HAL
open science

Développement et mise en oeuvre d'une méthode de mesure de champs de déformation à l'échelle micrométrique

Raphaël Moulart

To cite this version:

Raphaël Moulart. Développement et mise en oeuvre d'une méthode de mesure de champs de déformation à l'échelle micrométrique. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2007. Français. NNT : 2007ENAM0031 . pastel-00003212

HAL Id: pastel-00003212

https://pastel.hal.science/pastel-00003212v1

Submitted on 20 Dec 2007

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

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

N° : 2007 ENAM 0031

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

THÈSE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

de

L'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité : "Mécanique"

présentée et soutenue publiquement
par

Raphaël MOULART

le 06 décembre 2007

DÉVELOPPEMENT ET MISE EN ŒUVRE D'UNE MÉTHODE DE MESURE DE CHAMPS DE DÉFORMATION À L'ÉCHELLE MICROMÉTRIQUE

Directeur de thèse : ***Fabrice PIERRON***

Co-encadrement de la thèse : ***René ROTINAT***

Jury :

M. Thierry BRETHEAU	Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire d'ingénierie des matériaux, Paris	Président
M. Éric CHARKALUK	Chargé de Recherche CNRS HDR, Laboratoire de Mécanique de Lille	Rapporteur
M. Valéry VALLE	Professeur, Université de Poitiers	Rapporteur
M. Michel BORNERT	Ingénieur en Chef des Ponts et Chaussées, École Polytechnique de Paris	Examinateur
M. Gilles LÉRONDEL	Professeur, Université de Technologie de Troyes	Examinateur
M. Fabrice PIERRON	Professeur, ENSAM Châlons-en-Champagne	Examinateur
M. René ROTINAT	Maître de Conférences, ENSAM Châlons-en-Champagne	Examinateur

Laboratoire de Mécanique et Procédés de Fabrication
ENSAM, CER de Châlons-en-Champagne

L'ENSAM est un Grand Établissement dépendant du Ministère de l'Éducation Nationale, composé de huit centres :
AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS

À la mémoire de mon père,
Charles MOULART (1951–2007)

Table des matières

Remerciements **1**

Introduction **5**

1 Position du problème – revue bibliographique **9**
1.1 Revue des méthodes de mesure de champs cinématiques appliquées aux échelles locales (micro et nanoscopiques) . . . 9
1.1.1 Méthodes utilisant un motif périodique . . . 9
1.1.1.1 Analyse de la période du signal (par transformée de Fourier) 10
1.1.1.2 Méthodes de moiré géométrique . . . 10
1.1.1.3 Moiré interférométrique . . . 13
1.1.1.4 Analyse de la phase du signal . . . 18
1.1.2 Méthodes utilisant un motif aléatoire . . . 22
1.1.2.1 Interférométrie de speckle . . . 22
1.1.2.2 Corrélation d'images numériques . . . 26
1.2 Techniques d'investigation aux échelles locales (micro et nanoscopiques) . . . 28
1.2.1 Microscopies optiques . . . 28
1.2.1.1 Microscopie optique par reflexion . . . 28
1.2.1.2 Microscopie confocale . . . 31
1.2.1.3 Microscopie interférométrique . . . 32
1.2.2 Microscopie électronique . . . 34
1.2.3 Microscopies en champ proche . . . 36
1.2.3.1 Microscopie à effet tunnel . . . 36
1.2.3.2 Microscopie à force atomique . . . 38
1.2.3.3 Microscopie optique en champ proche . . . 39
1.2.4 Synthèse . . . 39

2 Réalisation de réseaux micrométriques **41**
2.1 Différentes techniques couramment utilisées . . . 41
2.2 Photolithographie interférentielle directe . . . 42
2.2.1 Principe . . . 42
2.2.2 Montage expérimental . . . 43

2.2.3 Gamme complète 45
2.3 Caractérisation de la forme des réseaux 46
2.4 Optimisation de réalisation des réseaux 47
2.4.1 Principe 47
2.4.2 Observation des réseaux au microscope optique par réflexion 50
2.4.3 Optimisation pour une observation au microscope interférométrique en lumière blanche 53
2.4.3.1 Métallisation 53
2.4.3.2 Optimisation 55
2.5 Conclusion 58

3 Étude du déplacement de corps rigide 61
3.1 Pourquoi étudier le déplacement de corps rigide ? 61
3.2 Déplacement de corps rigide et corrélation spatiale du bruit 61
3.3 Investigations sur l'origine de la corrélation spatiale du bruit 63
3.3.1 Focalisation des objectifs interférométriques 64
3.3.2 Vérification sur réseaux simulés 65
3.3.2.1 Réseau simulé à contraste variable 65
3.3.2.2 Réseau simulé à intensité moyenne variable 67
3.3.2.3 Conclusion 68
3.3.3 Influence de l'inclinaison d'observation 70
3.3.4 Répétabilité du phénomène 73
3.3.5 Conclusion 75
3.4 Sensibilité des cartes de déformation au déplacement de corps rigide — résolution en déformation 76
3.4.1 Choix d'une méthode de dérivation 77
3.4.1.1 Approximation de type éléments finis 78
3.4.1.2 Approximation diffuse 81
3.4.2 Évaluation de la résolution en déformation 83
3.5 Conclusion 91

4 Résultats 95
4.1 Configuration des essais mécaniques 95
4.1.1 Choix d'un matériau 95
4.1.2 Choix d'une géométrie 96
4.1.3 Conception et réalisation d'une machine de traction miniature 97
4.2 Résultats obtenus pour un faible champ ($250 \times 190\ \mu m^2$) 99
4.2.1 Réalisation des essais 100
4.2.1.1 Contrôle de la déformation moyenne 100
4.2.1.2 Mouvements de corps rigide 100
4.2.1.3 Observation de la microstructure 102
4.2.2 Résultats sur l'acier initial écroui 103
4.2.3 Résultats sur l'acier recuit 107
4.3 Résultats obtenus pour un plus grand champ (acier initial écroui) 109

4.3.1 Objectif ×20 ; zoom ×0,5 (champ : 625×475 μm^2) 109
4.3.2 Stitching 109
4.3.2.1 Problèmes rencontrés avec l'algorithme de stitching du logiciel commercial 111
4.3.2.2 Solution proposée 112
4.3.2.3 Mise en œuvre (champ : 450×340 μm^2) 114
4.3.2.4 Exploitation 114
4.3.3 Notion de volume élémentaire représentatif (VER) 120
4.4 Problèmes de tenue de réseaux — Perspectives d'amélioration 123
4.4.1 Fissuration de la résine 123
4.4.2 Augmentation de l'épaisseur de la résine 124
4.4.3 Réseaux gravés 127
4.4.4 Corrélation d'images 128
4.4.5 Conclusion 131

Conclusion et perspectives **133**

Bibliographie **135**

Liste des publications relatives au travail de thèse **143**

Liste des tableaux **145**

Table des figures **151**

Remerciements

Un travail de thèse est un travail personnel qui reflète l'aptitude du candidat à s'approprier un sujet de recherche et à mettre tous les moyens en œuvre pour le faire aboutir. Néanmoins, il serait illusoire de nier l'importance de l'aide et des conseils qui peuvent lui être prodigués au cours de ce projet. Je commencerai donc ce document en adressant quelques remerciements.

En premier lieu, il me faut signaler que ce sujet de thèse fait partie du projet « NANO-DEF » financé dans le cadre d'un contrat de plan état-région. Que les deux acteurs financiers que sont le ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche et le conseil régional de la région Champagne-Ardenne soient ici remerciés.

Je tiens à remercier les membres de mon jury :

- Monsieur Thierry BRETHEAU, Directeur de Recherche CNRS au Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Paris, pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse et de le présider.
- Messieurs Eric CHARKALUK, Chargé de Recherche CNRS habilité à diriger les recherches au Laboratoire de Mécanique de Lille, et Valéry VALLE, Professeur des Universités à l'Université de Poitiers, pour avoir accepté de juger ce manuscrit et pour leurs deux rapports élogieux.
- Monsieur Michel BORNERT, Ingénieur en Chef des Ponts et Chaussées à l'École Polytechnique de Paris, pour sa présence très appréciée en tant qu'examinateur.
- Monsieur Gilles LÉRONDEL, Professeur des Universités à l'Université de Technologie de Troyes, pour sa présence en tant qu'examinateur et partenaire du projet « NANO-DEF » et pour son aide sur les aspects « marquage des surfaces » durant cette thèse.
- Monsieur René ROTINAT, Maître de Conférences au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, mon co-directeur de thèse, pour m'avoir grandement aidé tout au long de ces trois années tant sur l'aspect scientifique que sur la mise en place de moyen expérimentaux. Son implication « sur le terrain » m'aura permis de bénéficier de

son expérience en matière de montages optiques et d'entreprendre avec lui bon nombre de discussions dont résulte une amitié sincère et partagée.

- Monsieur Fabrice PIERRON, Professeur des Universités au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, mon directeur de thèse et directeur du Laboratoire de Mécanique et Procédés de Fabrication, pour son apport scientifique, bien évidemment, mais également pour m'avoir ouvert les portes de son laboratoire ainsi que celles de la recherche grâce à ses conseils avisés au moment où j'ai eu à faire le choix, bénéfique, d'entreprendre une carrière scientifique.

Je tiens également à remercier quelques personnes pour leur aide sur des aspects précis de ce travail :

- Monsieur François MAQUIN, Maître de Conférences au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, pour la pré-étude de faisabilité de réalisation de réseaux micrométriques entreprise avant mon arrivée en thèse ;
- Monsieur Stéphane AVRIL, Maître Assistant à l'École des Mines de Saint-Étienne, pour son apport quant aux algorithmes de lissage-dérivation ;
- Monsieur Daniel MAQUIN, Professeur Agrégé au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, ainsi que Messieurs Fabien BOURIN, Bertrand BOUTILLER, Kévin GILQUIN, Julien HERBER et Alexandre POINSIGNON, les étudiants ITII qui ont travaillé sur le sujet pour leur aide sur la conception et la réalisation de la machine de traction miniature ;
- Madame Laurence FOUILLAND-PAILLÉ et Mademoiselle Anne HUGUET, respectivement Maître de Conférences et Professeur du cadre ENSAM au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, pour leur aide sur les aspects matériaux, préparation de surface et observation micrographique ;
- Messieurs Cédric PERSON et Joël DLEVAQUE, respectivement Assistant Ingénieur et Technicien au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, pour leur aide technique au quotidien.

Je souhaiterais également mentionner Monsieur Alain GIRAUDEAU, Maître de Conférences au centre Arts et Métiers Paristech de Châlons-en-Champagne, qui a été mon tuteur pédagogique dans le cadre du Monitorat durant ces trois années, pour nos nombreuses conversations informelles qui m'ont énormément apporté quant à la pratique de l'enseignement. Qu'il trouve ici l'expression de la reconnaissance de son plus fidèle « disciple ».

Enfin, je souhaiterais remercier toutes les personnes du laboratoire pour m'avoir accueilli très chaleureusement et plus particulièrement — outre les personnes qui ont déjà pu être citées — Régine GEOFFROY et Lætitia LEBRUN-MIARD.

Je terminerai par remercier mes proches : mes amis Maria, Christelle, Charles, Anthony, Daniel ; ma famille et en particulier ma mère pour sa patience et son soutien. Enfin, je tiens à remercier à titre posthume mon père qui, jusqu'au bout, aura été mon meilleur soutien et qui, à ce titre, est pour beaucoup dans l'accomplissement de ce travail. Ce document et ce travail de thèse lui sont dédiés en témoignage de l'immense gratitude que je lui porte.

Introduction

La connaissance précise du comportement mécanique des matériaux nécessite souvent une étude des phénomènes physiques à l'échelle des hétérogénéités. En effet, le comportement global d'un matériau peut être prédit à partir de données microscopiques pertinentes par l'intermédiaire de lois d'homogénéisation. Il existe de nos jours un grand nombre de ces lois qui s'avèrent très performantes. Néanmoins, la difficulté majeure d'une telle approche reste la détermination des propriétés locales. En particulier, la caractérisation des composants individuels (monocristal dans le cas d'un métal, fibre et matrice pour un matériau composite) ne suffit pas à rendre compte de la richesse du comportement du matériau global étant donné que les interactions des composants (joints de grains d'un métal, interphase fibre/matrice d'un composite), souvent à l'origine même des propriétés à l'échelle macroscopique, ne sont alors pas connues. L'évaluation expérimentale des déplacements et des déformations peut ainsi apporter une contribution à l'amélioration de la connaissance du comportement micromécanique. Or, à l'échelle du micromètre, les mesures ponctuelles (avec des jauges d'extensométrie par exemple) ne sont plus utilisables car elles ne rendent pas compte de l'hétérogénéité du comportement. De nouvelles techniques doivent donc être développées. Une alternative intéressante et prometteuse réside dans l'utilisation des mesures de champs. Cependant, peu de ces techniques sont « opérationnelles » à ces échelles. Dans ce contexte, le développement de méthodes quantitatives de mesure de déplacements et de déformations est un champ d'investigation de grand intérêt et reste encore de nos jours un défi scientifique ouvert.

Ce travail s'inscrit dans cette thématique et, plus particulièrement, en tant que contribution à la meilleure compréhension du comportement local des alliages métalliques. Il a pour objet le développement et la mise en œuvre d'une méthode de microextensométrie de champ.

Une méthode bien connue à l'échelle macroscopique pour ses bonnes performances (résolution, résolution spatiale), la *méthode de la grille*, est adaptée dans ce travail afin d'obtenir une résolution spatiale compatible avec l'ordre de grandeur des hétérogénéités, estimé ici à

quelques microns. Pour ce niveau de résolution, l'utilisation de techniques optiques de numérisation est encore envisageable. C'est pourquoi un *microscope interférométrique en lumière blanche* a finalement été choisi pour réaliser les images numériques des régions d'intérêt qui seront ensuite traitées par l'algorithme de décalage de phase spatial de la *méthode de la grille*.

La première application de cette méthode à laquelle ce mémoire est en partie consacré concerne l'étude du comportement élasto-plastique local d'alliages métalliques (et plus précisément ici un acier ferritique).

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres.

Le premier situe ce travail dans son contexte scientifique en réalisant un état de l'art des méthodes de mesure de champs cinématiques utilisées aux échelles locales (micro et nanométriques). Pour chaque méthode, le concept général et les performances métrologiques sont rappelés avant de faire un inventaire des applications qui peuvent exister aux échelles locales. À l'issue de cette revue bibliographique, il apparait que la *méthode de la grille* n'a jamais été utilisée à l'échelle micrométrique et ce, malgré les bonnes performances dont elle bénéficie. Ce travail s'attachera donc à l'adapter à cette échelle. L'observation du champ aux échelles souhaitées nécessitant une technique de visualisation adaptée, un bref tour d'horizon des différentes techniques de microscopies (optiques, électroniques et à champ proche) est ensuite réalisée à l'issue duquel le *microscope interférométrique en lumière blanche* apparait comme la technique de numérisation toute indiquée pour ce travail.

La *méthode de la grille* nécessite qu'un motif périodique soit disposé sur la surface à étudier puisque c'est au travers de l'étude de la variation de la phase de ce signal périodique qu'est déterminée la cinématique de la surface. Le deuxième chapitre s'intéresse à la réalisation de réseaux micrométriques sur les éprouvettes métalliques. Différentes techniques permettant la réalisation de tels réseaux sont dans un premier temps passées en revue. Parmi elles, la *photolithographie interférentielle directe* est choisie. Celle-ci consiste à reproduire sur une résine photosensible étalée à la surface de l'éprouvette les franges d'interférences de deux faisceaux laser collimatés. La mise au point d'un banc optique de réalisation de réseaux est alors proposée. Il apparaît ensuite nécessaire d'optimiser les paramètres d'obtention de ces réseaux afin de minimiser le bruit de phase (et donc la résolution en déplacement de la méthode).

Le troisième chapitre traite de l'étude des déplacements de corps rigide et de leur influence sur la résolution de la méthode. Les techniques de dérivation numérique du champ de déplacement qui seront utilisées pour obtenir les champs de déformation dans la suite du travail sont également présentées avant que ne soit caractérisée la résolution en déformation de la méthode.

Le quatrième et dernier chapitre présente la première application mécanique de la méthode. Il s'agit d'une étude des déformations élasto-plastiques d'un acier ferritique soumis à

de la traction simple. Un certain nombre de précautions expérimentales sont indiquées. Une méthode permettant d'augmenter le champ d'observation est proposée. Celle-ci conduit à une discussion sur la notion de volume élémentaire représentatif et à sa détermination expérimentale. Enfin, le chapitre se termine par la présentation de quelques perspectives d'amélioration à court terme.

Chapitre 1
Position du problème – revue bibliographique

1.1 Revue des méthodes de mesure de champs cinématiques appliquées aux échelles locales (micro et nanoscopiques)

Dans cette section, un état de l'art des mesures de champs cinématiques aux échelles locales est proposé. Après avoir rappelé le principe de chaque méthode ainsi que ses avantages et ses inconvénients, son applicabilité aux échelles locales est discutée et les applications éventuelles sont présentées.

À cette échelle, outre les paramètres habituels de choix d'une méthode (nature du motif, algorithmes de détection et de traitement), un autre critère doit être pris en compte : la méthode de détection (microscopies optiques, microscopie électronique ou microscopie à champ proche) — Ce point particulier fera l'objet de la section 1.2. En conséquence, la classification des méthodes présentées se fera selon les trois niveaux suivants :

- la nature du motif codant la surface à étudier ;
- le type d'algorithme utilisé pour extraire le paramètre pertinent ;
- le type de microscope utilisé pour détecter le signal.

1.1.1 Méthodes utilisant un motif périodique

Ces méthodes utilisent un même motif qui se répète de manière périodique le long de la surface à étudier (points, indents ou le plus souvent lignes unidirectionnelles ou croisées) : on parle de réseau ou de grille. Ces réseaux peuvent être obtenus par différentes techniques ; celles-ci seront brièvement présentées pour une application à l'échelle locale en section 2.1. Elles permettent selon le cas d'avoir accès au champ de déplacement (méthodes de démodulation de phase) voire même directement au champ de déformation (analyse spectrale). Leur principal avantage est la maîtrise de leur résolution spatiale dépendant directement du pas du réseau utilisé.

1.1.1.1 Analyse de la période du signal (par transformée de Fourier)

La transformée de Fourier généralise la théorie des séries de Fourier en associant à toute fonction intégrable un spectre continu de fréquences. La fonction sera alors représentée comme la somme infinie de toutes les fonctions harmoniques des fréquences du spectre.

Pour un signal bidirectionnel $f(x,y)$ tel qu'une image, la formulation mathématique de la transformée de Fourier est donnée par l'équation 1.1 :

$$\mathscr{F}(u,v) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x,y) e^{-i(ux+vy)} dx dy. \tag{1.1}$$

En appliquant la transformée de Fourier sur plusieurs sous-régions de l'image d'un réseau, un pic d'ordre 0 va apparaître ainsi que quatre pics d'ordre 1 et -1 (fréquence de la première harmonique) et ainsi de suite. En comparant ces pics avant et après déformation, il est possible de remonter jusqu'aux trois composantes de déformations planes ainsi qu'à la rotation de solide rigide pour chaque sous-région [1–3]. En effet, si, localement, dans une direction donnée, p_0 est le pas du réseau avant déformation et p_1 le pas après déformation, la déformation longitudinale est donnée par :

$$\varepsilon = \frac{p_1 - p_0}{p_0} = \frac{f_0}{f_1} - 1. \tag{1.2}$$

Cette méthode est dite « semi-globale » car elle permet de déterminer les valeurs moyennes de déformation pour une sous-région. Pour reconstituer ensuite une cartographie de l'image, il faut effectuer un balayage de celle-ci. Ceci induit une résolution spatiale prenant pour valeur la taille de la sous région (devant contenir au moins une dizaine de périodes). Cependant, son principal intérêt réside dans sa capacité à fournir directement des valeurs de déformation sans passer par le déplacement ce qui évite une opération de dérivation numérique augmentant le bruit.

Cette méthode est parfaitement applicable aux échelles locales quel que soit le mode d'imagerie utilisé dès lors qu'on est en présence d'un motif périodique. Cependant, cette technique n'a été mise en œuvre jusqu'à maintenant que pour des applications méso et macroscopiques.

1.1.1.2 Méthodes de moiré géométrique

Le moiré est un phénomène d'interférence géométrique qui apparait lors de la superposition de deux motifs présentant chacun une périodicité. Celui-ci peut s'observer pour différents motifs : réseaux de lignes ou de points parallèles, motifs périodiques radiaux ou concentriques, ... [4].

La mécanique expérimentale s'intéresse plus particulièrement au phénomène de moiré pouvant apparaitre entre deux réseaux parallèles [5]. Considérons deux réseaux parallèles de fréquences f_1 et f_2 voisines selon un axe x. Pour simplifier les calculs, on supposera leurs motifs comme étant deux fonctions de transparence sinusoidales ; celles-ci sont données par :

$$\begin{array}{rcl} t_1(x) & = & t_{1_0}\left[1+\gamma_1\cos(2\pi f_1 x)\right] \\ t_2(x) & = & t_{2_0}\left[1+\gamma_2\cos(2\pi f_2 x)\right] \end{array}, \tag{1.3}$$

où t_{1_0} et t_{2_0} sont les transparences moyennes et γ_1 et γ_2 les contrastes locaux.

