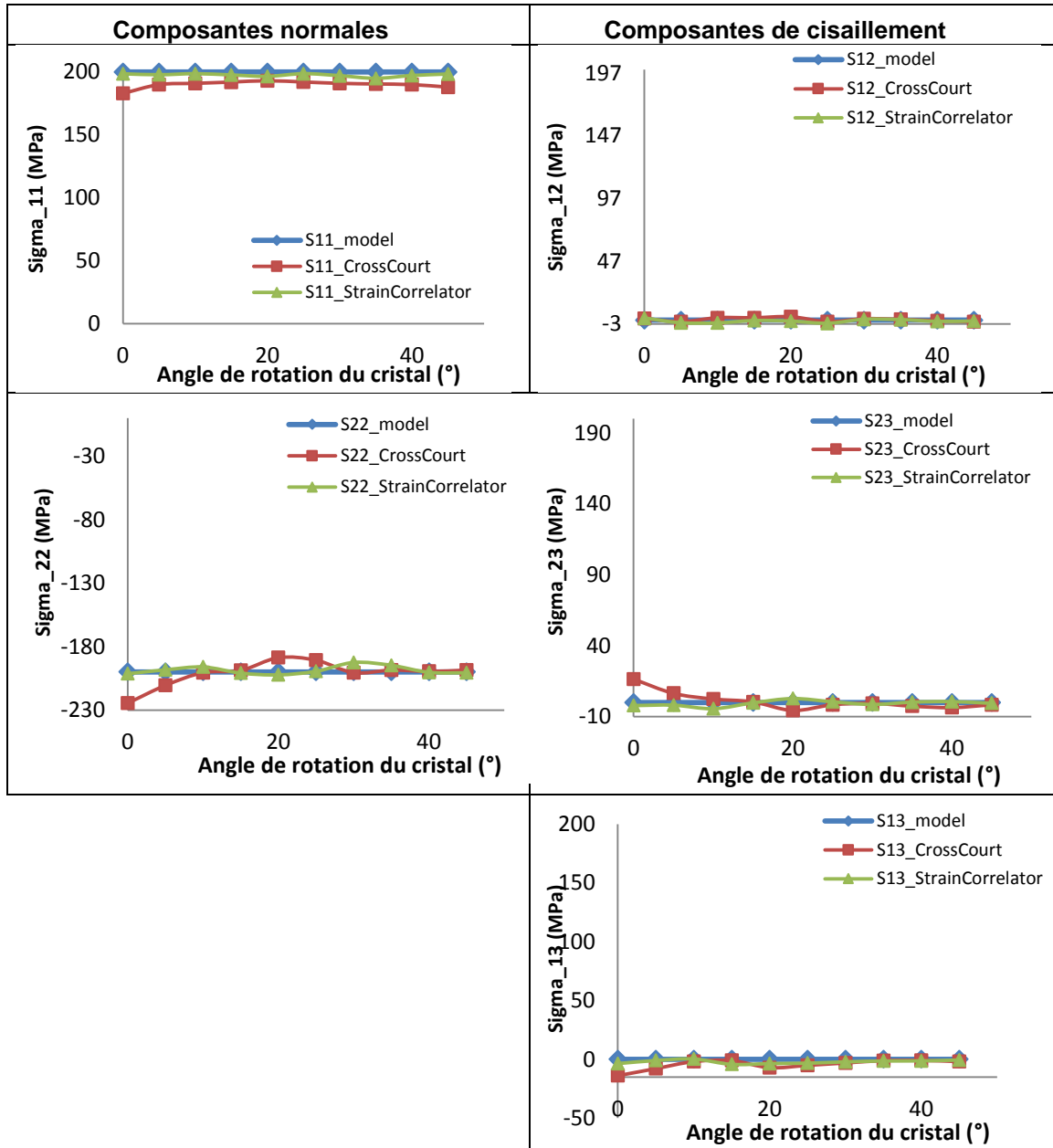


Tableau 22 : Comparaison des composantes du tenseur de contrainte dans le cas de l'essai simulé entre le modèle, StrainCorrelator et CrossCourt.

CrossCourt3 et StrainCorrelator reproduisent correctement les contraintes imposées. Cette première étape de validation du logiciel CrossCourt montre des résultats encourageants dans le cas d'un essai avec diagrammes simulés. En effet, la comparaison des composantes des tenseurs des déformations et contraintes avec le modèle est satisfaisante.

4.2. Application sur un essai de flexion 4 points

Dans un second temps, un essai mécanique simple a été choisi : un essai de flexion quatre points sur un barreau de silicium monocristallin (in-situ). Le montage est représenté sur la Figure 89.