La transparence résultant de la superposition de ces deux fonctions sera donnée par leur produit :

$$\begin{array}{rcl} t(x) & = & t_1(x)\times t_2(x) \\ & = & t_{1_0}t_{2_0}\left[1+\gamma_1\cos(2\pi f_1 x)+\gamma_2\cos(2\pi f_2 x)+\gamma_1\gamma_2\cos(2\pi f_1 x)\cos(2\pi f_1 x)\right] \\ & = & t_{1_0}t_{2_0}\left\{1+\gamma_1\cos\left[2\pi f_1 x\right]+\gamma_2\cos\left[2\pi f_2 x\right]+\dfrac{\gamma_1\gamma_2}{2}\cos\left[2\pi\left(f_1+f_2\right)x\right]\right. \\ + & & \underbrace{\left.\dfrac{\gamma_1\gamma_2}{2}\cos\left[2\pi\left(f_1-f_2\right)x\right]\right\}}_{\text{terme de moiré}}. \end{array} \tag{1.4}$$

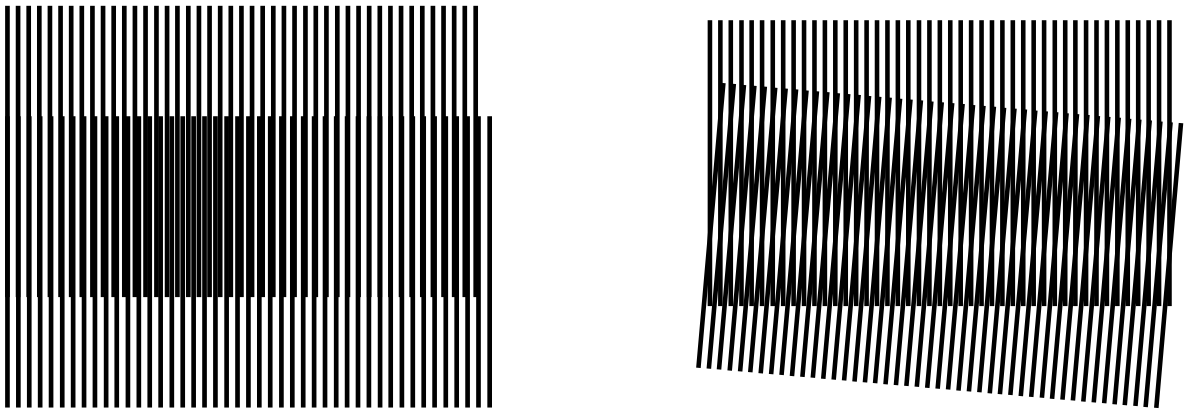
Le dernier terme de l'équation 1.4 correspond au terme de moiré de fréquence $f=|f_1-f_2|$ (fig. 1.1(a)).

Le même raisonnement peut être tenu pour des réseaux de même pas mais légèrement inclinés l'un par rapport à l'autre. On introduit alors le vecteur fréquence spatiale : $\vec{F}=f\vec{u}$, où $\vec{u}$ est un vecteur unitaire de la direction qui présente la périodicité (qui était l'axe x dans la démonstration précédente).

Considérons un réseau de fréquence f selon l'axe x et un autre de même fréquence mais incliné d'un angle θ par rapport au précédent. Leurs vecteurs fréquences spatiales sont respectivement : $\overrightarrow{F_1}=f\vec{\imath}$ et $\overrightarrow{F_2}=f\left(\cos\theta\vec{\imath}+\sin\theta\vec{\jmath}\right)$.

Les franges de moiré résultant de la superposition de ces deux réseaux auront un vecteur fréquence spatiale $\overrightarrow{F}=\overrightarrow{F_1}-\overrightarrow{F_2}=f\left[(1-\cos\theta)\vec{\imath}-\sin\theta\vec{\jmath}\right]$ (fig. 1.1(b)).

Si une des deux grilles est rendue solidaire de la surface à étudier et qu'on lui superpose une grille transparente de même pas qu'on appelera « grille de référence », des franges de moiré vont apparaître si l'échantillon se déforme ou s'il subit une rotation. Ces franges représentent des lignes d'isovaleurs du déplacement selon une direction perpendiculaire à la grille de référence (notée x). Entre deux franges blanches ou noires successives, le déplacement est égal au pas de référence. La composante du champ de déformation normale à cette grille de référence peut donc être calculée sur une région d'intérêt par la relation :



(a) Moiré de réseaux de pas voisins

(b) Moiré de réseaux de même pas inclinés entre eux

FIG. 1.1 : Principe du phénomène de moiré.

$$\varepsilon_x = \frac{u_x}{l_x} = \frac{N_x \times p}{l_x}, \tag{1.5}$$

où u_x est le déplacement total sur la région d'intérêt, N_x est le nombre de franges présentes à l'intérieur de la région d'intérêt, p le pas de la grille de référence et l_x la longueur de la région d'intérêt (dans la direction x considérée).

Pour savoir si cette déformation est positive (traction) ou négative (compression), il suffit de tourner la grille de référence ; si les franges de moiré tournent selon le même sens, la déformation est positive, sinon, celle-ci est négative.

La méthode de moiré, telle qu'elle vient d'être présentée, est elle aussi « semi-globale ». En outre, le comptage des franges de moiré se fait manuellement donc avec une faible résolution ($\simeq$ 0,5). La méthode est donc relativement peu performante mais peut être améliorée par la mise en œuvre d'un algorithme de démodulation de phase (voir la sous-section 1.1.1.4). Néanmoins, le moiré reste une méthode facile à mettre en œuvre et relativement intuitive qui permet de mettre en évidence des cinématiques compliquées de manière qualitative.

Les méthodes de moiré sont largement employées à l'échelle nanoscopique pour étudier notamment les systèmes micro-electro-mécaniques (ou MEMS pour *Micro-Electro-Mechanical Systems*). Cependant, compte-tenu des échelles, la grille de référence se trouve dématérialisée.

Ainsi, on trouve en premier lieu les moirés de balayage pour lesquels la grille de référence est constituée des lignes de balayage du système d'acquisition.

- La référence peut ainsi être constituée par le réseau de pixels d'une caméra CCD enregistrant l'image de l'échantillon au travers d'un microscope optique [6]. Cette technique

permet d'étudier des grilles de pas pouvant descendre jusqu'à 4 μm. La sensibilité en déformation est directement l'inverse du nombre de lignes utilisées pour enregistrer l'image. Cette mise en œuvre pour étudier les déformations plastiques d'un échantillon d'aluminium en traction, ne permet pas de détecter les petites déformations.

- Pour atteindre des pas plus faibles, le moiré électronique est utilisé. Les lignes de balayage du faisceau électronique d'un MEB constituent la référence [7]. Les pas de grille peuvent alors descendre jusqu'à 100 nm [8]. Les lignes d'un faisceau ionique peuvent aussi être utilisées [9]. Le moiré électronique est le plus souvent utilisé pour une étude globale des MEMS, c'est-à-dire pour obtenir une valeur moyenne de la déformation locale afin de déterminer les propriétés micro-mécaniques des microsystèmes supposés homogènes et isotropes (il ne s'agit donc pas à proprement parler de « mesure de champs ») [10–12].
- Les pas sub-nanométriques sont atteints par l'utilisation de la microscopie en champ proche (microscopes à force atomique ou à effet tunnel) [13–15]. Les réseaux atomiques de certains substrats (mica ou graphite) peuvent servir eux-mêmes de grille d'échantillon [13].

La grille de référence peut également être générée numériquement : on parle alors de méthodes de moiré assisté par ordinateur [16]. Ceci impose à l'intrument de mesure de résoudre les lignes du réseau de l'échantillon (et donc, d'avoir un pouvoir de résolution supérieur à celui nécessaire pour le moiré classique). Les opérations de combinaison des deux réseaux peuvent alors être de différentes natures (puisqu'elles ne correspondent plus à un phénomène physique) : arithmétiques (addition, soustraction, multiplication) ou logiques si les réseaux sont binarisés (ET, OU, OU exclusif). Le moiré assisté par ordinateur a été appliqué à l'étude d'un composite à matrice métallique (Al-SiC) à l'échelle micrométrique à l'aide d'une grille d'échantillon de pas de 833 nm [17]. L'étude a permis d'expliquer la rupture prématurée du composite.

1.1.1.3 Moiré interférométrique

Phénomène d'interférence [18] Le phénomène d'interférence se produit lorsque l'intensité de la superposition de deux ondes lumineuses n'est pas égale à la somme de leurs intensités. Ce phénomène est dû à la nature ondulatoire de la lumière. Pour simplifier le raisonnement, on considère deux ondes lumineuses monochromatiques de longueur d'onde λ, isochrones (de même pulsation) et polarisées rectilignement. Les champs électriques de ces deux ondes sont donnés par l'équation 1.6 :

$$\begin{cases} E_1 &= A_1 \cos(\omega t - \phi_1) \\ E_1 &= A_1 \cos(\omega t - \phi_1) \end{cases}, \tag{1.6}$$

où A_1, A_2 sont les amplitudes, ω la pulsation et ϕ_1, ϕ_2 les phases à l'origine. Pour simplifier le calcul, on fait intervenir l'expression complexe du champ électrique (équation 1.7).

$$\left\{\begin{array}{lllll} \underline{E_1} & = & A_1 e^{-i\omega t} e^{i\phi_1} & = & \underline{A_1} e^{-i\omega t} \\ \underline{E_2} & = & A_2 e^{-i\omega t} e^{i\phi_2} & = & \underline{A_2} e^{-i\omega t} \end{array}\right. . \tag{1.7}$$

où $\underline{A_1}$ et $\underline{A_2}$ sont les amplitudes complexes. Si ces deux ondes interfèrent, le champ électrique complexe résultant en un point M est donné par :

$$\underline{E}(M) = \underline{E_1}(M) + \underline{E_2}(M) = \left(\underline{A_1} + \underline{A_2}\right) e^{-i\omega t} = \underline{A} e^{-i\omega t}. \tag{1.8}$$

L'intensité lumineuse est donnée par le produit de l'amplitude complexe et de l'amplitude complexe conjuguée :

$$\underline{I}(M) = \underline{A}(M) \times \underline{A}^*(M). \tag{1.9}$$

Celle-ci oscille donc entre deux valeurs extrêmes $I_{\max}$ (lorsque les faisceaux 1 et 2 sont en phase c'est-à-dire pour $\phi_1 = \phi_2$) et $I_{\min}$ (lorsque les faisceaux 1 et 2 sont en opposition de phase c'est-à-dire pour $\phi_1 = \phi_2 \pm \pi$). Les valeurs de $I_{\min}$ et $I_{\max}$ sont données par l'équation 1.10 :

$$\left\{\begin{array}{lllll} I_{\min} & = & (A_1 - A_2)^2 & = & \left(\sqrt{I_1} - \sqrt{I_2}\right)^2 \\ I_{\max} & = & (A_1 + A_2)^2 & = & \left(\sqrt{I_1} + \sqrt{I_2}\right)^2 \end{array}\right. . \tag{1.10}$$

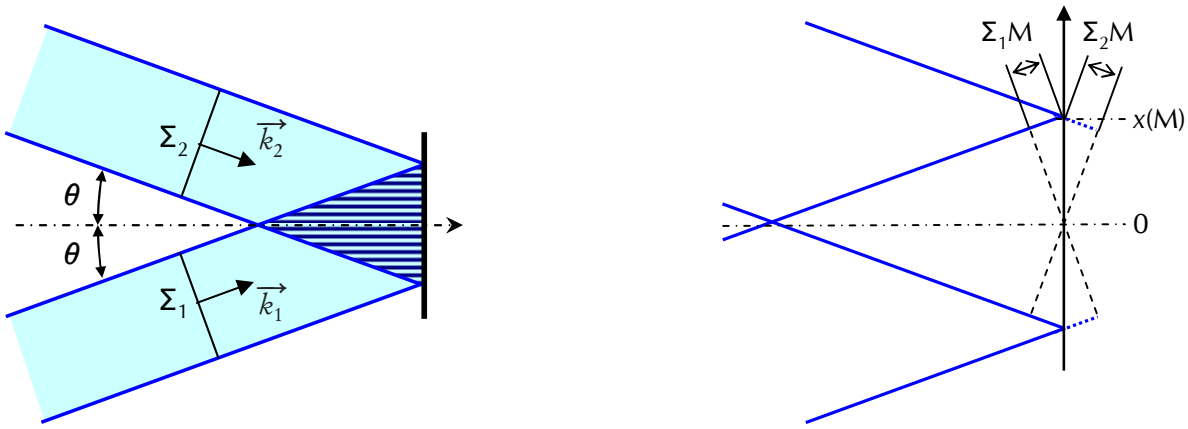
On a donc apparition de franges d'interférence. Expérimentalement, on définit leur contraste par le facteur de visibilité V :

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} = \frac{2\sqrt{I_1 I_2}}{I_1 + I_2}. \tag{1.11}$$

Celui-ci est toujours inférieur ou égal à 1 ; il sera maximum pour $I_1 = I_2 = I_0$. Dans ce dernier cas, l'équation 1.9 devient :

$$I(M) = I_0 \left[1 + V \cos(\phi_2 - \phi_1)\right]. \tag{1.12}$$

Si on considère un montage d'interférence de deux ondes de plans d'onde respectifs Σ_1 et Σ_2 et de vecteurs d'onde $\overrightarrow{k_1}$ et $\overrightarrow{k_2}$ tel que celui de la figure 1.2(a), la différence de phase $\phi_2 - \phi_1$ en un point M est amené par la différence de marche δ entre les faisceaux 1 et 2 en ce même point.



(a) Vue d'ensemble (b) Détail

FIG. 1.2 : Interférences de deux ondes lumineuses.

$$\phi_2(M) - \phi_1(M) = \frac{2\pi}{\lambda}(\Sigma_2 M - \Sigma_1 M) = \frac{2\pi}{\lambda}\delta(M). \tag{1.13}$$

Sur la figure 1.2(b), le long de l'axe x, $\Sigma_1 M = -x\sin\theta$ et $\Sigma_2 M = x\sin\theta$, d'où finalement $\delta = 2x\sin\theta$.

Le pas p des franges d'interférence (ou l'interfrange) dans un plan contenant l'axe x sera la différence des abscisses d'un point M_1 et d'un point M_2 tel que :

$$(\phi_2(M_2) - \phi_1(M_2)) - (\phi_2(M_1) - \phi_1(M_1)) = 2\pi, \tag{1.14}$$

$$\delta(M_2) - \delta(M_1) = \lambda, \tag{1.15}$$

$$2 \times (x(M_2) - x(M_1))\sin\theta = \lambda, \tag{1.16}$$

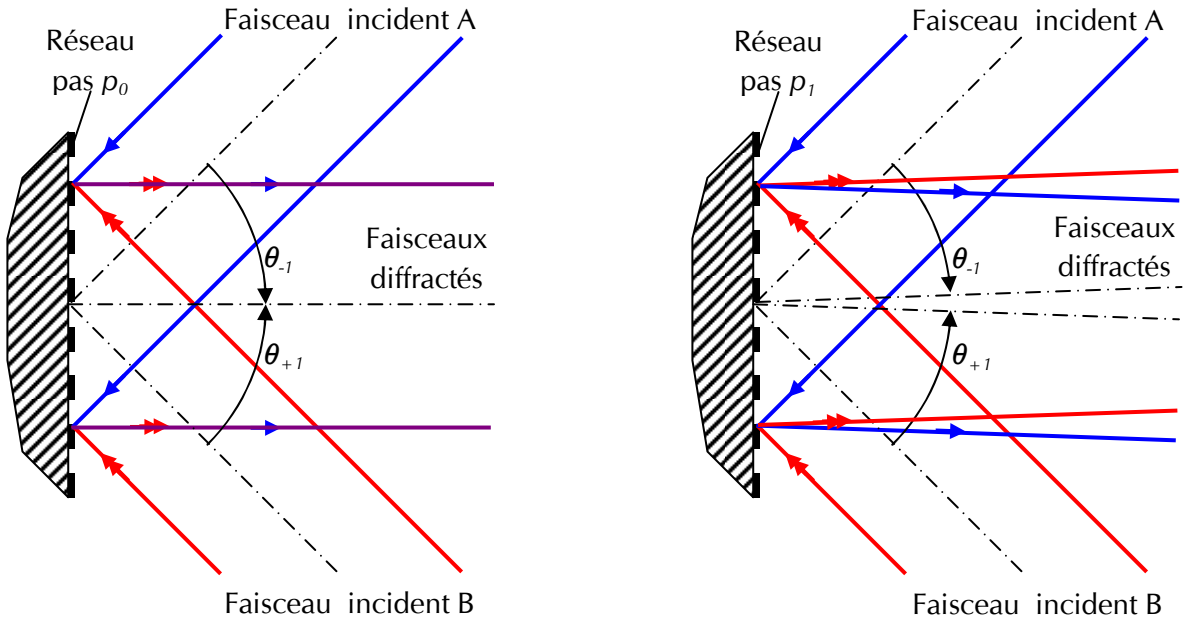
$$p = (x(M_2) - x(M_1)) = \frac{\lambda}{2\sin\theta}. \tag{1.17}$$

Principe du moiré interférométrique Le moiré interférométrique repose sur le phénomène de diffraction d'une onde lumineuse monochromatique par un réseau de pas p_0 [19]. Ce réseau, déposé à la surface de l'échantillon à étudier, est éclairé par deux faisceaux incidents selon les angles $\theta_A = \frac{\lambda}{p_0}$ pour le premier faisceau et $\theta_B = \frac{-\lambda}{p_0}$ pour le deuxième (Fig. 1.3(a)).

Les deux faisceaux sont diffractés suivant la relation de diffraction en incidence oblique :

$$\sin\theta_k + \sin\theta_i = \frac{k\lambda}{p_0}, \tag{1.18}$$

où θ_i correspond à l'angle d'incidence et θ_k, à l'angle de diffraction d'ordre k.



(a) État non chargé (b) État chargé

FIG. 1.3 : Schéma de principe du moiré interférométrique.

Ainsi, pour le premier faisceau :

$$\sin\theta_{+1} + \frac{\lambda}{p_0} = \frac{+1\times\lambda}{p_0}, \tag{1.19}$$

$$\sin\theta_{+1} = 0; \tag{1.20}$$

et pour le deuxième faisceau :

$$\sin\theta_{-1} + \frac{-\lambda}{p_0} = \frac{-1\times\lambda}{p_0}, \tag{1.21}$$

$$\sin\theta_{-1} = 0. \tag{1.22}$$

En l'absence de charge, l'ordre de diffraction +1 du premier faisceau est confondu avec l'ordre de diffraction -1 du deuxième faisceau 1.3(a).

Lorsque le modèle se déforme, le pas du réseau de diffraction se modifie (passant de p_0 à p_1) rompant la symétrie précédente : les faisceaux diffractés ne se superposent plus parfaitement mais forment un angle γ entre eux 1.3(b).

Pour le premier faisceau,

$$\sin\theta_{+1} = \frac{\lambda}{p_1} - \frac{\lambda}{p_0}; \tag{1.23}$$

tandis que pour le deuxième,

$$\sin\theta_{-1} = \frac{-\lambda}{p_1} + \frac{\lambda}{p_0}. \tag{1.24}$$

Ces angles étant très faibles, on peut considérer que leur sinus est égal à leur valeur en radians. On peut ainsi déterminer la valeur de l'angle γ :

$$\gamma = \theta_{+1} - \theta_{-1} = 2\lambda\frac{p_0 - p_1}{p_0 p_1}. \tag{1.25}$$

Il y aura donc apparition de franges d'interférence. En plaçant un écran parallèle à la surface étudiée sur le trajet des faisceaux diffractés, celles-ci présenteront un interfrange i donné par l'équation 1.17 :

$$i = \frac{\lambda}{2\sin\left(\frac{\gamma}{2}\right)} \simeq \frac{\lambda}{\gamma} = \frac{1}{2}\frac{p_0 p_1}{p_0 - p_1}. \tag{1.26}$$

Cette dernière relation, similaire à la relation de moiré géométrique au coefficient $\frac{1}{2}$ près (*c.f.* équation 1.4) explique l'origine du nom de la méthode. La mesure de déplacement ou de déformation se fera de la même manière que pour le moiré (dépouillement « manuel » ou utilisation d'algorithmes de démodulation de phase passés en revue en sous-section 1.1.1.4).

Avantages et inconvénients Le moiré interférométrique présente une forte résolution spatiale (dépendant du pas du réseau de phase déposé sur l'échantillon, celui-ci pouvant descendre jusqu'à 200 nm) et, associé à un algorithme de démodulation de phase, une forte résolution en déplacement.

En revanche, cette méthode est très délicate à mettre en œuvre du fait de sa nature interférométrique d'une part (nécessitant donc une isolation vibratoire sur table optique ce qui réduit les possibilités d'essais mécaniques en terme de dimensions d'éprouvette et de complexité du dispositif d'essai) et du fait de la complexité du montage optique d'autre part (nombreux miroirs positionnés de façon très précise). Ceci explique que malgré sa grande robustesse métrologique, cette technique reste encore confinée aux applications de laboratoires.

Applications à l'échelle locale Le moiré interférométrique a été utilisé dans les applications micrométriques pour détecter les hétérogénéités de déformation de polycristaux dans le domaine plastique [20–22].

Il a plus récemment été appliqué à l'étude d'un alliage à mémoire de forme (le nitinol) soumis à de la traction et de la flexion quatre points [23]. Il a permis de mettre en évidence la nature multiphasique de ce matériau.

1.1.1.4 Analyse de la phase du signal

Les méthodes de moiré et de moiré interférométrique telles qu'elles viennent d'être présentées ne disposent pas d'une bonne résolution du fait du dépouillement qualitatif des données qu'elles fournissent. Pour améliorer la résolution en déplacement et surtout la résolution spatiale, il faut avoir accès en un grand nombre de points à la phase du signal périodique qui contient l'information pertinente (à savoir la valeur du déplacement de chaque point qu'on considère alors comme une modulation de la phase du signal périodique). Cela nécessite de mettre en œuvre un algorithme dit de démodulation de phase.

Plusieurs algorithmes existent ; ils peuvent être classés en plusieurs catégories parmi lesquelles :

- les algorithmes de modulation de sonde où l'on trouve les méthodes de décalage de phase [24, 25] ;
- les algorithmes basés sur des transformations définies avec en particulier la transformée de Fourier [26] ;
- les algorithmes basés sur la morphologie (poursuite de franges, squelettisation) [27] ;
- les algorithmes d'interpolation (MPC) [28, 29].

Parmi cet ensemble, deux familles d'algorithmes sont principalement utilisées de nos jours : la transformée de Fourier qui est une méthode semi-globale (détection de la phase moyenne sur une région d'intérêt) et les algorithmes de décalage de phase (*phase stepping* ou *phase shifting* en anglais) basés sur une détection locale de la phase (en chaque pixel ou presque). Ce sont ces deux méthodes qui vont être détaillées dans cette section.

Démodulation de phase par transformée de Fourier On considère un signal harmonique selon l'axe x présentant un déphasage dû au déplacement en chaque point.

$$I(x) = I_0(x,y)\{1+\gamma(x,y)\cos[2\pi F x + \phi(x,y)]\}. \tag{1.27}$$

Cette équation peut également s'écrire :

$$I(x) = I_0(x,y) + \underbrace{\frac{I_0(x,y)\gamma(x,y)}{2} e^{i\phi(x,y)}}_{\underline{I}(x,y)} e^{2\pi i F x} + \underbrace{\frac{I_0(x,y)\gamma(x,y)}{2} e^{-i\phi(x,y)}}_{\underline{I}^*(x,y)} e^{-2\pi i F x}, \tag{1.28}$$

où $\underline{I}^*$ représente le complexe conjugué de $\underline{I}$.

La transformée de Fourier fait alors apparaître trois pics (ou lobes) : l'un centré sur l'origine, les deux autres centrés respectivement sur la fréquence du signal F et son opposé $-F$. Par filtrage, seul le lobe correspondant à la fréquence positive est conservé. Celui-ci est ensuite ramené à l'origine par une translation de $-F$ dans l'espace de Fourier. Une transformation inverse permet alors de déterminer l'amplitude complexe $c(x)$. La phase est enfin calculée par l'algorithme suivant :

$$\phi(x,y) = \arctan\left\{\frac{\mathfrak{Im}\left[c(x)\right]}{\mathfrak{Re}\left[c(x)\right]}\right\}. \tag{1.29}$$

La méthode par transformée de Fourier permet de calculer la phase à partir d'une seule image. En revanche, elle nécessite d'avoir une modulation relativement faible de la fréquence. De plus, cette méthode gère mal les topologies complexes présentant des discontinuités (trous, effets de bord). Enfin, elle reste une méthode semi-globale qui ne permet d'avoir qu'une information moyenne sur une zone d'intérêt contenant plusieurs périodes et non pas une valeur de phase en chaque point.

On trouve dans la littérature une application à l'échelle micrométrique de calcul de phase d'une grille de pas $p = 833$ nm par transformée de Fourier [30]. Les images sont prises soit par microscopie optique, soit par microscopie électronique à balayage soit par microscopie à force atomique. La résolution spatiale est de la valeur du pas avec une résolution en déplacement légèrement inférieure à 0,5 p.

Démodulation de phase par décalage de phase Dans l'équation 1.27, il y a trois inconnues : I_0, γ et ϕ. Il faut donc au minimum trois équations pour calculer une de ces trois inconnues (en l'occurence, ϕ) c'est-à-dire qu'il faut au moins trois intensités enregistrées avec des décalages de phases différents. En réalité, la fonction qui décrit le signal périodique n'est jamais parfaitement harmonique (quand il n'est pas franchement inharmonique : signal carré par exemple). La fonction se décompose alors en une infinité de fonctions harmoniques (séries de Fourier) et il est bon d'utiliser plus de trois images d'intensité pour calculer la phase afin de limiter l'erreur due à l'influence des harmoniques.

Le principe du décalage de phase est de prendre plusieurs images du même motif périodique en introduisant un décalage de phase δ connu entre chaque image. Pour la k-ième image, l'intensité enregistrée sera par exemple :

$$I(x,y) = I_0(x,y)\left[1 + \gamma(x,y)\cos\left(\phi(x,y) + k\delta\right)\right]. \tag{1.30}$$

Ainsi, la phase peut être calculée comme étant l'arctangente d'un rapport de combinaisons linéaires des I_k. Par exemple, pour un signal harmonique du type de celui introduit dans

l'équation 1.30 avec un algorithme à quatre sauts de phase (0, $\pi/2$, π, $3\pi/2$), on montre aisément que :

$$\phi(x,y) = \arctan\left\{\frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3}\right\}. \tag{1.31}$$

La performance de l'algorithme de décalage de phase dépend uniquement des choix du nombre d'intensités enregistrées, de la valeur du décalage et des coefficients des deux combinaisons linéaires mises en jeu. Certaines méthodes permettent d'optimiser ces choix. Ainsi, la méthode dite du polynôme caractéristique permet de déterminer l'algorithme présentant le nombre minimal d'intensités enregistrées pour une performance donnée [25].

À l'échelle locale, les algorithmes de décalage de phase sont souvent appliqués en association avec les méthodes de moiré utilisant les microscopies électronique [31, 32] ou à champ proche [11, 32] notamment pour tout ce qui concerne les systèmes micro-électro-mécaniques. On les trouve également en support du moiré interférométrique comme indiqué à la section précédente [20–22]. Enfin, ils permettent de traiter les franges d'interférence obtenues à partir de motifs (aléatoires) de granularité laser comme il sera présenté dans la section 1.1.2.1.

Deux types d'algorithmes de décalage de phase sont à distinguer :

- le *décalage de phase temporel* : la phase d'un pixel est calculée à partir d'enregistrements différents de la même zone présentant le décalage de phase δ entre eux ;
- le *décalage de phase spatial* : la phase d'un pixel est calculée à partir des pixels voisins d'un même enregistrement, la distance entre deux pixels représentant le décalage de phase δ connu.

Décalage de phase spatial — méthode de la grille La méthode de la grille est une méthode optique géométrique pour mesurer des champs de déplacement.

La fonction de la grille est d'être une porteuse de fréquence spatiale. Une grille croisée, qui permet de mesurer les déplacements dans les deux directions du plan, est considérée ici. L'intensité lumineuse reflétée par la surface ainsi codée en un point de coordonnées (x,y) est donnée par l'équation 1.32

$$I(x,y) = I_0(x,y)\left[1 + \gamma(x,y)\mathrm{frgn}\left(\frac{2\pi x}{p}\right)\mathrm{frgn}\left(\frac{2\pi y}{p}\right)\right], \tag{1.32}$$

où :

- $I_0(x,y)$ est l'intensité moyenne ;
- $\gamma(x,y)$ est le contraste local ;

- frgn est une fonction périodique de période $\frac{1}{f}$ non nécessairement harmonique.
- p est le pas de la grille.

Les informations en x et y doivent être séparées avant d'être traitées. Une manière simple d'y parvenir est d'effectuer un moyennage spatial sur une période selon la direction à éliminer. Ainsi, deux images de grilles unidirectionnelles orthogonales indépendantes sont obtenues.

Quand une charge est appliquée, les déplacements en x et en y peuvent être considérés comme des phases qui viennent se superposer au signal périodique. En calculant la phase de chaque point avant et après application de la charge et en les soustrayant, $\Delta\phi_x$ et $\Delta\phi_y$, qui sont directement proportionnels à u_x et u_y, les deux composantes planes du déplacement Lagrangien, sont obtenues (équation 1.33).

$$\begin{cases} u_x(x,y) &= -\dfrac{p}{2\pi}\Delta\phi_x(x,y) \\ u_y(x,y) &= -\dfrac{p}{2\pi}\Delta\phi_y(x,y) \end{cases} . \tag{1.33}$$

Pour extraire la phase du signal, un algorithme de décalage de phase spatial est utilisé c'est-à-dire que l'information est cherchée au niveau des pixels voisins du pixel considéré[1].

Pour cela, comme avec le décalage de phase temporel, on doit disposer de k échantillons I_k ($k = 1, 2, \ldots, M-1$) séparés par un décalage constant δ : $I_k = \phi + k\delta$.

On a vu que la forme générale d'un algorihme de détection de phase est :

$$\phi = \arctan\left[\frac{\sum_{k=0}^{M-1} b_k I_k}{\sum_{k=0}^{M-1} a_k I_k}\right] . \tag{1.34}$$

On sait également que la justesse de la phase dépend fortement de la manière dont sont choisis les coefficients a_k et b_k. Le choix d'un algorithme de TFD-fenêtré (TFD pour « transformée de fourier directe » avec un fenêtrage triangulaire permet d'élimiter les harmoniques du signal jusqu'à l'harmonique $N-2$ (N étant le nombre de pixels échantillonnant le signal) et de limiter l'erreur sur la calibration (nombre de pixels par période c'est-à-dire N) [25]. Cet algorithme s'écrit comme suit :

[1] *A contrario* des algorithmes de décalage de phase tels qu'ils ont été présentés dans la section précédente où l'information se trouve dans des enregistrements distincts (décalage de phase temporel).

$$\phi = \arctan\left[-\frac{\sum_{k=1}^{N-1} k(I_{k-1} - I_{2N-k-1})\sin(2k\pi/N)}{NI_{N-1} + \sum_{k=1}^{N-1} k(I_{k-1} - I_{2N-k-1})\cos(2k\pi/N)}\right]. \tag{1.35}$$

La méthode de la grille, bien employée et associée à cet algorithme TFD-fenêtré, présente une bonne résolution spatiale (égale à deux fois le pas de la grille) et une excellente résolution en déplacement (pouvant couramment descendre jusqu'à 1° de phase soit 1/360 ème de pas voire, avec les nouvelles caméras haute résolution, 10^{-3} du pas). En outre, elle ne nécessite qu'un seul enregistrement de l'image de la grille du fait de l'utilisation du décalage de phase spatial ce qui la rend appliquable à l'étude de phénomènes dynamiques.

À l'échelle locale, la méthode de la grille, bien qu'applicable *a priori*, n'a pas encore fait l'objet d'une étude complète.

Dépliement de phase Quelle que soit l'algorithme de calcul de phase choisi, celle-ci sera toujours connue à modulo 2π près : la phase est alors dite « repliée » (« wrapped » en anglais). Pour avoir accès à une valeur absolue de la phase, il faut faire appel à un algorithme de dépliement de phase (« phase unwrapping »).

Bon nombre de solutions existe pour réaliser ce dépliement de manière plus ou moins performante (en fonction notamment de la forme des franges et du bruit). Celles-ci ne seront pas développées ici pour le moment. Dans la suite du travail, il sera montré qu'un algorithme de dépliement basique suffira à remplir pleinement cette fonction dans le cas traité ici.

1.1.2 Méthodes utilisant un motif aléatoire

Les méthodes utilisant un motif aléatoire permettent de mesurer les déplacements principalement par corrélation d'image numérique. Cependant, en utilisant la propriété de la lumière cohérente, on peut également se ramener à un système de franges d'interférence à partir d'un motif lumineux aléatoire.

1.1.2.1 Interférométrie de speckle

Principe [33, 34] Lorsqu'une surface micro-rugueuse est éclairée par un faisceau de lumière cohérente (en pratique, un faisceau laser), celle-ci va refléter la lumière dans toutes les directions selon le principe de Huygens-Fresnel. Les différents faisceaux réfléchis vont interférer entre eux créant une figure d'intérférence à ondes multiples. Celle-ci n'est plus alors, comme dans le cas de l'interférence d'un nombre fini et faible d'ondes (deux ou trois

par exemple), un réseau de franges régulier mais au contraire un motif aléatoire (ou mouchetis) d'intensité lumineuse. On parle alors de phénomène de « granularité laser » ou, plus couramment, de « speckle » selon la désignation anglosaxonne.

Une utilisation de ce phénomène pour la mesure de déplacement d'une surface est la technique dite « d'interférométrie de speckle » ou « d'electronic speckle pattern interferometry » (ESPI) ou de « TV holographie » ou de « shearographie » ou bien encore, de manière plus rigoureuse, « d'interféromtrie en lumière diffuse ».

Le montage « standard » d'interférométrie de speckle est celui qui permet la mesure des déplacements hors-plans (Fig. 1.4(a)). Un faisceau laser est divisé en deux par une lame séparatrice ; un premier faisceau est envoyé directement vers la caméra et servira de faisceau de référence tandis que l'autre est agrandi et envoyé vers la surface (« rugueuse ») à étudier.

On montre qu'un tel montage est sensible aux déplacements hors-plans par un raisonnement sur les variations de chemin optique : le montage interférométrique est sensible à un déplacement suivant la direction $\vec{g} = \vec{k_e} - \vec{k_o}$, où $\vec{k_e}$ est le vecteur d'onde du faisceau incident et $\vec{k_o}$, celui de la direction d'observation. Le vecteur $\vec{g}$ est appelé « vecteur sensibilité » ; c'est une caractéristique de tout montage interférométrique.

L'intensité enregistrée au niveau de la caméra résulte des interférences de la figure de speckle provenant de la surface étudiée et du faisceau de référence. Avant déformation, celle-ci prise en un point de coordonnées (x,y)[2] peut s'exprimer comme suit :

$$I_i(x,y) = \frac{I_0(x,y)}{2}\{1+\gamma(x,y)\cos[\psi(x,y)]\}, \tag{1.36}$$

où $\psi(x,y)$ est le terme de phase aléatoire provenant des interférences de la figure de speckle et du faisceau de référence.

Après déformation, cette intensité enregistrée devient :

$$I_f(x,y) = \frac{I_0(x,y)}{2}\{1+\gamma(x,y)\cos[\psi(x,y)+\phi(x,y)]\}, \tag{1.37}$$

où $\phi(x,y)$ est le déphasage introduit par le déplacement du point de coordonnées (x,y) :

$$\phi(x,y) = \vec{g}.\vec{u}(x,y) = \frac{4\pi}{\lambda}\cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) \times u_g, \tag{1.38}$$

où $\vec{u}$ représente le déplacement du point considéré, α représente l'angle formé entre le faisceau incident et le faisceau observé (le terme $\frac{4\pi}{\lambda}\cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)$ correspond à la norme du vecteur sensibilité $\vec{g}$) et u_g est la composante du déplacement $\vec{u}$ selon la direction $\vec{g}$.

[2] On considère, par souci de simplicité d'écriture, directement les coordonnées du point objet c'est-à-dire les coordonnées du point de la surface étudiée dont la caméra enregistre les interférences avec le faisceau de référence.

La valeur absolue de la différence des deux intensités enregistrées est donnée par :

$$\begin{aligned}
\left|I_f - I_i\right|(x,y) &= \frac{I_0(x,y)}{2} \times \gamma(x,y)\left|\cos(\psi+\phi) - \cos(\psi)\right|, \\
\left|I_f - I_i\right|(x,y) &= \frac{I_0(x,y)}{2} \times \gamma(x,y)\left|-2 \times \sin\left(\frac{2\psi+\phi}{2}\right)\sin\left(\frac{\phi}{2}\right)\right|, \\
\left|I_f - I_i\right|(x,y) &= I_0(x,y)\gamma(x,y)\left|\sin\left(\psi+\frac{\phi}{2}\right)\sin\left(\frac{\phi}{2}\right)\right|. \qquad (1.39)
\end{aligned}$$

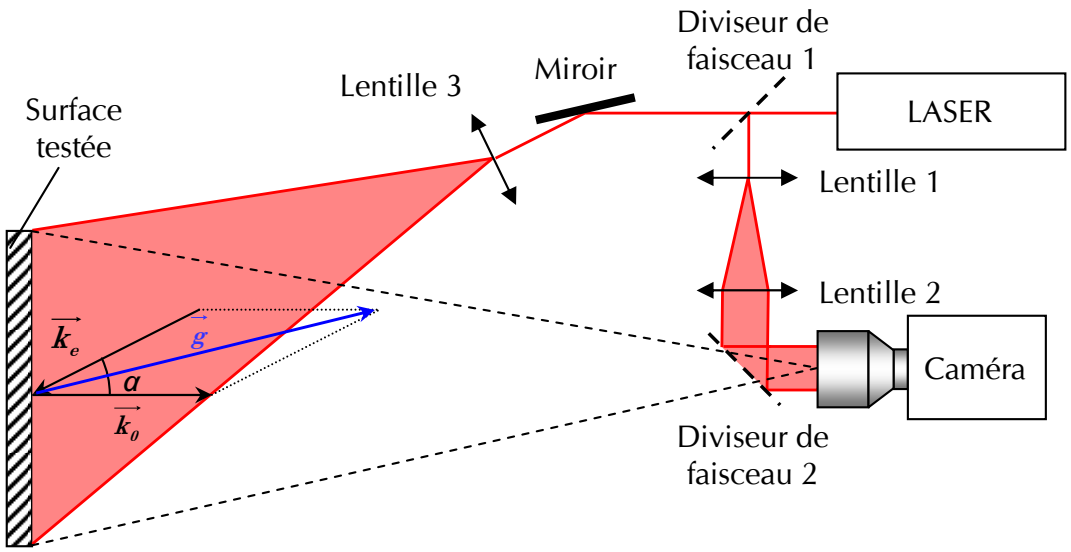
Le premier terme sinusoïdal correspond à un terme de speckle (variation aléatoire haute fréquence) tandis que le deuxième correspond à un terme d'interférence : l'image résultante se présentera donc sous la forme d'une figure de franges d'interférences bruitées par le speckle. La périodicité des franges correspond à celle de la fonction $\left|\sin\left(\frac{\phi}{2}\right)\right|$, c'est-à-dire qu'une frange apparait à chaque fois que ϕ varie de 2π soit, d'après l'équation 1.38, chaque fois que le déplacement u_g varie de $\dfrac{\lambda}{2\cos(\alpha/2)}$. Or, si $\alpha \simeq 0$, $u_g \simeq u_z$ où z représente la direction orthogonale à la surface étudiée et on a une frange à chaque fois que u_z varie de $\dfrac{\lambda}{2}$.

Il est important de noter que pour que la démonstration précédente soit valable, il faut que les taches de speckle se recouvrent partiellement entre l'état initial et l'état final ce qui suppose un déplacement latéral faible. Dans le cas contraire, on parle de décorrélation des figures de speckle : les franges d'interférence n'apparaissent plus.

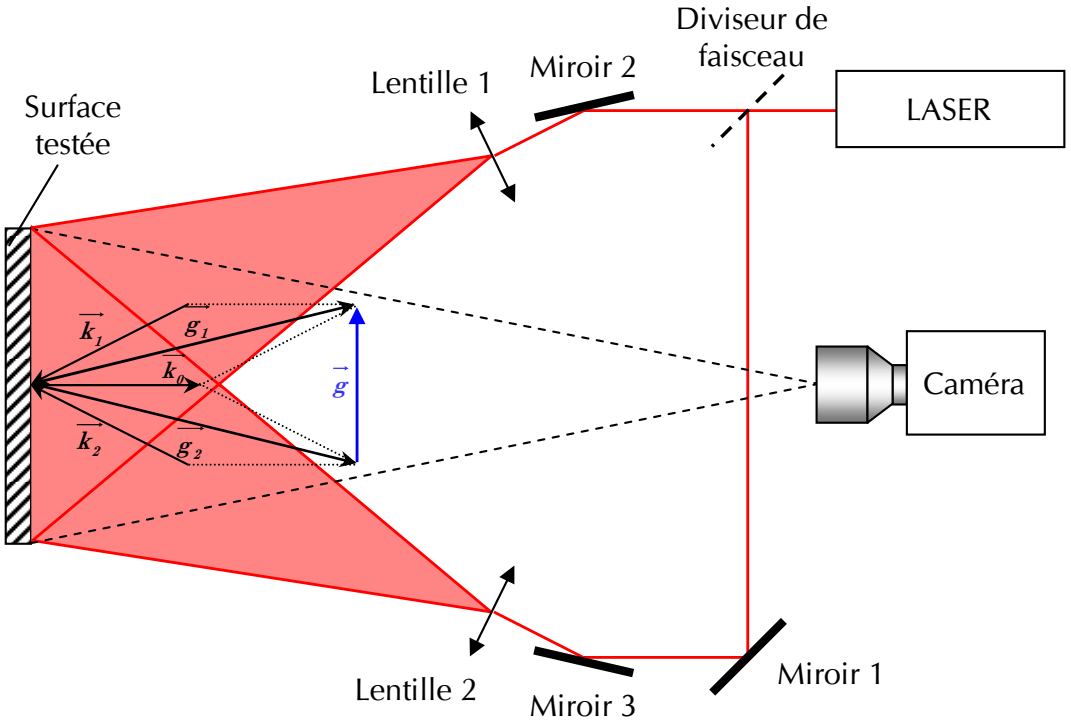
Pour mesurer des déplacements dans le plan, il faut utiliser un montage tel que celui de la figure 1.4(b). On retrouve alors une sensibilité dans l'axe perpendiculaire à l'axe de symétrie des faisceaux (comme dans le moiré interférométrique). On a alors affaire à un vecteur sensibilité synthétique, combinaison linéaire des vecteurs sensibilités correspondant à chaque faisceau incident.

Avantages et inconvénients Le principal avantage de la méthode d'interférométrie de speckle est que, bien adaptée, elle permet d'avoir accès aux trois composantes du déplacement d'une surface, ce que peu de méthodes proposent. De plus, la préparation de la surface est souvent simple voire inexistante (toute surface non optiquement polie permet de diffuser la lumière et d'obtenir une figure de speckle ; toutefois, une émulsion de poudre diffusante est parfois appliquée sur la surface afin de garantir l'observabilité du phénomène et surtout son homogénéité spatiale).

Les résolutions spatiales et en déplacement dépendent essentiellement de la taille du grain de speckle (donc de la longueur d'onde de la lumière et de la taille caractéristique des discontinuités de la surface étudiée) ainsi que de l'ouverture optique du système d'acquisition.



(a) Configuration pour mesure de déplacements hors plan



(b) Configuration pour mesure de déplacements plans

FIG. 1.4 : Schéma de principe de l'interférométrie de speckle pour la mesure de déplacements hors-plan et plans.

L'inconvénient principal de cette technique est son caractère interférométrique qui la rend très sensible aux vibrations extérieures (un montage sur table optique est souvent souhaitable).

Applications à l'échelle locale Quelques applications existent à l'échelle locale. On trouve ainsi une étude du mécanisme de rupture des films fins avec une résolution en déplacement de 0,3 μm [35] ou encore une étude de déformation d'un film d'alumine poreux sous pression [36] (à noter que cette deuxième étude ne tire pas profit de l'interférométrie de speckle en tant que méthode de mesure de champ puisque seul le déplacement maximal de la membrane d'alumine est utilisé comme paramètre).