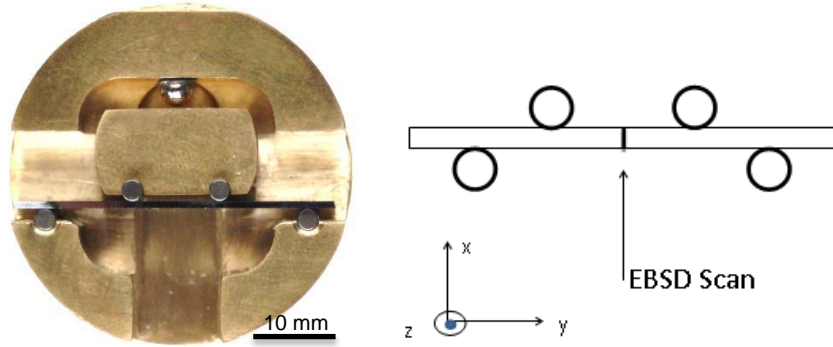


Figure 89 : Montage de l'essai de flexion 4 points sur un barreau de silicium et schéma associé.

Plusieurs lignes de 34 points ont été acquises par déplacement de la platine selon l'épaisseur (direction X) avec un pas de 20 μm . Les points expérimentaux sont comparés aux résultats attendus avec un modèle par éléments finis simulant l'essai avec une flèche de 200 μm mesurée au microscope optique (Figure 90).

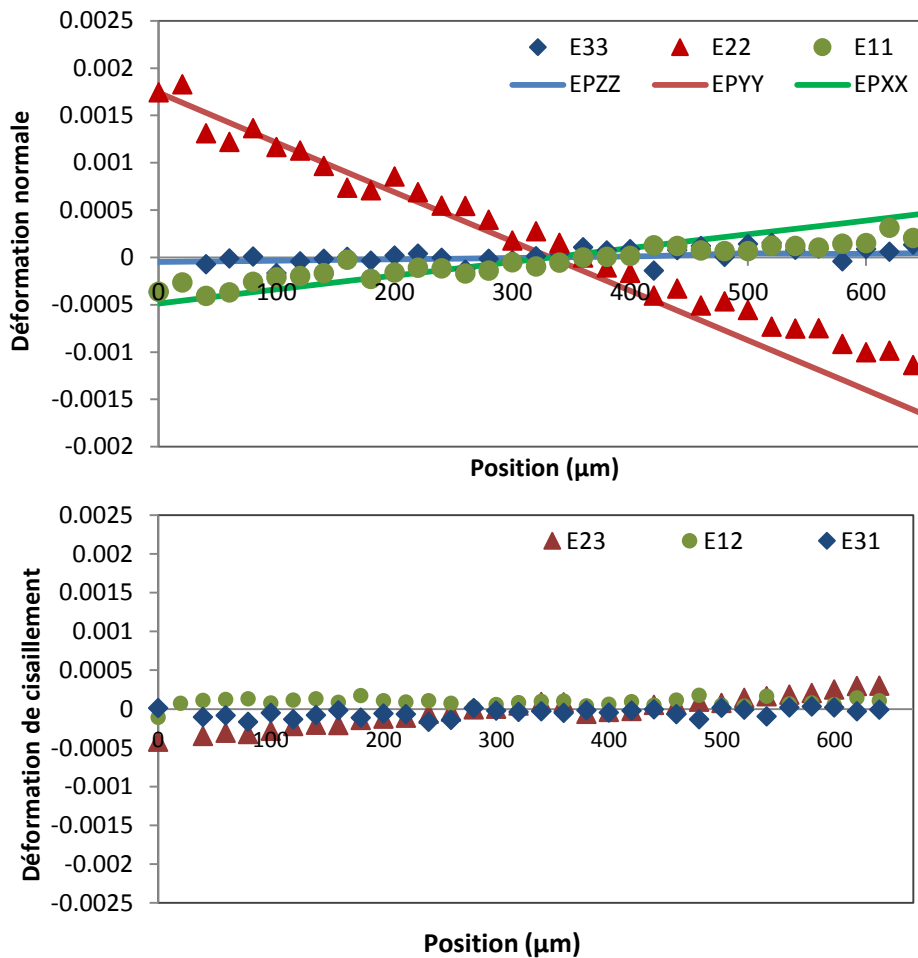


Figure 90 : Evolution des composantes de la déformation mesurées par CrossCourt3 et calculées par le modèle EF de l'essai de flexion.