1.1.2.2 Corrélation d'images numériques

Principe La méthode de corrélation d'images numériques permet de traiter des enregistrements de motifs aléatoires. Pour cela, il faut disposer d'une image de l'état initial et d'une autre de l'état final. Le motif aléatoire peut être de nature variée :

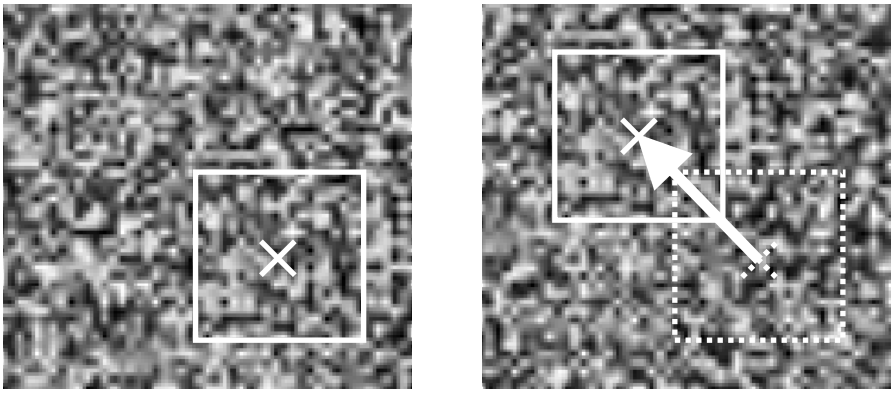
- soit un motif de granularité laser ou speckle introduit à la section précédente (ce qui est peu utilisé) ;
- soit un dépôt de peinture projetée formant un « mouchetis » à la surface de la pièce étudiée ;
- soit enfin la surface elle-même non préparée à condition qu'elle soit suffisamment texturée et qu'elle puisse être mise en évidence par la méthode d'imagerie retenue.

À l'état initial, le capteur (CCD ou CMOS par exemple) reçoit une intensité lumineuse (ou toute donnée équivalente) I_i provenant d'un point de coordonnées (x,y) (Fig. 1.5(a)). À l'état final, cette intensité est devenu I_f. On définit alors la fonctionnelle de corrélation :

$$C(u,v) = \int_S \left[I_i(x,y) - I_f(x-u(x,y), y-v(x,y)) \right]^2 dS, \tag{1.40}$$

où $u(x,y)$ et $v(x,y)$ sont les deux composantes du déplacement plan du point de coordonnées (x,y) de la surface considérée. En minimisant cette fonctionnelle, on peut déterminer ces deux composantes (la valeur « vraie » du déplacement est celle pour laquelle $C(u,v)$ est nulle, au bruit de mesure près). Cela se fait en décomposant les champs d'intensités lumineuses en régions d'intérêt ou « imagettes » sur lesquelles l'algorithme de corrélation est appliqué. On détermine ainsi les composantes du déplacement moyen pour chaque sous-image (Fig. 1.5(b)).

Avantages et inconvénients Un avantage de la corrélation d'images numériques est le fait que ses principes peuvent être étendus à l'étude des déplacements 3D d'une surface (sté-



(a) Avant déformation (b) Après déformation

FIG. 1.5 : Région d'intérêt d'un motif aléatoire repérée avant et après déformation (translation de corps rigide).

réocorrélation avec l'utilisation de deux caméras par exemple) voire de la cinématique dans le volume d'un matériau (par exemple à l'aide d'une mesure en tomographie). En outre, à l'échelle locale, la corrélation d'images ne nécessite pas toujours de préparation de la surface étudiée si celle-ci est suffisamment texturée : cela constitue un avantage indéniable et confère à cette méthode un statut privilégié lorsque le marquage par un motif particulier n'est pas possible.

En revanche, cette méthode, de par la nature du signal, présente une faible résolution en déplacement (influence importante du bruit) et une faible résolution spatiale (dépendant de la taille des sous-images). De plus, les algorithmes, itératifs, peuvent être lents.

Applications à l'échelle locale À l'échelle locale, la corrélation d'images numériques est fortement utilisée.

- La granularité laser introduite à la section précédente peut être utilisée à l'échelle micrométrique comme motif aléatoire [37].
- Les images peuvent être acquises par une caméra CCD via un microscope optique pour une étude à l'échelle micrométrique (limité par la résolution optique). Le mouchetis peut alors être obtenu, avec un bon contraste, par projection sur la surface d'une poudre de titane dans un phase plastique [38].
- On trouve également un grand nombre d'applications submicrométriques pour lesquelles la texture rugueuse de la surface est utilisée comme motif aléatoire. Les images sont alors obtenues par microscope électronique à balayage [39, 40] ou, pour une résolution encore plus fine, par microscopie en champ proche [39–44]. La résolution en déplacement est alors de l'ordre de quelques nanomètres (pour un champ d'une cen-

taine de micromètres carrés par exemple). La technique, même à cette échelle, peut être appliquée à la mesure de déplacements 3D de surfaces [45].

La corrélation d'images numériques peut également être mise en œuvre pour un motif périodique particulier avec une précision moindre que pour un motif aléatoire mais en permettant d'avoir accès à la microstructure sous-jacente [46, 47].

1.2 Techniques d'investigation aux échelles locales (micro et nanoscopiques)

Dans cette section vont être abordées les différentes méthodes classiques d'investigation d'une surface aux échelles micro et nanoscopiques. Après avoir rappelé les principes de bases des différents microscopes, l'accent sera mis sur l'aspect quantitatif, en particulier la résolution spatiale[3] de chacun. Cet aspect est en effet essentiel pour la mesure des déformations à l'échelle locale qu'on se propose d'étudier ici.

Les techniques suivantes seront présentées :

- les microscopies optiques ;
- les microscopies électronique et ionique qui n'utilisent plus les photons comme vecteur d'information mais les électrons (ou les ions) ;
- les microscopies en champ proche par opposition aux microscopies en champ lointain (auxquelles appartiennent les deux catégories précédentes) et qui permettent de repousser les limites de diffraction des rayonnements électromagnétiques et d'observer des objets plus fins (de l'ordre du nanomètre).

1.2.1 Microscopies optiques

1.2.1.1 Microscopie optique par reflexion

Le microscope optique est l'appareil d'investigation à l'échelle microscopique le plus ancien. Son utilisation est attestée dès le XIVème siècle. Son principe, qui repose sur les bases de l'optique géométrique, est donc connu depuis très longtemps.

Il permet de visualiser l'intérieur d'un échantillon transparent ou semi-transparent de faible épaisseur (*microscopie optique par transmission*) ou la surface d'échantillons réflechissants (*microscopie optique par réflexion*). Compte tenu des applications auxquelles on s'intéresse ici, on présentera uniquement la microscopie optique par réflexion.

[3] On parlera de résolution spatiale pour qualifier le pouvoir de résolution dans le plan d'observation noté (x, y) et, lorsque le microscope considéré donne accès à une mesure d'altitude dans l'axe d'observation, de résolution en z pour qualifier la résolution dans cette direction.

Principe [48] Un microscope optique est constitué essentiellement de deux composants optiques : l'objectif et l'oculaire qui peuvent être assimilés à des lentilles minces convergentes. Ceux-ci sont placés à l'intérieur d'une colonne (généralement verticale) pointant vers une platine porte-échantillon généralement munie des deux mouvements de translation dans le plan (x, y) qui permettent de déplacer la zone de l'échantillon observée. La mise au point se fait par un déplacement relatif de la platine et de la colonne selon l'axe de cette dernière (z).

Un objet AB est placé à proximité du foyer objet de l'objectif F_{Ob}. L'objectif en donne une image réelle renversée A'B' au niveau du plan focal objet de l'oculaire (par construction). L'image définitive est donnée par l'oculaire : c'est l'image virtuelle A"B" située à l'infini (Fig. 1.6).

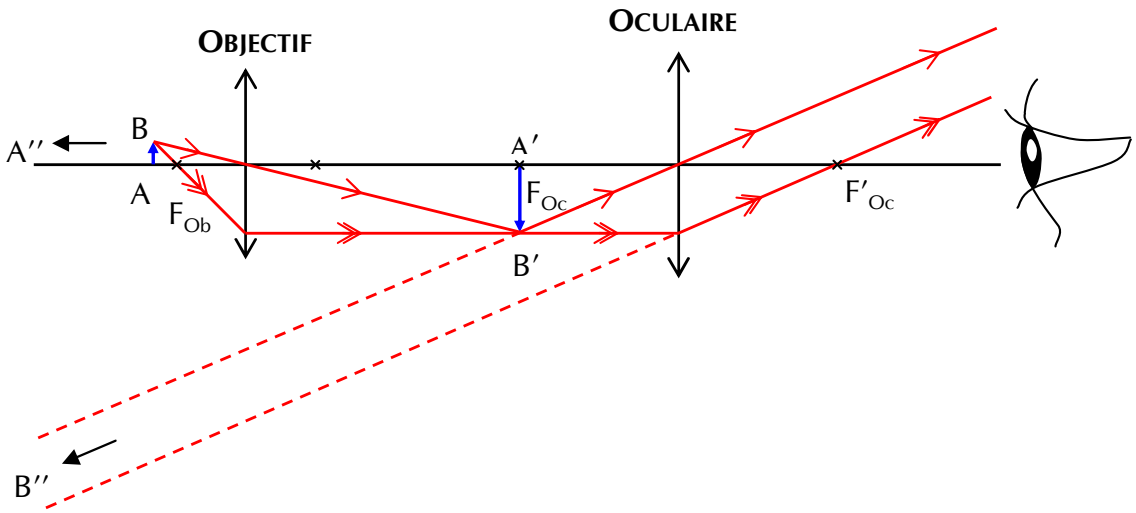


FIG. 1.6 : Schéma simplifié d'un microscope optique.

Le grossissement global du microscope est donc le produit des grossissements de l'oculaire et de l'objectif.

Pour le cas d'un enregistrement de l'image sur une caméra CCD par exemple, la grille de cette dernière sera placée au niveau de l'image réelle A'B'. Le système ne fera alors pas intervenir l'occulaire et le grossissement sera donné uniquement par l'objectif.

Pour un microscope optique par réflexion, la source de lumière est amenée par le dessus de l'échantillon à observer, souvent par l'intermédiaire de l'objectif lui-même, que ce soit en incidence normale ou rasante.

Ce qui est observé sont les variations d'intensité lumineuse réfléchie d'un point à un autre de la surface étudiée. Ces variations peuvent provenir de deux causes :

- les variations locales de la réflectivité dans le cas d'une surface composite par exemple ;

– les variations de pente de la surface étudiée : en incidence normale, à réflectivité constante, plus la pente sera importante, moins l'intensité lumineuse perçue par l'objectif sera importante.

Pouvoir de résolution (optique) Supposons que la surface à observer soit dans un milieu ambiant d'indice de réfraction n (dans l'air, $n = 1$). Considérons un point A de cette surface. Le rayon le plus incliné qui part du point A et qui entre dans l'objectif fait un angle u avec l'axe optique. On définit alors l'*ouverture numérique* de l'objectif comme le produit $n \sin u$.

Cette grandeur est primordiale car elle conditionne directement le pouvoir de résolution de l'objectif. La résolution spatiale est définie comme la limite de diffraction, classiquement en utilisant le critère de Rayleigh [48] :

$$d_{xy} = \frac{1,22\lambda}{2 \times n \sin u} , \tag{1.41}$$

où λ est la longueur d'onde de la source de lumière.

Pour un objectif classique, travaillant dans l'air, une valeur typique de l'ouverture numérique est 0,8. Si on travaille alors en lumière blanche ($\lambda_{\text{moyen}} = 600$ nm), la résolution spatiale aura une valeur de l'ordre de 460 nm.

De la même manière, on définit la profondeur de champ qui correspond à l'épaisseur de l'échantillon qui est vue de manière « nette » à travers le microscope. Celle-ci, notée p, est uniquement fonction de l'objectif et prend la valeur :

$$p = \frac{\lambda}{4 \times n \sin^2 u} . \tag{1.42}$$

Pour un objectif classique tel que celui considéré précédemment, la profondeur de champ aura une valeur de l'ordre de 200 nm.

Avantages et inconvénients Le microscope optique par réflexion est un instrument facile d'accès à bien des égards. En effet, de par son ancienneté, il est très répandu et constitue un des matériels de base de tout laboratoire. Son prix peut être assez faible (dépendant des performances souhaitées) en comparaison avec les autres matériels qui vont être présentés. Son utilisation est relativement intuitive puisqu'elle fait appel aux notions d'optique géométrique souvent bien connues. De plus, l'enregistrement d'une image par une caméra CCD via un microscope optique est quasi instantané (ne dépendant que de la vitesse d'enregistrement de la caméra).

En revanche, de par sa résolution spatiale, le microscope optique par réflexion ne permet pas d'étudier des objets submicroniques. En outre, sa profondeur de champ peut engendrer des phénomènes de flou indésirables.

1.2.1.2 Microscopie confocale

Principe [48] Un microscope confocal est un microscope pour lequel l'illumination et la détection sont limitées à un même volume de taille réduite. L'image confocale est obtenue par le déplacement de ce point de focalisation de la lumière dans les deux directions du plan (x,y). Les balayages de l'illumination et de la détection doivent être parfaitement couplées (d'où le terme confocal).

En outre, des filtres spatiaux (des « pinholes » : diaphragmes annulaires qui limitent les spectres de diffraction tridimensionnels de l'image d'un point source) sont placés devant l'organe de détection et limitent la zone d'intérêt en arrêtant les rayons lumineux construits à partir des points situés en-dessous ou au-dessus du plan observé (Fig. 1.7).

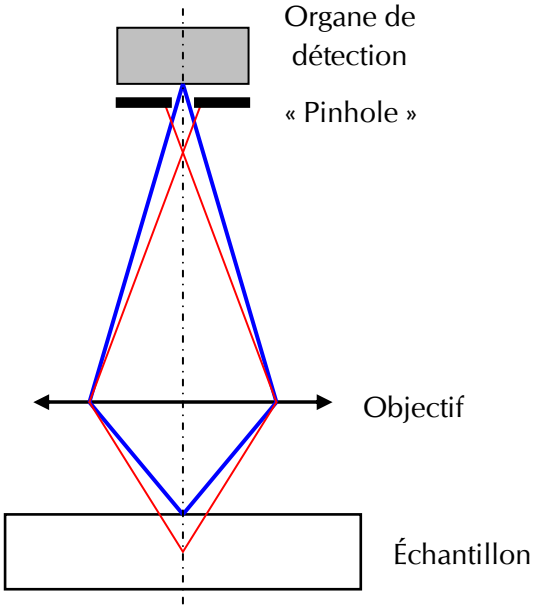


FIG. 1.7 : Schéma simplifié d'un microscope confocal.

Ainsi, l'image du plan d'intérêt peut être obtenue avec une profondeur de champ très faible. Un nouveau balayage selon l'axe optique (axe z) peut alors être effectué permettant une reconstruction topographique de la surface par concaténation des plans obtenus.

Pouvoir de résolution La résolution spatiale d'un microscope confocal est régie par les mêmes lois que pour un microscope optique classique. Celle-ci descendra donc rarement en dessous de 500 nm.

En revanche, dans le cas d'une reconstruction 3D, la résolution en z sera de l'ordre de 10 nm.

Avantages et inconvénients L'un des grands avantages de la microscopie confocale est son aptitude à mesurer des structures tridimensionnelles complexes de manière non destructive. Elle permet de caractériser des surfaces très rugueuses présentant des pentes locales importantes (jusqu'à environ 40°) avec une résolution submicronique selon l'axe z (de 0,1 μm à 10 nm suivant la méthode employée).

En revanche, son principal inconvénient reste son temps de mesure important (plusieurs dizaines de minutes pour une image 3D) qui interdit l'observation de phénomènes transitoires par exemple. En outre, sa nature optique rend la mesure de structures semi-transparentes délicate (métallisation souvent nécessaire).

1.2.1.3 Microscopie interférométrique

Principe [49] La microscopie interférométrique est une variante de la microscopie confocale qui permet de mesurer la topographie d'une surface avec une grande résolution. On distingue deux modes de fonctionnement de la microscopie interférométrique qui ne reposent pas tout à fait sur les mêmes concepts mais sont néanmoins très souvent implémentés au sein d'un même dispositif.

Microscopie interférométrique à décalage de phase (ou PSI pour *Phase Shifting Interferometry*) La surface de l'échantillon est éclairée par une lumière monochromatique cohérente provenant d'un objectif de microscope interférométrique qui transmet une partie de la lumière vers l'échantillon et une autre vers un miroir de référence (Fig. 1.8(a)). La lumière réflechie par la surface va se recombiner avec celle provenant de la référence en créant des franges d'interférence. L'enregistrement de ces franges par une caméra puis leur analyse vont permettre de déterminer la topographie de la surface. Pour cela, un algorithme de démodulation de phase est mis en œuvre. En effet, la hauteur de chaque point mesuré est donné par l'équation 1.43 :

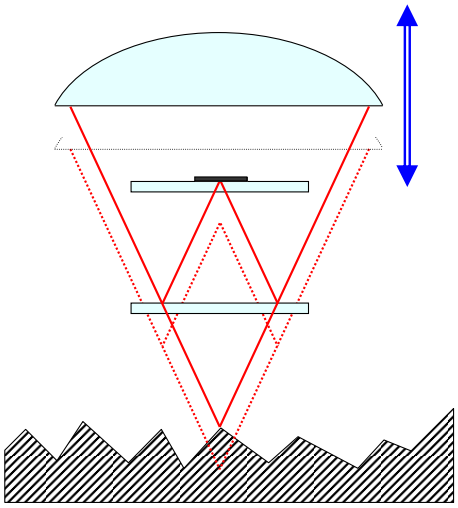
$$h(x,y) = \frac{\lambda \times \phi(x,y)}{4\pi}, \tag{1.43}$$

où h(x,y) et $\phi(x,y)$ représentent respectivement la cote z et la phase au point de coordonnées (x,y).

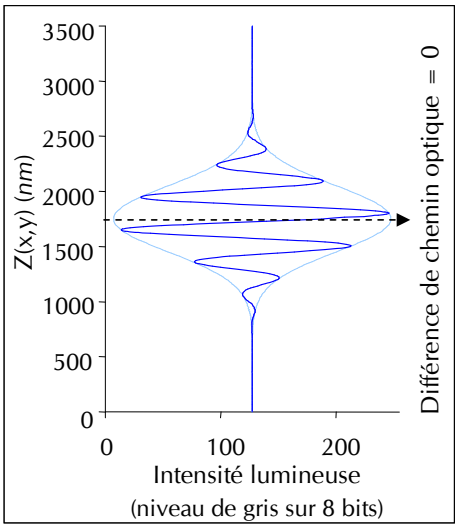
Pour des discontinuités de plus de $\lambda/4$, l'aspect 2π-modulaire de la phase ne permet plus de connaitre une valeur absolue de la cote verticale. On a alors recourt à l'interferométrie en lumière blanche qui utilise la propriété de faible cohérence de la lumière blanche.

Microscopie interférométrique en lumière blanche La microscopie interférométrique en lumière blanche, aussi appelée « interférométrie à balayage vertical » (VSI pour *Vertical Scanning Interferometry*) ou « microscopie à sonde de cohérence » (CPM pour *Coherence Probe Microscopy*), permet d'analyser des surfaces plus rugueuses que la PSI.

L'objectif interférométrique balaie la surface selon la direction verticale. La caméra enregistre alors pour chaque pixel la succession des intensités lumineuses décelées tandis que le système garde en mémoire l'historique des cotes z de l'objectif de manière couplée. À l'approche de la focalisation, chaque pixel « voit » les franches d'interférence de la lumière blanche (Fig. 1.8(b)). le système détermine ensuite le maximum d'amplitude des franges pour chaque pixel (en prenant le maximum de la courbe enveloppe par exemple), celui-ci correspondant à une différence de chemin optique nulle. L'altitude correspondant à ce maximum est l'altitude du point considéré de la surface.



(a) Schéma d'un objectif interférométrique (type « Mirau » : la référence se trouve sur le chemin optique)



(b) Franges de lumière blanche

FIG. 1.8 : Principe du microscope interférométrique en lumière blanche.

Pouvoir de résolution La résolution spatiale d'un microscope interférométrique est la même que pour un microscope optique et descendra donc rarement en dessous de 500 nm.

En revanche, les deux méthodes présentent une excellente résolution en z (supérieur à la microscopie confocale) :
- 0,1 nm pour le mode PSI ;
- 0,5 nm pour le mode VSI.

Avantages et inconvénients La microscopie interferométrique permet de mesurer les topographies de surfaces réflechissantes de manière fiable et rapide (mesure de l'ordre de la seconde en PSI, de quelques secondes à une minute en VSI selon la profondeur balayée).

Cependant, un objectif interférométrique présente souvent une ouverture numérique plus faible qu'un objectif classique de même grossissemement. De ce fait, les pentes mesurables seront plus faibles que pour un microscope confocal ($< 25°$).

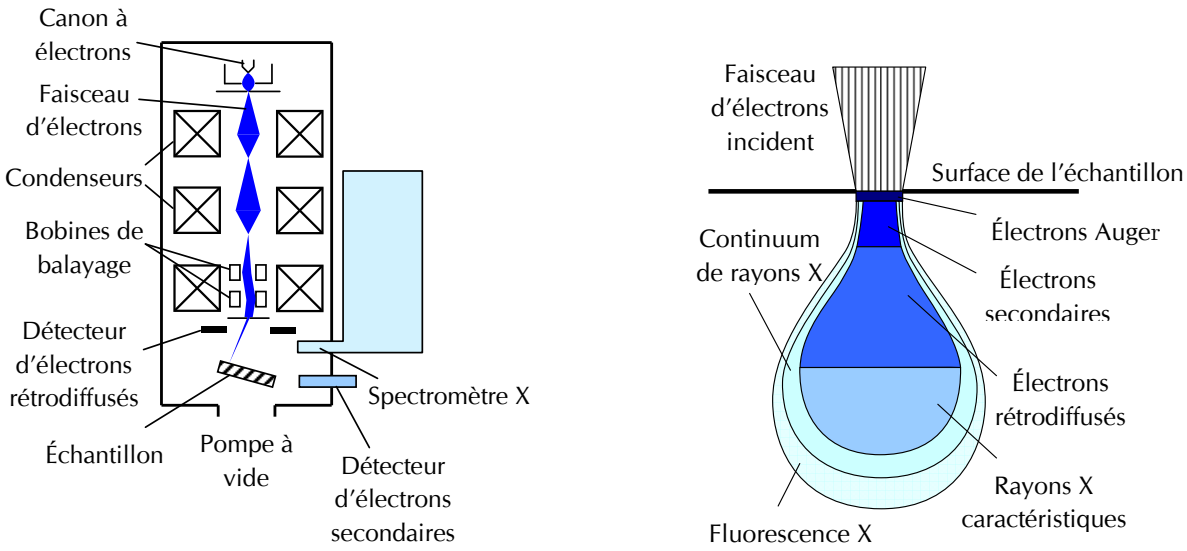
Tout comme pour le confocal, sa nature optique rend la mesure de structures semi-transparentes délicate avec une métallisation souvent nécessaire.

1.2.2 Microscopie électronique

Principe [50, 51] Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur l'analyse de radiations émises par un matériau soumis à un bombardement électronique.

Un faisceau d'électrons très fin (5 à 20 nm de diamètre) possédant une énergie de quelques keV à 50 keV est généré par un canon à électrons et balaie la surface de l'échantillon grâce à un système de déflexion. Les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreuses radiations. Celles-ci sont captées par un détecteur spécifique. Une image de l'échantillon est reconstituée à partir du signal du détecteur (Fig. 1.9(a)).

L'échantillon est placé dans la chambre du MEB sous vide afin d'éviter l'oxydation éventuelle du substrat et surtout la déviation des électrons par les molécules d'air. Un faisceau d'électrons est généré par un canon à électrons (filament de Tungstène chauffé) puis focalisé et dévié par différentes bobines électromagnétiques (appelées « lentilles électromagnétiques » par analogie avec la microscopie optique) de manière à balayer toute une surface de l'échantillon à étudier. Ces électrons projetés vont interagir avec les atomes de l'échantillon sur une profondeur pouvant atteindre plusieurs micromètres à l'intérieur d'une zone qu'il est coutume de nommer la « poire d'intéraction » en raison de sa forme (Fig. 1.9(b)). Ces interactions, de différents types, définissent les différents modes d'imagerie.
- *L'imagerie en électrons secondaires* : C'est le mode le plus courant. Au cours du choc, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes situés jusqu'à environ 100 nm de la surface, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection



(a) Schéma de principe (b) Poire d'interaction

FIG. 1.9 : Principe du microscope électronique à balayage.

d'un électron provenant des couches superficielles ; celui-ci est dit « secondaire ». Un détecteur d'électrons transcrit le flux de ces électrons secondaires en une luminosité sur un écran de type télévision. Le contraste de l'image est obtenu par la morphologie de l'échantillon (différences de pente : une pente importante apparaitra blanche alors qu'une faible pente apparaitra sombre).

- *L'imagerie en électrons rétrodiffusés* : Certains électrons, interagissant avec les atomes situés jusqu'à 1 μm sous la surface, sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique ; ce sont les électrons dits « rétrodiffusés » (*back-scattered electrons*). Des détecteurs sont placés au-dessus de l'échantillon dans l'axe du faisceau primaire, ce qui permet de récupérer le maximum de signal. Suivant le type de détecteur utilisé, les électrons rétrodiffusés fournissent une image topographique (contraste fonction du relief) ou une image de composition (contraste en fonction du numéro atomique).
- *Analyse chimique élémentaire par spectrométrie de rayons X* : Lorsqu'un atome est ionisé, il se désexcite ; un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vacante par un électron secondaire émis, ce qui provoque l'émission d'un photon X. L'énergie des rayons X émis lors de la désexcitation des atomes dépend de leur nature chimique (ce sont les raies caractéristiques). En analysant le spectre des rayons X, on peut avoir une analyse élémentaire, c'est-à-dire savoir quel type d'atomes est présent au sein de la surface (jusqu'à une dizaine de micromètres de profondeur). Le faisceau

balayant l'écran, on peut même dresser une cartographie chimique, avec toutefois une résolution très inférieure à l'image en électrons secondaires (de l'ordre de 3 μm).

Remarque : Il existe aussi une microscopie ionique (FIB pour *Focused Ion Beam*) pour laquelle les électrons sont remplacés par des ions de gallium. Les ions possédant une masse plus importante que les électrons, leur interaction avec l'échantillon s'en trouve augmentée. Un FIB sera donc en particulier utilisé dans les applications nécessitant un faisceau plus énergétique en particulier pour la lithographie ionique à l'échelle micrométrique.

Pouvoir de résolution La résolution spatiale d'un MEB est directement fonction de la taille du faisceau électronique incident. Elle dépend de la taille de la zone affectée dans le matériau étudié (diamètre de la poire d'interaction) et sera donc différente selon le mode d'imagerie :

- en imagerie en électrons secondaires, elle sera de l'ordre de quelques nanomètres ;
- en imagerie en électrons retrodiffusés, elle sera de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres ;
- en spectrométrie de rayons X, elle sera de l'ordre de quelques micromètres.

Avantages et inconvénients Le principal avantage du MEB est sa grande versatilité : il permet d'étudier aussi bien des échantillons de taille microscopique que des échantillons de taille mésoscopique (avec cependant une résolution spatiale plus faible).

En revanche, il souffre d'une certain nombre d'inconvénients :

- la nécessité de travailler sous vide (au moins partiel) ;
- l'échantillon doit être conducteur ou rendu conducteur par un dépôt métallique afin d'éviter l'accumulation des charges électriques à la surface de celui-ci pouvant créer des champs parasites et donc perturber l'image obtenue ;
- les échantillons étudiés doivent supporter le bombardement électronique intense ;
- la déflexion du faisceau peut légérement dévier temporellement et entrainer des perturbations de l'image finale.

1.2.3 Microscopies en champ proche

1.2.3.1 Microscopie à effet tunnel

Principe [52] Le fonctionnement du microscope à effet tunnel (ou STM pour *Scanning Tunneling Microscope*) repose sur un effet quantique, l'effet tunnel, découvert en 1928.

En appliquant une faible différence de potentiel entre deux métaux, certains électrons peuvent passer d'un métal à l'autre à travers le vide (du fait du comportement ondulatoire

de ceux-ci) si la distance entre les deux surfaces est suffisamment faible (environ 2 nm). Ce transfert d'électrons génère un très faible courant électrique qui peut-être mesuré.

Le STM exploite ce phénomène : une pointe métallique très fine balaye la surface d'un échantillon conducteur. Le « courant tunnel » s'établit entre le bout de la pointe et la surface de l'échantillon. En mesurant les variations de ce courant tunnel, une image topographique de la surface peut être reconstituée.

Il existe également un mode de mesure « à courant constant » pour lequel un asservissement de la position verticale de la pointe est réalisé (via des tubes piézoélectriques) de manière à conserver le « courant tunnel » constant. C'est alors la position qui est enregistrée pour reconstruire la topographie de la surface (Fig. 1.10).

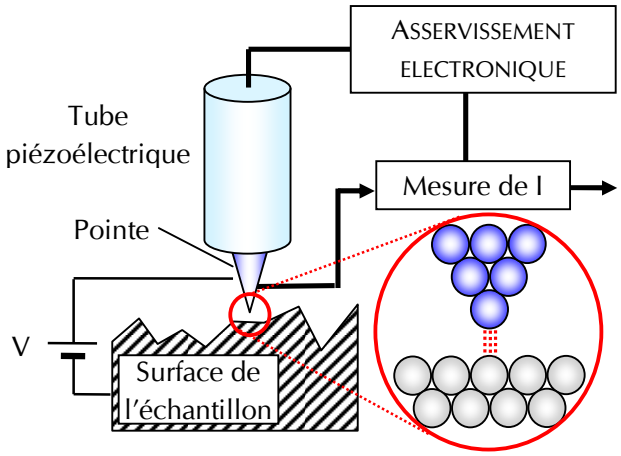


FIG. 1.10 : Schéma simplifié d'un microscope à effet tunnel.

Pouvoir de résolution La résolution spatiale est directement fonction du diamètre de la pointe et peut descendre jusqu'au nanomètre.

Selon l'axe vertical, la dépendance du « courant tunnel » avec la distance pointe-surface étant exponentielle, la résolution en z est de l'ordre de l'Angström.

Avantages et inconvénients Le principal avantage du STM est sa très haute résolution qui permet, dans les meilleures conditions, de « voir » les atomes. En outre, aucune préparation de l'échantillon n'est nécessaire et la méthode est non destructive.

En revanche, le STM est limité aux matériaux conducteurs ou semi-conducteurs non oxydés. En pratique, le champ d'étude est très limité (quelques dizaines de micromètres carrés) et le temps d'acquisition peut être très long (15 à 30 minutes).

1.2.3.2 Microscopie à force atomique

Principe [53] Le microscope à force atomique (ou AFM pour *Atomic Force Microscope*) est composé d'une pointe solidaire d'un bras de levier qui balaie la surface à étudier. Les atomes de la surface vont attirer ceux de l'extrémité de la pointe du fait des forces de VAN DER WALLS qui s'exercent entre eux. La pointe suivra alors le relief de la surface, provoquant une déflexion du microlevier qui pourra être mesurée (généralement par réflexion laser) et l'image topographique de la surface pourra être reconstituée (Fig. 1.11).

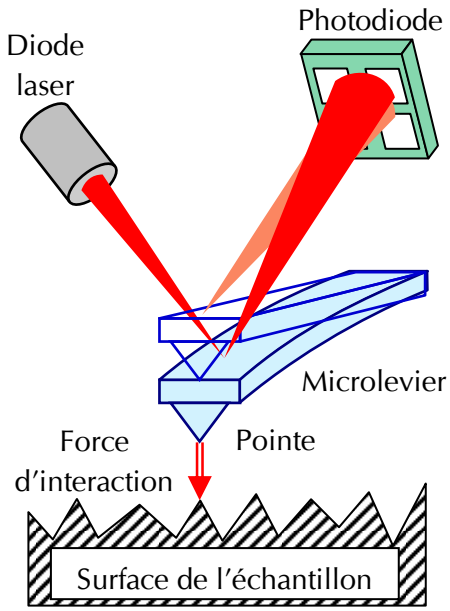


FIG. 1.11 : Schéma simplifié d'un microscope à force atomique.

Un AFM peut fonctionner selon trois modes distincts.

- *Mode contact* : Les forces mises en jeu sont des forces de répulsion à courte distance. On peut alors travailler à force constante (pour les échantillons très rugueux) ou à hauteur constante.
- *Mode contact intermittent ou « tapping mode »* : Le microlevier oscille au dessus de l'échantillon à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. La pointe n'entre en contact que périodiquement avec l'échantillon ce qui permet d'éviter les forces de friction qui peuvent endommager certaines surfaces.
- *Mode non contact vibrant* : Ce mode permet d'évaluer les forces d'interaction à longue portée de plus faible intensité (distance pointe-surface supérieure à 10 nm).

Pouvoir de résolution Tout comme pour le STM, la résolution spatiale est directement fonction du diamètre de la pointe. Elle est typiquement de l'ordre de quelques nanomètres.

La résolution en z est de l'ordre du nanomètre.

Avantages et inconvénients L'AFM possède les mêmes avantages en terme de résolution que le STM avec en outre la possibilité d'étudier des surfaces non conductrices.

Il pâtit lui aussi d'un champ d'étude très limité (quelques dizaines de micromètres carrés) et d'un temps d'acquisition rédhibitoire (15 à 30 minutes). Il est à noter également une usure rapide de la pointe qui impose de la renouveler pratiquement pour chaque mesure.

1.2.3.3 Microscopie optique en champ proche

Principe [54] En optique, la limite de diffraction peut être dépassée en ne s'intéressant non plus à l'onde dispersée (à longue distance), ce que font les microscopies optiques classiques, mais à l'onde évanescente qui se forme proche de l'objet étudié.

La microscopie exploite ce principe en détectant ces composantes non radiatives du champ électromagnétique présentes au voisinage de la surface de l'objet d'étude. Pour cela, une sonde (généralement, une fibre optique taillée en pointe dont le diamètre final est plus faible que la longueur d'onde de la lumière utilisée) va balayer la surface à la manière d'un AFM ou d'un STM et récupérer ces ondes évanescentes et les acheminer jusqu'à un photomultiplicateur via une fibre optique.

Cette méthode permettra d'observer une image de la surface avec des détails plus fins que ceux définis par le critère de Rayleigh.

Pouvoir de résolution La résolution spatiale d'un tel microscope peut descendre jusqu'à $\lambda/20$ voire moins (près de 10 nm).

Avantages et inconvénients L'avantage principal d'un microscope optique en champ proche est sa résolution qui repousse les limites de l'optique classique.

Cependant, comme tous les microscopes en champ proche, il impose un champ d'étude réduit et un temps d'acquisition long.

1.2.4 Synthèse

La Fig. 1.12 résume les différentes gammes de résolutions spatiales pour chacun des microscopes qui viennent d'être présentés.

Compte-tenu de la plage de résolution utile à la présente étude (de l'ordre du micromètre pour pouvoir détecter les déformations à l'intérieur de grains métalliques de 10 à 30 μm de dimension caractéristique), du champ de mesure qu'elle nécessite (typiquement de l'ordre de 10^4 μm^2) et au regard des inconvénients non négligeables des autres méthodes (temps

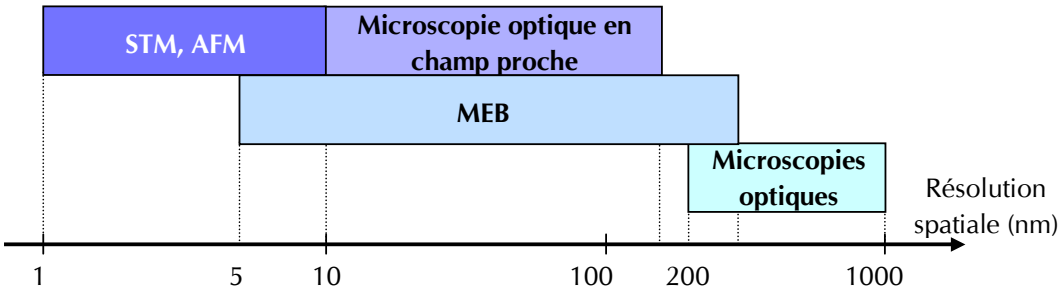


FIG. 1.12 : Comparatif des résolutions spatiales des différents microscope (d'après [55]).

d'acquisition long pour les microscopies à champ proche et, dans une moindre mesure, le MEB ; dérive du faisceau d'électrons pour le MEB), les techniques optiques ont été retenues.

C'est pourquoi, la microscopie interférométrique en lumière blanche sera utilisée dans ce travail pour venir valider les résultats obtenus et permettre d'étudier les premières applications mécaniques.

Chapitre 2

Réalisation de réseaux micrométriques

2.1 Différentes techniques couramment utilisées

Pour produire des réseaux périodiques présentant un pas micrométrique sur des surfaces, deux principales méthodes peuvent être distinguées.

En premier lieu, les méthodes séquentielles utilisent le balayage d'un faisceau pour « tracer » des lignes avec un espacement régulier à la surface que l'on souhaite étudier. Ce faisceau peut être électronique dans la plupart des cas [8, 10, 12, 46, 56, 57] ou ionique (FIB) [9, 31]. Les lignes peuvent être directement gravées sur la surface étudiée (métallique par exemple) si le faisceau est suffisamment puissant (ce qui est le cas avec un faisceau d'ions) ou sur une couche supplémentaire de polymère (PMMA le plus souvent) déposée préalablement. Ce type de lithographie permet de produire des réseaux présentant des pas allant de la dizaine de nanomètres à quelques dizaines de micromètres. Néanmoins, cette technique ne permet pas de coder une grande surface (pas plus de 10^4 μm^2). En outre, le temps de production des réseaux est très important.

L'autre méthode principalement mise en œuvre est la photolithographie qui reproduit un réseau par illumination d'une résine photosensible déposée à la surface de l'échantillon via un masque [6, 17, 31, 58]. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet de produire des réseaux sur une vaste surface en un temps très court. Cependant, elle présente quelques difficultés notamment en terme d'alignement du masque avec la surface à encoder. Les pas obtenus, limités par la diffraction, vont couramment de 0,5 μm à quelques dizaines de micromètres.

Le motif sur résine issu de la lithographie photonique ou électronique peut être utilisé tel quel pour caractériser la surface. Cependant, certaines opérations supplémentaires peuvent être effectuées de manière à améliorer la caractérisation. On distingue ainsi :

- la métallisation qui permet de rendre le motif conducteur ou réfléchissant selon le but recherché (voir section 2.4.3.1) ;
- la métallisation suivi d'une dissolution de la résine rémanente (procédé dit *lift-off*) particulièrement utilisé pour les observations sous MEB pour garantir la conductivité à la fois du substrat et du motif [57] ;

– la gravure humide (par immersion dans une solution acide [59]) ou sèche (par traitement plasma [60]) qui permet de transférer le motif directement sur le substrat par gravure et ainsi de s'affranchir des hypothèses de cohésion substrat/résine.

La figure 2.1 résume l'ensemble des techniques qui viennent d'être évoquées.

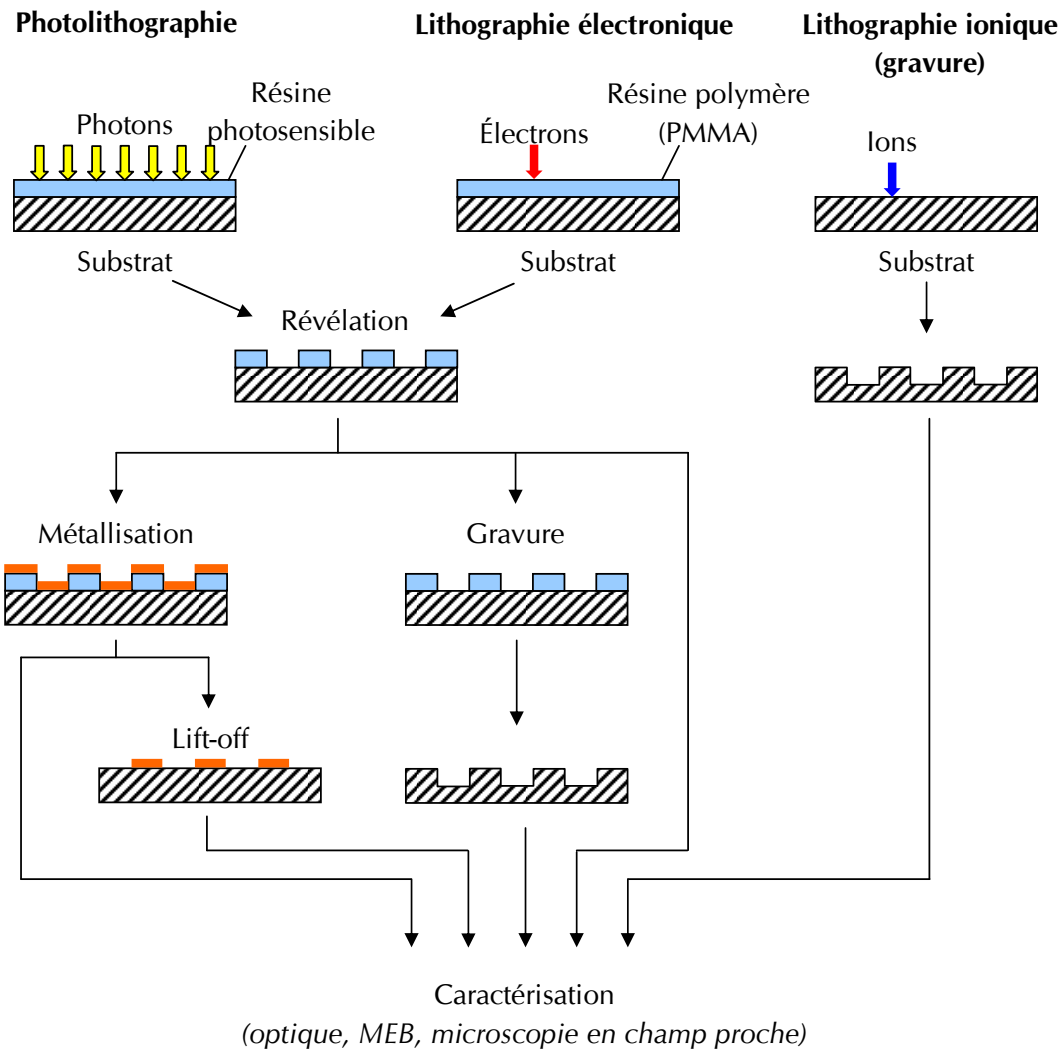


FIG. 2.1 : Différentes techniques de lithographie.

2.2 Photolithographie interférentielle directe

2.2.1 Principe

La technique choisie pour le présent travail est la photolithographie interférentielle directe. Celle-ci permet en effet d'obtenir des réseaux présentant des pas très réguliers sur des

surfaces relativement importantes (couramment jusque 1 cm^2) et de manière très rapide comparée notamment aux méthodes séquentielles (de l'ordre de quelques secondes).

Dans cette technique, les mêmes phénomènes physiques que pour la photolithographie sont mis en jeu (exposition d'une résine photosensible par une source lumineuse d'une longueur d'onde donnée). Cependant, aucun masque « physique » n'est utilisé : ce sont les interférences lumineuses de deux sources cohérentes qui vont déterminer le motif qui sera « enregistré » (en l'occurence, un réseau de franges parallèles) par la résine déposée directement sur l'éprouvette. Il n'y a donc pas non plus d'étape de réplication contrairement aux réseaux utilisés pour le moiré interférométrique [19].

En raison des principes physiques de cette méthode qui viennent d'être rappelés, le terme « photolithographie interférentielle directe » est ici préféré aux termes « lithographie holographique » ou « lithographie par interférences laser » (LIL pour *Laser Interference Lithography*) qui la désigne couramment.

2.2.2 Montage expérimental

En pratique (Fig. 2.2), un faisceau laser passe tout d'abord à travers un montage afocal, système de deux lentilles convergentes espacées d'une distance égale à la somme de leurs distances focales : celui-ci entre dans le montage collimaté (c'est-à-dire, parallèle) avec un diamètre d_1 et en ressort collimaté avec un diamètre d_2. Le rapport des diamètres d_2/d_1 est égal au rapport des distances focales f_2/f_1.

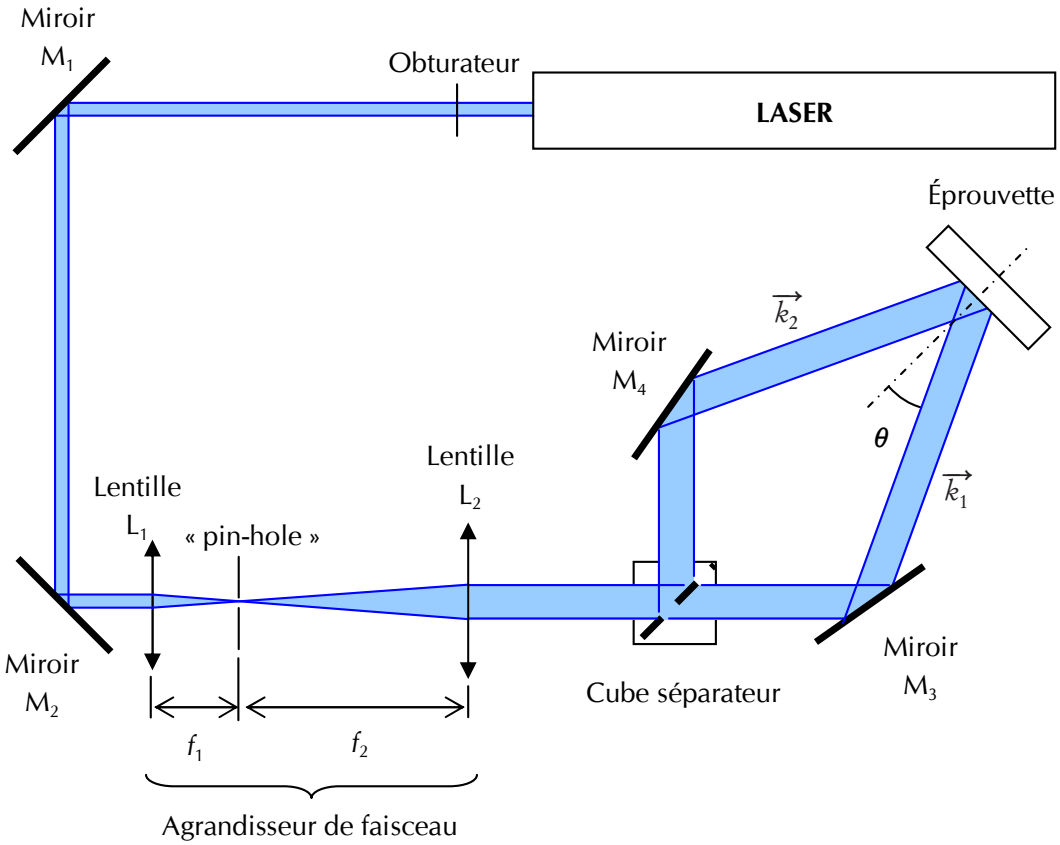
Au point focal image de la lentille L_1 (coïncidant donc avec le point focal objet de la lentille L_2) est placé un filtre spatial (un « trou d'épingle » plus communément désigné par son nom anglais « pin-hole ») afin de « nettoyer » le front d'onde de ses aberrations.

Le faisceau est ensuite divisé (par division d'amplitude) à l'aide d'un cube séparateur. Les deux faisceaux issus de cette division sont finalement reflétés respectivement par les miroirs M_1 et M_2 puis dirigés vers l'éprouvette avec un demi-angle d'incidence θ.

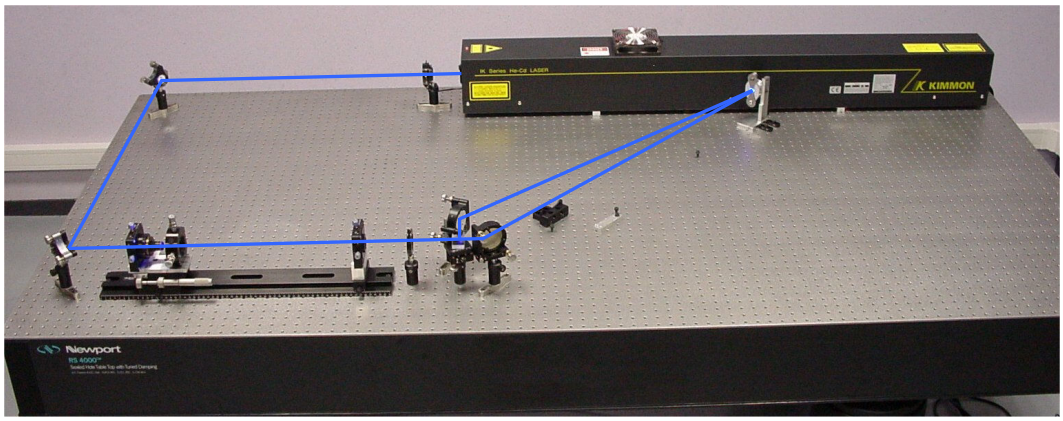
Un réseau de franges d'interférence parallèles va alors être formé sur cette zone de l'éprouvette (et « enregistré » par la résine photosensible qui la recouvre). L'interfrange, c'est-à-dire le pas de ce réseau, déduit des lois de l'interférométrie classique, est donné par l'équation 1.17 rappelé ici :

$$p = \frac{\lambda}{2\sin\theta}, \tag{2.1}$$

où p représente le pas du réseau et λ la longueur d'onde de la source de lumière monochromatique utilisée.



(a) Schéma de principe du montage de photolithographie interférentielle directe



(b) Photographie du montage de photolithographie interférentielle directe

FIG. 2.2 : Montage de photolithographie interférentielle directe.

Pour obtenir un réseau de traits croisés, il suffit de faire une première exposition dans une direction puis de tourner l'éprouvette de 90° et d'effectuer une seconde exposition[1].

2.2.3 Gamme complète

Pour réaliser des réseaux à l'échelle micrométrique, les étapes suivantes sont mises en œuvre.

- Un polissage mécanique par papiers abrasifs et polissage final à la pâte diamantée sont tout d'abord effectués. Le but de ces opérations est d'obtenir une surface à étudier la plus plane possible (de manière à permettre un étalement homogène de la résine) et exempte de rayures de largeur supérieure à la taille du motif codant la surface (typiquement, finition à 1 μm).
- La résine photosensible est déposée par centrifugation (*spin-coating*) en salle noire. La résine utilisée est de marque Shipley Microposit S1813. Il s'agit d'une résine photosensible positive c'est-à-dire que la partie insolée est la partie qui sera dissoute. Compte tenu de la rugosité importante de la surface (en comparaison avec les substrats de silicium ou d'arsenide de gallium utilisés en microélectronique), les paramètres suivants de centrifugation sont utilisés :
  1. une accélération de 2000 tr/min/s puis un palier de 10 s à 2000 tr/min pour pré étaler la résine et combler toutes les anfractuosités de la surface ;
  2. une accélération de 2000 tr/min/s puis un palier de 60 s à 6000 tr/min pour obtenir une épaisseur constante de résine d'environ 1,1 μm à la surface de l'éprouvette (Tab. 2.1) et commencer à éliminer le solvant.
- L'éprouvette est ensuite placée sur une plaque chauffante à une température de 120 °C pendant 1 minute et 30 secondes de manière à éliminer le résidu de solvant de la résine par évaporation. La température ne doit pas être supérieure à la température de transition vitreuse du polymère constituant la résine (autour de 125 °C) sous peine d'annuler les propriétés photosensibles de cette dernière.
- L'exposition est ensuite réalisée d'abord dans une direction puis dans une direction perpendiculaire de manière à obtenir un réseau de traits croisés. La source lumineuse utilisée est un laser à gaz helium-cadmium, de longueur d'onde 441,6 nm, simple mode (TEM_{00}), de puissance nominale 130 mW de marque Kimmon Electric Co. Ltd.
- Un nouveau recuit à 120 °C pendant 1 minute et 30 secondes est effectué de manière à catalyser la réaction chimique activée par l'exposition.

[1] On pourrait également effectuer une deuxième division d'amplitude des deux faisceaux issus du cube séparateur et réaliser ainsi le réseau croisé en une seule insolation. Cependant, cette méthode nécessite un montage optique plus compliqué, c'est pourquoi elle n'a pas été retenue.

- Le motif est ensuite développé : l'éprouvette est immergée dans une solution de développeur pur (de marque Shipley Microposit MF321) pendant 20 s puis rincée à l'eau distillée pendant 30 s.
- Un dernier recuit à 120 °C pendant 1 minute et 30 secondes est réalisé afin d'adoucir les formes du motif du réseau.

TAB. 2.1 : Épaisseur de la couche de résine Shipley Microposit S1813 en fonction de la vitesse de centrifugation.

Vitesse de rotation (tr/min)	2000	3000	4000	5000	6000	7000
Épaisseur de la couche de résine (μm)	1,85	1,5	1,3	1,2	1,1	1,0

2.3 Caractérisation de la forme des réseaux

Pour caractériser la forme des réseaux obtenus par la technique de photolithographie interférentielle directe, des images de ceux-ci ont été faites à l'aide d'un microscope à force atomique (Fig. 2.3). Ces observations ont été réalisées pour trois doses d'exposition différentes à savoir 300, 500 et 1000 mJ/cm^2 (ces valeurs d'énergie étant calculées en considérant l'intensité maximale des franges d'interférences).

On remarque alors que la forme des réseaux n'est pas sinusoïdale (tandis que le profil des franges d'interférences l'est). Cela peut s'expliquer simplement par le fait que la résine photosensible ne présente pas une réponse linéaire en fonction de l'intensité d'exposition mais une réponse donnée par sa « courbe de contraste » (Fig. 2.4).

En effet, la résine ne réagira pas (ou très peu) en dessous d'une intensité d'exposition D_0 (environ 50 mJ/cm^2). Elle suivra ensuite une loi linéaire en fonction du logarithme de l'énergie avec une pente $-\gamma$ jusqu'à une valeur D_{100} pour laquelle toute l'épaisseur de la résine sera polymérisée puis dissoute (environ 300 mJ/cm^2).

En prenant en compte cette non linéarité du comportement de la résine, il est possible de tracer un profil théorique du réseau et de le comparer avec le profil réel extrait des images AFM. Ceci a été réalisé pour les trois intensités d'exposition précédemment annoncées. Les figures 2.5, 2.6 et 2.7 montrent ces résultats comparés (a : profils réels ; b : profils théoriques).

Ces profils théoriques et réels sont similaires au premier ordre. De petites perturbations sont néanmoins constatées et peuvent être expliquées d'une part par les inhomogénéités du faisceau et de l'épaisseur de résine déposée à la surface de l'éprouvette qui induisent des variations dans la hauteur des motifs et d'autre part par le fait que le substrat est lui-même réfléchissant.

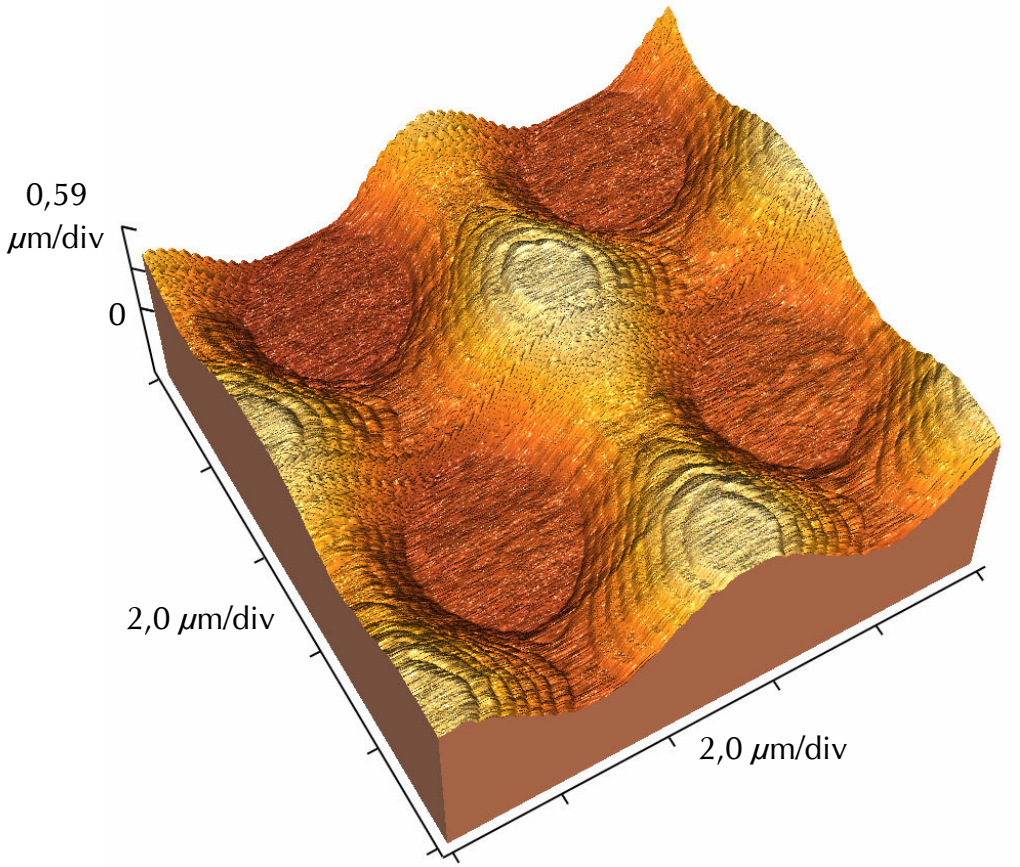


FIG. 2.3 : Vue 3D d'un réseau microscopique (pas de 5,3 μm) observé à l'AFM.

Cette dernière cause introduit des interférences parasites : les deux faisceaux réfléchis interfèrent avec les faisceaux incidents avec un demi-angle de $\pi/2$. Ceci a pour conséquence de superposer au motif des « marches d'escalier » qui peuvent être observées sur la figure 2.3 (ces marches étant espacées d'une distance d'environ $\lambda/2$).

2.4 Optimisation de réalisation des réseaux

2.4.1 Principe

En vue d'optimiser la qualité des résultats sur les grandeurs cinématiques qui seront obtenues (justesse des champs de déplacement et de déformation), une étude préliminaire a été menée quant à la réalisation des réseaux. Le paramètre étudié en était l'intensité d'exposition lumineuse, celui-ci conditionnant directement la forme du réseau. La fonction objectif à minimiser était la résolution en déplacement obtenue avec la méthode de la grille présentée à la section 1.1.1.4, paramètre directement lié au bruit de phase.

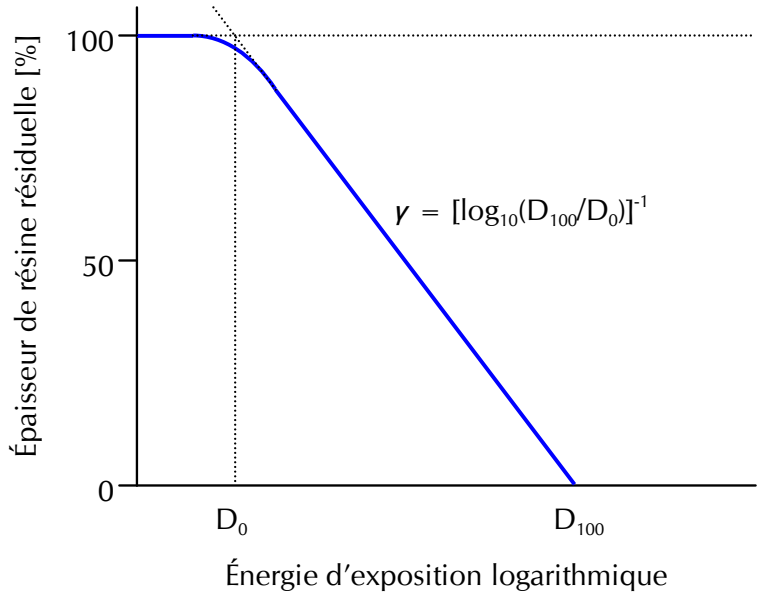
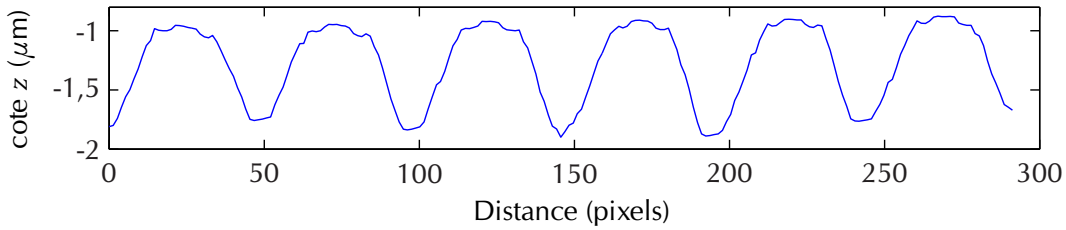
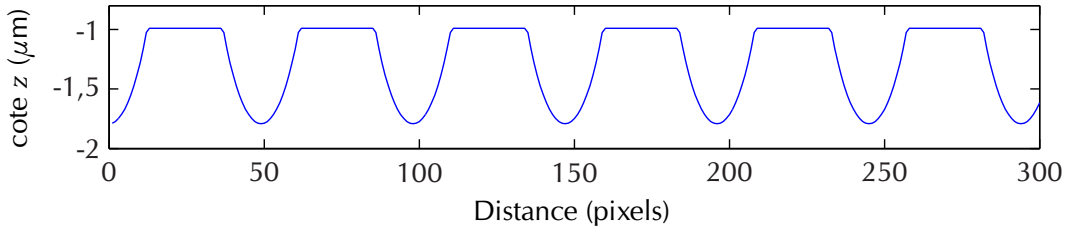


FIG. 2.4 : Courbe de contraste de la résine photosensible.

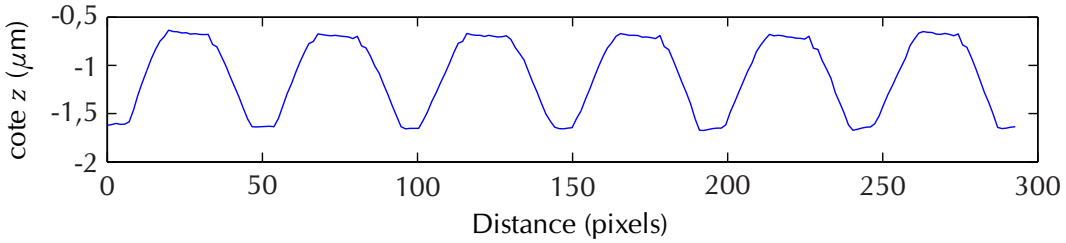


(a) Profil du réseau pour une intensité d'exposition de 300 mJ/cm^2

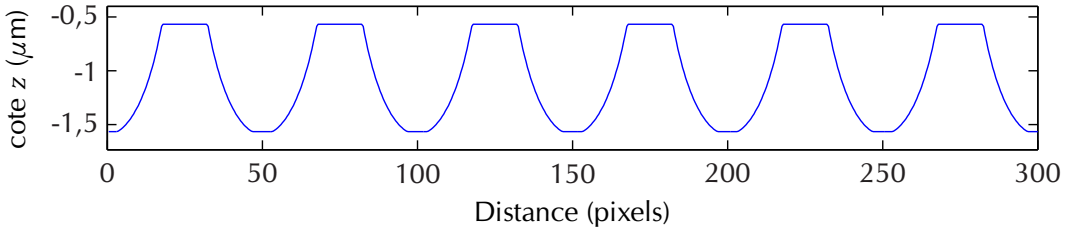


(b) Profil théorique du réseau pour une intensité d'exposition de 300 mJ/cm^2

FIG. 2.5 : Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 300 mJ/cm^2.

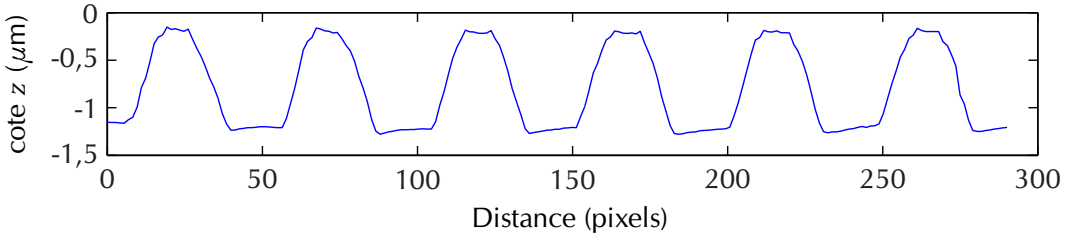


(a) Profil du réseau pour une intensité d'exposition de 500 mJ/cm^2

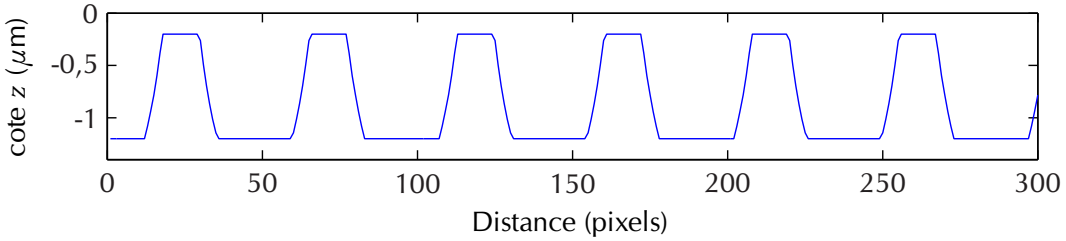


(b) Profil théorique du réseau pour une intensité d'exposition de 500 mJ/cm^2

FIG. 2.6 : Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 500 mJ/cm^2.



(a) Profil du réseau pour une intensité d'exposition de 1 J/cm^2



(b) Profil théorique du réseau pour une intensité d'exposition de 1 J/cm^2

FIG. 2.7 : Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 1 J/cm^2.

Pour mesurer ce dernier, deux « images » du même réseau sont prises (quelque soit la méthode d'imagerie choisie) sans changer les paramètres (illumination, cas de charge, ...) entre ces deux prises d'image. Leur carte de phase est alors calculée comme décrit dans la section 1.1.1.4. À un point donné de l'image, les phases obtenues sont données par l'équation 2.2 :

$$\begin{array}{rcl} \phi_1 & = & \phi + b_{\phi_1} \\ \phi_2 & = & \phi + b_{\phi_2} \end{array}, \tag{2.2}$$

où ϕ_1 et ϕ_2 représentent les phases enregistrées respectivement pour l'image 1 et l'image 2, ϕ représente la phase réelle de ce point et b_{ϕ_1} et b_{ϕ_2} représentent les bruits de mesure respectivement de l'image 1 et de l'image 2. Ces bruits sont supposés gaussiens de moyenne nulle et d'écart-type σ_ϕ. En soustrayant les deux cartographies de phase obtenues, il ne reste en chaque point que la différence des bruits de mesure (équation 2.3).

$$\phi_2 - \phi_1 = b_{\phi_2} - b_{\phi_1}. \tag{2.3}$$

L'écart-type de cette soustraction est alors $\sqrt{2}\sigma_\phi$ (les bruits étant supposés statistiquement indépendants, leurs variances s'ajoutent).

On définit alors la résolution en déplacement comme l'écart-type du bruit de mesure du déplacement. Lors d'une mesure de déplacement, une soustraction de deux cartes de phases est effectuée : l'écart-type du bruit de phase prendra donc pour valeur $\sqrt{2}\sigma_\phi$. En conséquence, la résolution en déplacement sera $\frac{p}{2\pi}\sqrt{2}\sigma_\phi$.

2.4.2 Observation des réseaux au microscope optique par réflexion

Il a d'abord été envisagé pour l'étude mécanique de réaliser la numérisation des réseaux à l'aide d'un microscope optique par réflexion dont le principe est rappelé à la section 1.2.1.1. Quelques observations préliminaires des réseaux obtenus pour différentes intensités d'insolation ont donc été réalisées. Les images ont été prises à l'aide d'un microscope optique pourvu d'un objectif ×50 et enregistrées par une caméra CCD codée sur 8 bits de 574×760 pixels. Les réseaux observés étaient de pas 5,6 μm.

Les figures 2.8, 2.9 et 2.10 montrent trois images issues de ces observations pour une gamme relativemeent large d'intensités d'exposition ainsi, à chaque fois, qu'un profil qui en est extrait. Il en ressort les constatations suivantes :

- pour une intensité d'exposition de 200 mJ/cm^2, le contraste lumineux n'est pas assez important pour permettre une mesure de phase (Fig. 2.8) ;
- pour une intensité d'exposition de 1 J/cm^2, les deux parties plates du relief que sont le haut de la résine et le métal mis à nu reflètent la lumière très intensément tandis que les

pentes apparaissent sombres, ces dernières renvoyant peu ou pas de lumière à l'objectif : on a alors une alternance blanc/noir deux fois dans un même pas et donc un signal périodique présentant une première harmonique très importante (Fig. 2.9) ;

- pour une intensité d'exposition de 500 mJ/cm^2, le contraste lumineux entre le haut de la résine, plat et réfléchissant, et les pentes du motif creusé est très bon. Néanmoins, le fond du motif, tendant vers une pente de 0°, présente une zone plus claire qui perturbe le profil du signal et maintient une forte influence de la première harmonique (comme précédemment pour une intensité d'exposition plus forte) (Fig. 2.10).

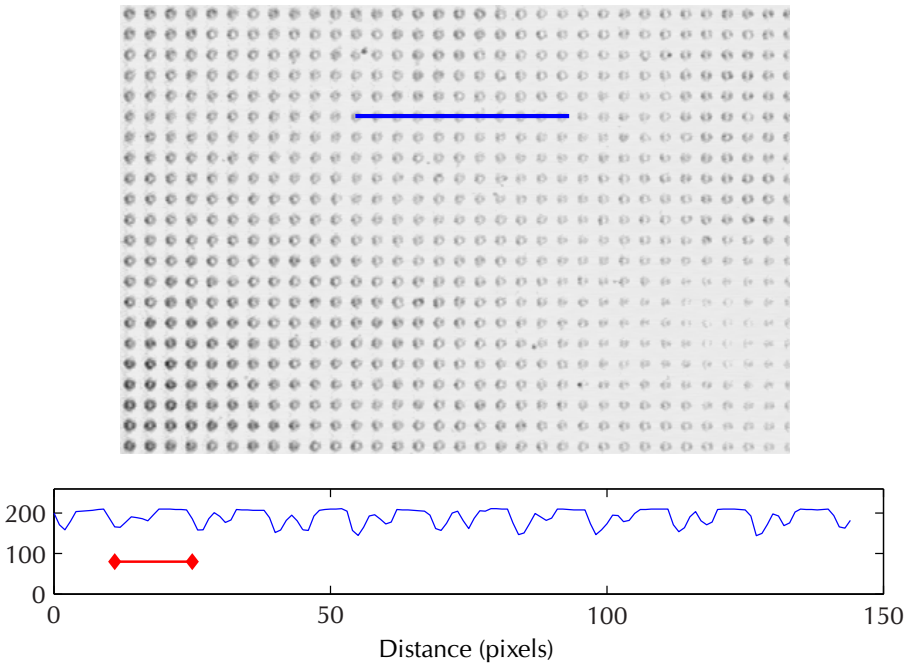


FIG. 2.8 : Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 200 mJ/cm^2.

Cette dernière image, qui semble correspondre à un optimum de l'intensité d'exposition, reste malgré tout très loin d'une image du réseau harmonique souhaité. Il apparait donc déraisonnable de vouloir appliquer un algorithme de décalage de phase à de tels signaux. L'idée d'utiliser la microscopie optique par réflexion a donc été abandonnée au profit d'une technique de numérisation capable de représenter le profil 3D réel des réseaux (en l'occurence, la microscopie interférométrique en lumière blanche), ce dernier étant plus proche d'un signal harmonique exploitable par un algorithme de décalage de phase.

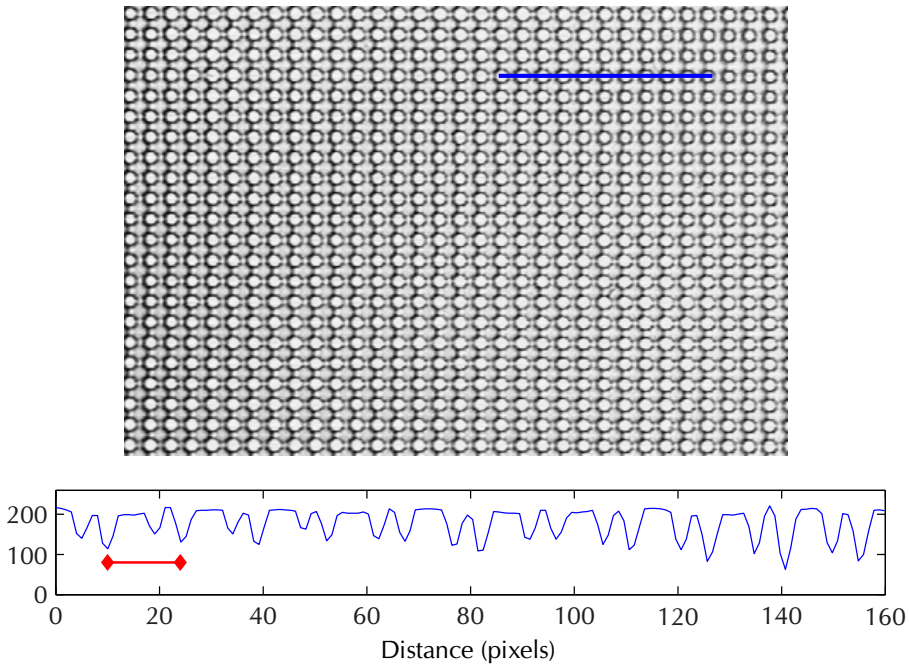


FIG. 2.9 : Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 1 J/cm^2.

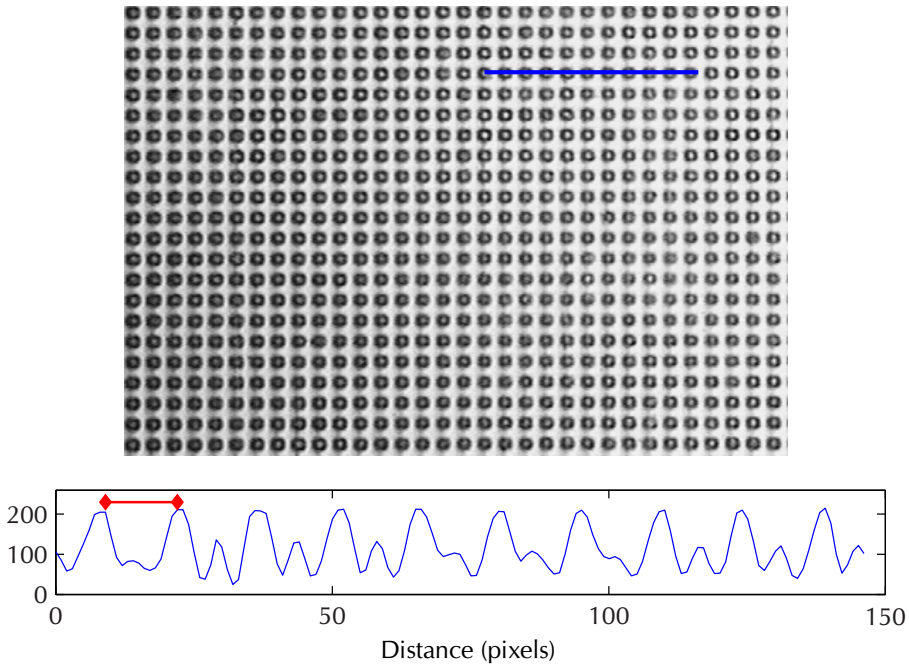


FIG. 2.10 : Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 500 mJ/cm^2.

2.4.3 Optimisation pour une observation au microscope interférométrique en lumière blanche

L'optimisation a donc été réalisée pour une observation au microscope interférométrique en lumière blanche, matériel utilisé dans la suite de ce travail. Le microscope interférométrique utilisé est un Wyko NT 3300 de marque VEECO.

Cependant, comme évoqué dans la section 1.2.1.3, la transparence de la résine photosensible génère des artefacts dans la mesure par microscopie interférométrique en lumière blanche : il est donc nécessaire de rendre la surface du réseau réfléchissante par métallisation.

2.4.3.1 Métallisation

Pour déposer des couches minces métalliques (d'épaisseurs de l'ordre de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres) à la surface d'un substrat, on dispose de plusieurs méthodes. Les plus couramment utilisées sont des techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD) ; celles-ci ont pour point commun de s'effectuer dans une enceinte sous-vide. On distingue ainsi trois techniques principales.

Le dépôt par évaporation par effet Joule (Fig. 2.11(a)) Le métal à déposer est placé dans un creuset d'un matériau réfractaire (souvent, de l'alumine frittée, parfois du graphite ou de l'oxyde de berylium). Ce dernier est chauffé par effet Joule jusqu'à atteindre le point de fusion du métal à déposer. La pression de vapeur du métal devient sensiblement supérieure à la pression résiduelle dans l'enceinte, ses atomes vont alors s'échapper et se propager en ligne droite jusqu'à ce qu'ils rencontrent la surface du substrat. Cette dernière étant plus froide, le métal va s'y condenser.

Cette technique présente la particularité d'être directionnelle et limitée à des surfaces relativement faibles (quelques millimètres). En outre, elle est réservée à des matériaux s'évaporant à une température relativement basse comme l'aluminium.

Le dépôt par évaporation par canon à électrons (Fig. 2.11(b)) Le principe est le même que l'évaporation par effet Joule à la différence près que le métal sera chauffé par un faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène et dirigé par déflexion électromagnétique. Le métal reposera alors sur une nacelle en cuivre refroidie par circulation d'eau.

Tout comme l'évaporation par effet Joule, cette technique est directionnelle et limitée à des surfaces faibles. En revanche, elle permet l'évaporation de matériau plus réfractaires sans risque de pollution par le support.

Le dépôt par pulvérisation cathodique (Fig. 2.11(c)) Cette technique est encore appelée « pulvérisation ionique » ou, en anglais, « ion sputtering »

Le métal (sous forme de cible plane) et le substrat sont placés dans l'enceinte sous vide à faible distance. Une différence de potentiel est appliquée entre la cible et le porte échantillon, la cible devenant la cathode et le porte échantillon l'anode. Un gaz neutre (le plus souvent, de l'argon) est injecté à basse pression dans l'enceinte ; sous l'action de la différence de potentiel, un plasma froid se crée. Les ions positifs (Ar^+) vont alors arracher mécaniquement les atomes de la cathode (la cible) qui vont être projetés jusqu'au porte échantillon refroidi et se déposer sur la surface à métalliser.

La pulvérisation cathodique, contrairement aux techniques d'évaporation, n'est pas directionnelle et permet de métalliser de façon homogène de grandes surfaces (dépendant de la taille de la cible). C'est pourquoi cette technique a été retenue afin de permettre de métalliser l'intégralité du motif (y compris les pentes qu'il présente ce qui ne serait pas possible avec une technique directionnelle) sur une surface relativement importante.

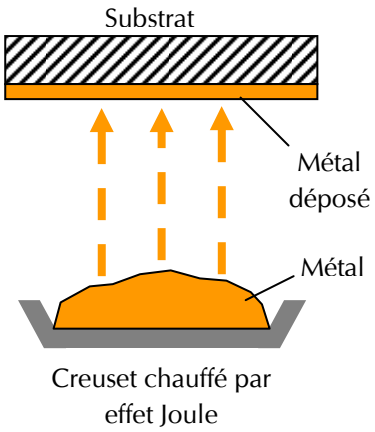
Ainsi, tous les dépôts ont été réalisés à l'aide d'un métalliseur par pulvérisation cathodique de marque EMITECH K575X.

Le dépôt métallique par pulvérisation cathodique est souvent utilisé pour observer des matériaux isolants (organiques) au microscope électronique à balayage. Le choix du dépôt est alors guidé par la conductivité électrique de celui-ci qui doit être maximale afin d'empêcher l'accumulation des charges au niveau de la surface observée.

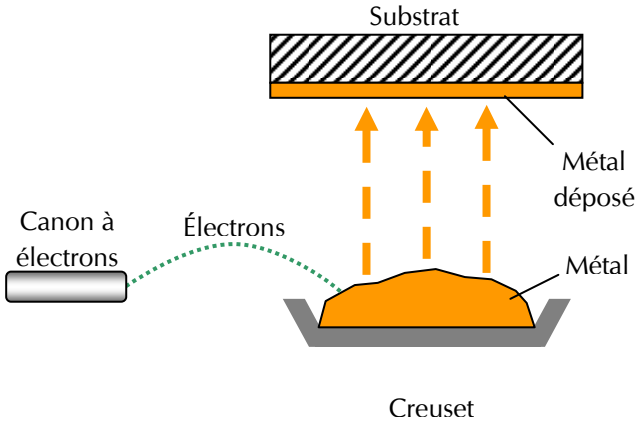
Ici, le choix est guidé par un autre critère : on cherche à maximiser la réflectivité de la surface. Parmi les différents métaux disponibles, le platine a été choisi en tant que bon compromis entre la réflectivité d'une part, le coût et la facilité de mise en œuvre d'autre part. En effet, sa réflectivité est pratiquement constante et de l'ordre de 70 % sur tout le spectre du visible (ce qui est important étant donné que le microscope interférométrique en lumière blanche utilise toute l'étendue du spectre du visible, voir Fig. 2.12) et, en outre, il se dépose sous forme de grains très fins sur la surface à étudier ce qui permet d'épouser au mieux les formes du motif (contrairement à l'or par exemple, couramment utilisé pour les observations sous MEB, dont la réflectivité n'est pas constante sur le spectre du visible et dont le dépôt se présente sous forme de grains grossiers).

Compte tenu de la courbe de dépôt fournie par le fabriquant du métalliseur (Fig. 2.13), l'ensemble des métallisations a été réalisé avec les paramètres suivants :

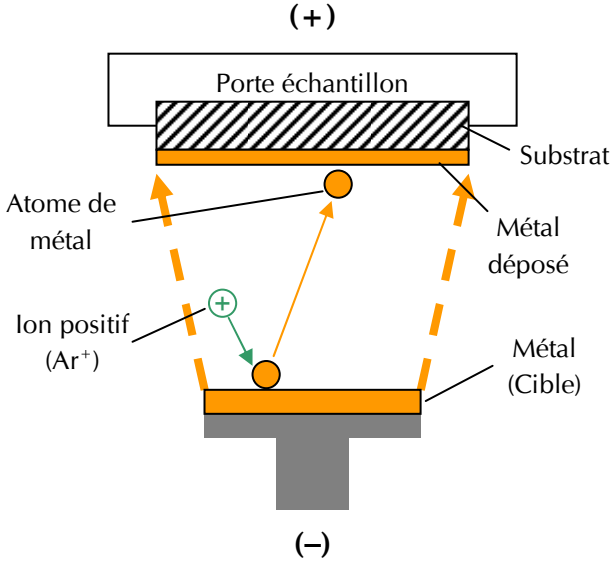
- pression d'argon : 1×10^{-1} mbar ;
- distance cible-échantillon : 30 mm ;
- intensité de dépôt : 25 mA ;
- durée du dépôt : 1 min.



(a) Schéma de principe de l'évaporation par effet Joule



(b) Schéma de principe de l'évaporation par canon à électrons



(c) Schéma de principe de la pulvérisation cathodique

FIG. 2.11 : Principe des différentes techniques de métallisation.

Ceux-ci permettent d'obtenir une épaisseur de platine d'environ 5 nm, ce qui est suffisamment faible pour ne pas perturber le motif et suffisamment élevé pour, qu'au niveau du microscope interférométrique, le signal provenant du motif soit prépondérant par rapport au signal de la surface métallique sous-jacente.

2.4.3.2 Optimisation

Le microscope interférométrique ne résout pas des pentes supérieures à 25° : le tableau 2.2 montre la résolution spatiale (calculée par le critère de Sparrow) et la pente maximale qui

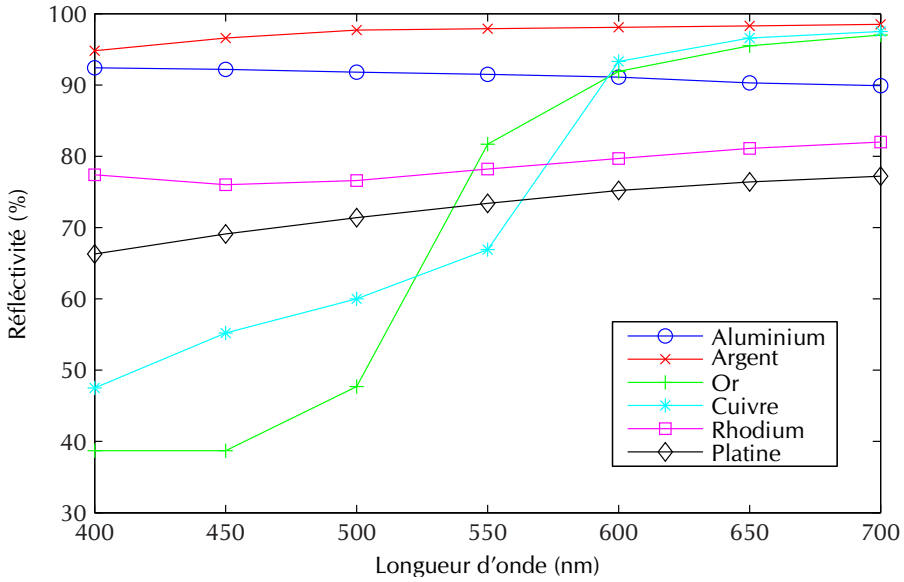


FIG. 2.12 : Réfléctivités de différents métaux dans le visible.

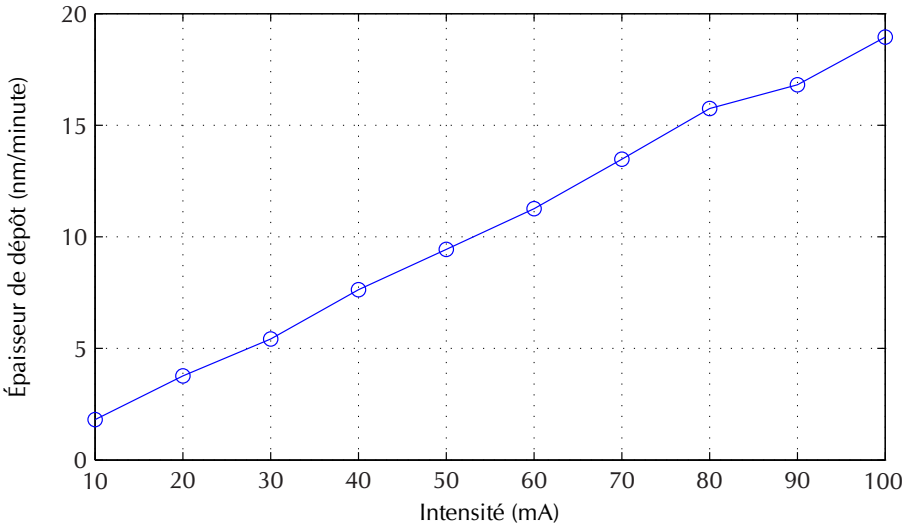


FIG. 2.13 : Abaque de dépôt du platine (pression d'argon : 1×10^{-1} mbar ; distance cible-échantillon : 30 mm).

peut être mesurée pour différents objectifs interférométriques (ceux fournis avec le Wyko NT 3300) et non interférométriques (utilisés en microscopie confocale). Cette limitation a imposé que l'intensité d'exposition soit étudiée sur une plage de valeurs relativement faibles à savoir [100–450] mJ/cm^2 avec un incrément de 50 mJ/cm^2 (les valeurs d'intensité supérieures présentent trop de points non mesurés et, par conséquent, ne présentent pas d'intérêt pour la présente étude).

TAB. 2.2 : Résolution spatiale et pente maximale mesurable pour différents objectifs.

Objectifs interférométriques					
Objectif	×2,5	×5	×10	×20	×50
Ouverture numérique	0,07	0,12	0,3	0,4	0,55
Résolution spatiale (μm)	4,29	2,5	1	0,75	0,55
Pente maximale (°)	3	5,2	13,1	17,7	25
Objectifs non interférométriques					
Objectif		×5	×10	×20	×50
Ouverture numérique		0,15	0,3	0,45	0,8
Résolution spatiale (μm)		2	1	0,67	0,38
Pente maximale (°)		8,5	14	21	42

Les mesures ont été faites pour 2 séries de 8 échantillons. Pour chaque éprouvette de chaque série, 5 mesures pour évaluer le bruit ont été effectuées pour différentes zones du réseau.

Les images ont été prises à l'aide du microscope interférométrique en lumière blanche pourvu d'un objectif ×20 et enregistrées par l'intermédiaire d'une caméra CCD de 480×640 pixels. L'échantillonnage numérique du réseau, de pas 5,6 μm, était dans ces conditions de 11 pixels par période. La figure 2.14 montre les résultats moyens de bruit de phase ($\sqrt{2}\sigma_\phi$) obtenus pour les différentes intensités étudiées. Les barres d'erreur correspondent aux valeurs maximales et minimales obtenues pour chaque valeur d'intensité sur l'ensemble des mesures. La figure 2.14 montre également le pourcentage de points mesurés par le microscope interférométrique en fonction de l'intensité.

À partir de ces résultats, la plage de valeurs de l'intensité d'exposition [150–250] mJ/cm^2 peut être définie comme la plage de travail : la résolution en déplacement est optimisée (avec un bruit de phase de l'ordre de 1°) et le pourcentage de points mesurés est quasiment de 100 %.

Cette plage optimale peut être expliquée par les raisons suivantes :

- en dessous de 150 mJ/cm^2, la résine, réagissant très peu, est très faiblement marquée ; le signal présentera donc beaucoup de bruit, ce bruit n'étant plus uniquement inhérant à la méthode de mesure mais également au motif lui même qui sera fortement perturbé du fait de cette sous-exposition (Fig. 2.15) ;
- au dessus de 250 mJ/cm^2, le motif est trop creusé et présente des pentes locales que le microscope interférométrique ne détecte pas ce qui engendre un très grand nombre de points non mesurés et altère considérablement le signal périodique (Fig. 2.16) ;
- entre 150 et 250 mJ/cm^2, l'insolation est suffisante pour que la résine réagisse de manière homogène sans se creuser complètement ; le microscope interférométrique parvient à

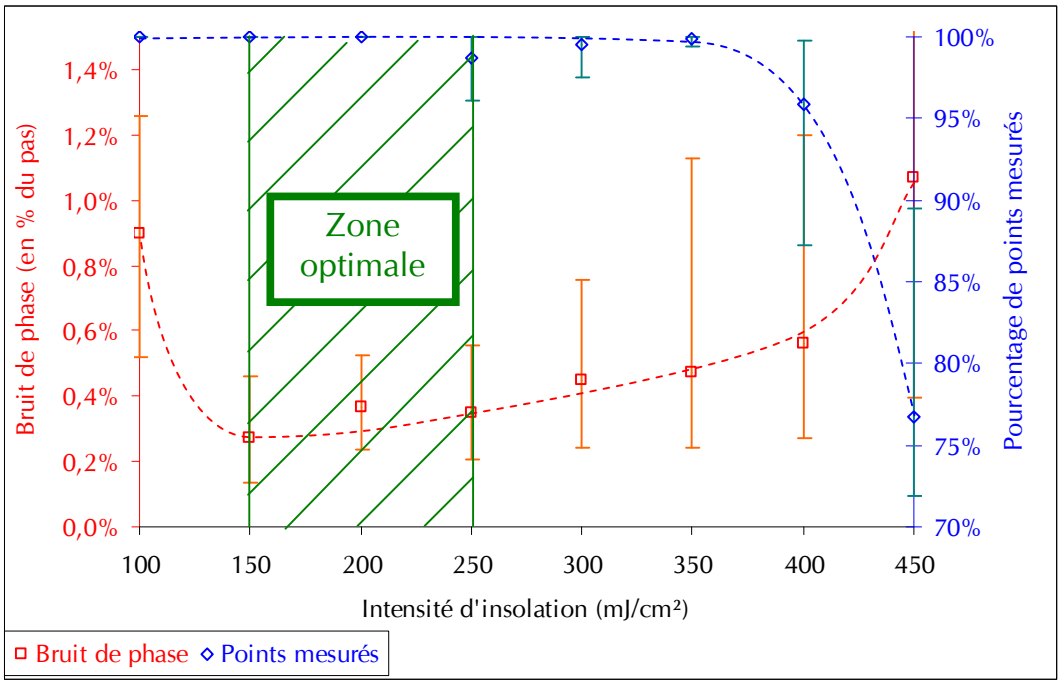


FIG. 2.14 : Bruit de phase et pourcentage de points mesurés obtenus à l'aide du microscope interférométrique en lumière blanche tracés en fonction de l'intensité d'exposition.

mesurer tous les points ou presque (y compris les pentes du motif) et renvoit un signal quasi harmonique (Fig. 2.17).

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la méthode utilisée pour réaliser des réseaux de pas micrométriques a été présentée. Celle-ci a prouvé sa simplicité, sa pertinence et sa robustesse.

Il a été constaté que le signal issu de la microscopie optique classique était loin d'être sinusoïdal même dans les meilleures conditions d'insolation (fig. 2.10). Pour cette raison, la présente étude sera réalisée à l'aide d'un microscope interférométrique en lumière blanche pour laquelle une optimisation du paramètre gouvernant la méthode est proposée. Le signal qui en est issu, constitué par la topographie de la surface, s'approche plus, dans le cas d'une insolation optimisée, d'un signal harmonique exploitable par l'algorithme de décalage de phase spatial choisi (fig. 2.17). En outre, l'utilisation d'un tel matériel permet de s'affranchir des problèmes dus aux déplacements hors-plan qui pourraient survenir au cours d'un essai mécanique ce qui n'est pas le cas avec un microscope classique (superposition de déformations hydrostatiques parasites [61], défocalisation).

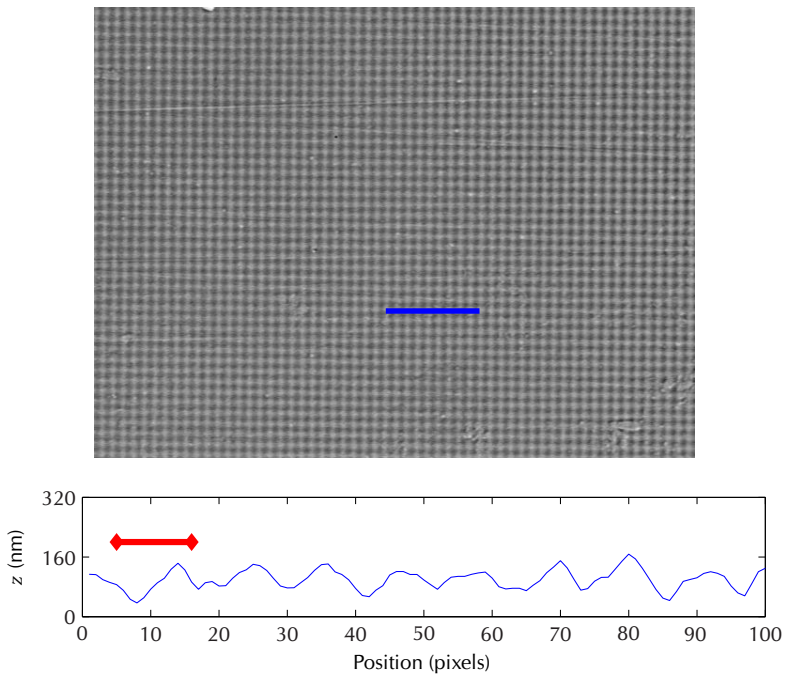


FIG. 2.15 : Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 100 mJ/cm^2.

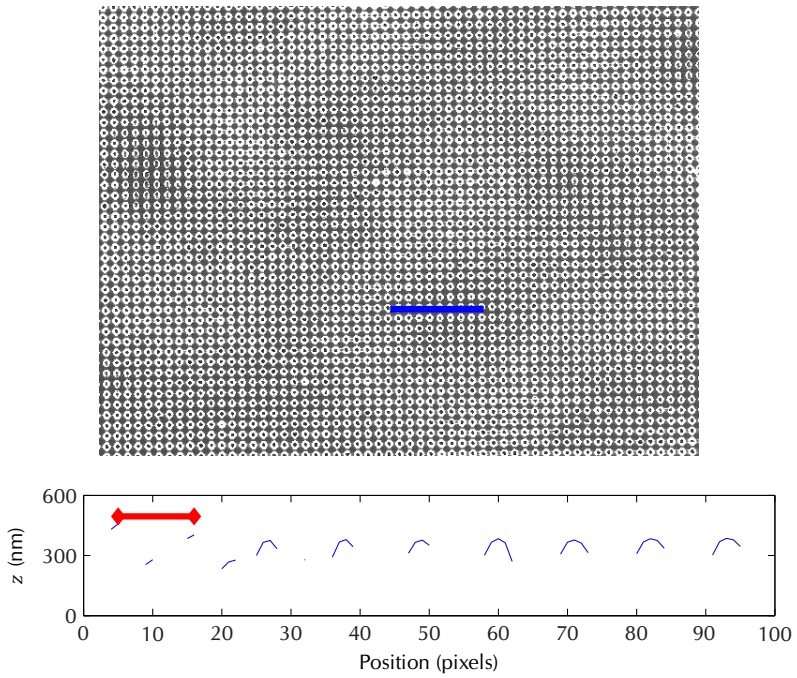


FIG. 2.16 : Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 400 mJ/cm^2.

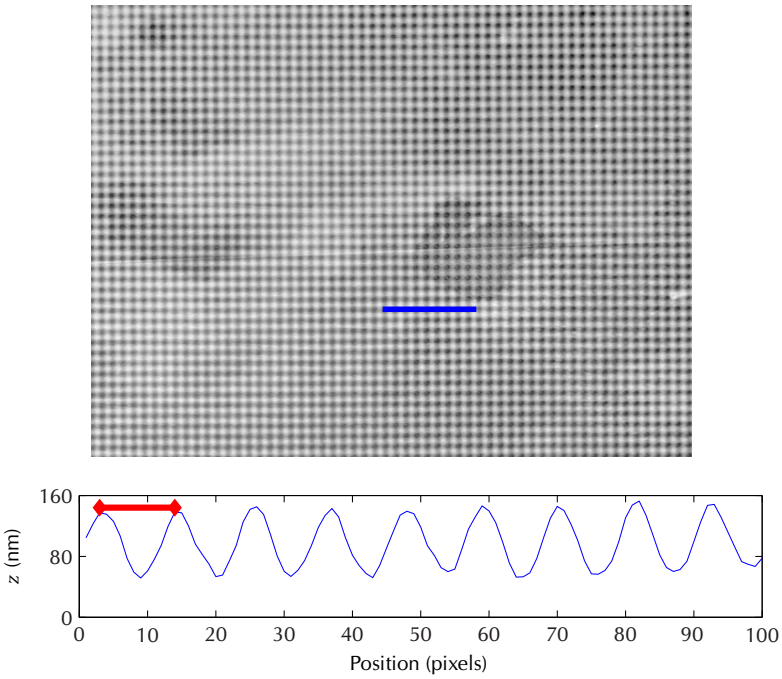


FIG. 2.17 : Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 150 mJ/cm^2.

Cependant, l'idée d'utiliser la microscopie optique n'est pas complètement abandonnée et reste envisageable dans la suite du projet en particulier pour disposer d'un équipement moins onéreux et plus modulaire et pour pouvoir observer des régions de l'éprouvette testée de dimensions plus importantes sans perte de résolution spatiale à l'aide d'une caméra de plusieurs mégapixels reliée à un objectif de fort grossissement (typiquement, le champ observé avec le microscope interférométrique avec l'objectif $\times 50$ et le zoom $\times 0{,}5$ est de 250×190 μm^2 tandis qu'avec un tel équipement, on pourrait monter jusqu'à un champ observé de $1{,}5 \times 1{,}1$ mm^2 sans perte de résolution). Il faudra alors se tourner vers une autre technique de lithographie permettant d'aboutir à un contraste optique comme par exemple le *lift-off* employé avec un matériau de dépôt judicieusement choisi (un matériau non réfléchissant ce qui permettrait, combiné avec le métal nu de l'éprouvette, d'obtenir un signal constitué d'alternances blanc/noir à l'instar de ce qui est fait à l'échelle macroscopique [61, 62]).

Chapitre 3

Étude du déplacement de corps rigide

3.1 Pourquoi étudier le déplacement de corps rigide ?

Lors du développement et de la mise en place d'une méthode extensométrique de champ, l'étude du déplacement de corps rigide est importante à deux titres :

- vérifier la capacité de cette méthode à retrouver le déplacement imposé avec exactitude ;
- s'assurer que la présence de tels déplacements ne nuira pas à la mesure des déformations de la surface étudiée lors d'un essai mécanique réel.

Dans le cas d'une étude à l'échelle micrométrique, le deuxième point est particulièrement important compte tenu de la présence quasi inévitable de déplacements de corps rigide lorsqu'on s'intéresse à une région de quelques dizaines de micromètres de long au sein d'une éprouvette de quelques millimètres de long. Il est donc de première importance de s'assurer de la non influence du déplacement de corps rigide sur les résultats obtenus ou, du moins, d'en connaître les perturbations pour les intégrer, voire les corriger le cas échéant.

3.2 Déplacement de corps rigide et corrélation spatiale du bruit

Une première étude expérimentale du déplacement de corps rigide a été entreprise sur des éprouvettes marquées par des réseaux de pas 5,6 μm. Le déplacement a été imposé selon la direction x (direction horizontale d'une image) à l'aide de la platine de déplacement du microscope interférométrique en lumière blanche. Celle-ci ayant une résolution de 1 μm, les incréments de déplacement étaient de 2 μm et au nombre de 12 (le déplacement total correspondant ainsi à environ 4 périodes). Les images ont été prises avec un objectif $\times 50$ et un zoom $\times 0{,}5$ conduisant à un échantillonnage de 13 pixels par période.

Les résultats montrent que le déplacement imposé selon x est bien retrouvé en prenant la moyenne de la carte u_x obtenue. En revanche, une augmentation monotone de l'écart type de cette même carte (qui devrait s'assimiler au bruit) est observée. Le même phénomène se produit pour la carte de déplacement u_y bien que le déplacement soit imposé selon la direction x (Fig. 3.1).

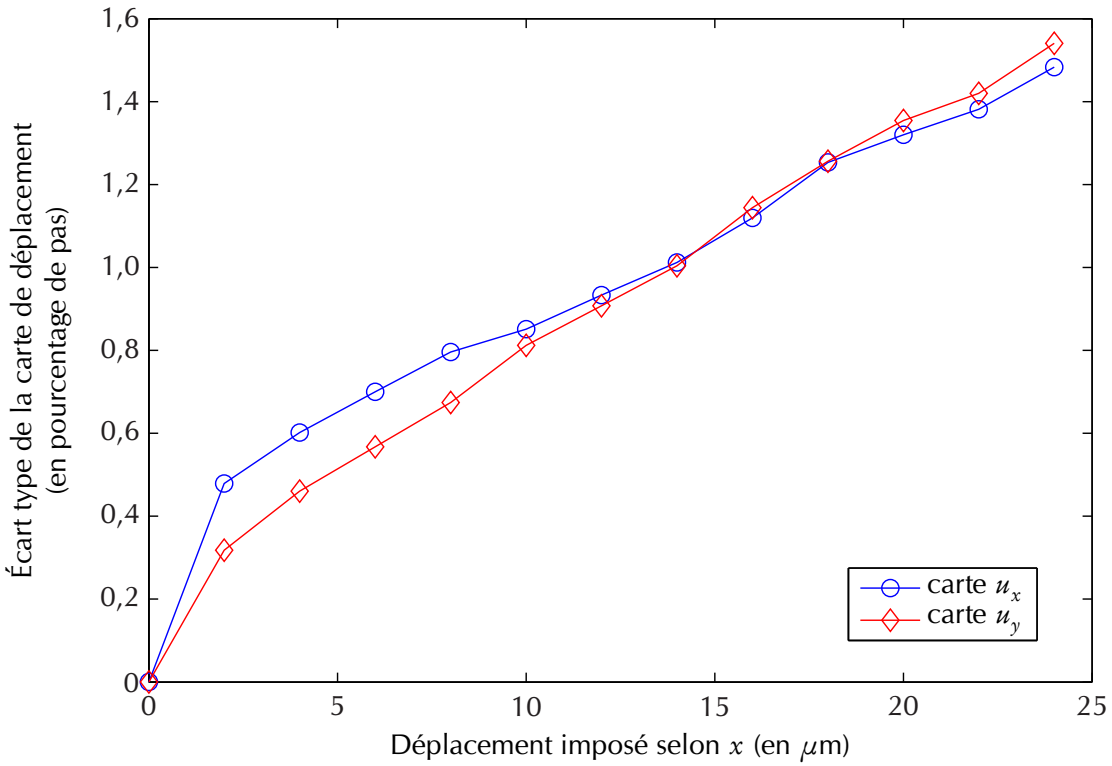
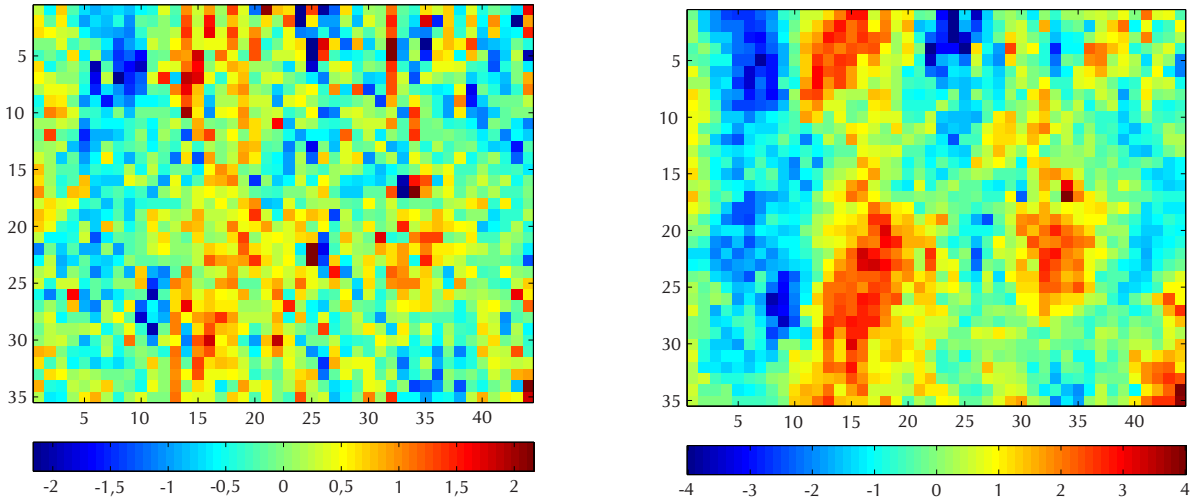


FIG. 3.1 : Evolution de l'écart type des cartographies de bruit en fonction de déplacement imposé selon x.

Les cartes de déplacement obtenues pour un déplacement imposé selon x égal à 6 μm (environ p) et à 24 μm (environ $4p$) dans les deux directions révèlent la présence d'une corrélation spatiale du bruit : des « taches » de moyennes fréquences spatiales semblent se dessiner en particulier sur les cartes correspondant à un déplacement imposé de 24 μm (Fig. 3.2 et 3.3).

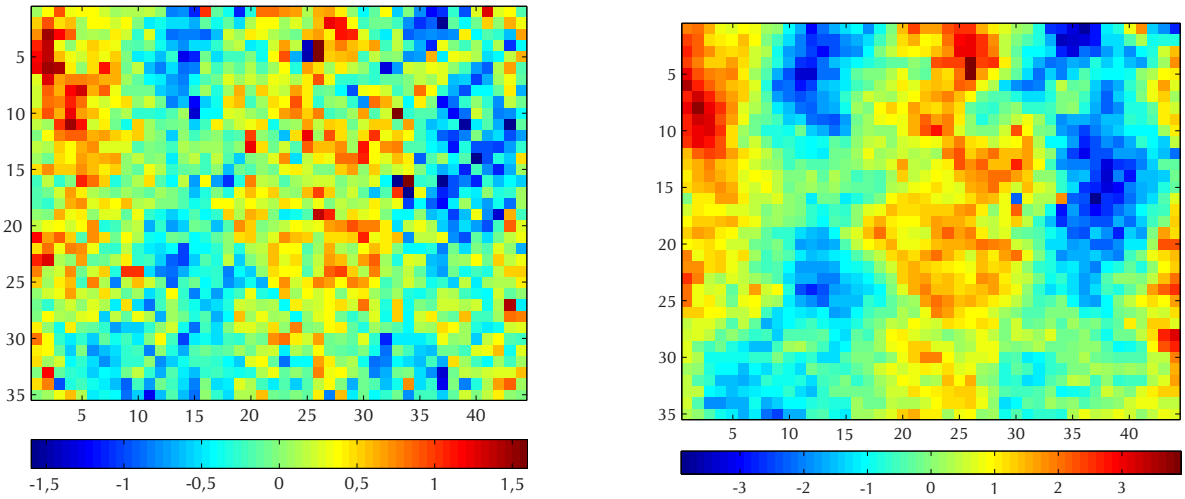
C'est donc que les cartes de phases sont biaisées (le bruit n'est pas spatialement indépendant). Ce biais peut provenir soit des réseaux eux-mêmes (méthode de marquage, inhomogénéité de la lithographie ou de l'épaisseur de la couche) soit de la méthode de numérisation c'est-à-dire du microscope interféromètrique en lumière blanche.

Afin de comprendre ce phénomène, un certains nombre d'études ont été menées. Celles-ci font l'objet de la section suivante.



(a) $u_{x_{\text{imposé}}} = 6\ \mu m$ (b) $u_{x_{\text{imposé}}} = 24\ \mu m$

FIG. 3.2 : Cartes de bruit corrélé selon x (échelle de couleurs en pourcentage du pas).



(a) $u_{x_{\text{imposé}}} = 6\ \mu m$ (b) $u_{x_{\text{imposé}}} = 24\ \mu m$

FIG. 3.3 : Cartes de bruit corrélé selon y (échelle de couleurs en pourcentage du pas).

3.3 Investigations sur l'origine de la corrélation spatiale du bruit

Les différentes investigations qui suivent ont été effectuées de manière numérique en calculant le déplacement entre :

- l'état initial constitué d'une image (obtenue expérimentalement à l'aide du microscope interféromètrique en lumière blanche ou générée numériquement) ;

– l'état final constitué de la même image mais décalée numériquement d'un nombre entier de pixels dans la direction x.

3.3.1 Focalisation des objectifs interférométriques

L'une des premières causes suspectées a été la présence de « pics » sur les images obtenues par le microscope interférométrique en lumière blanche au fond des motifs du réseau. La figure 3.4 montre un tel réseau ainsi qu'un profil qui en est extrait (le trait de repère représente la largeur d'une période).

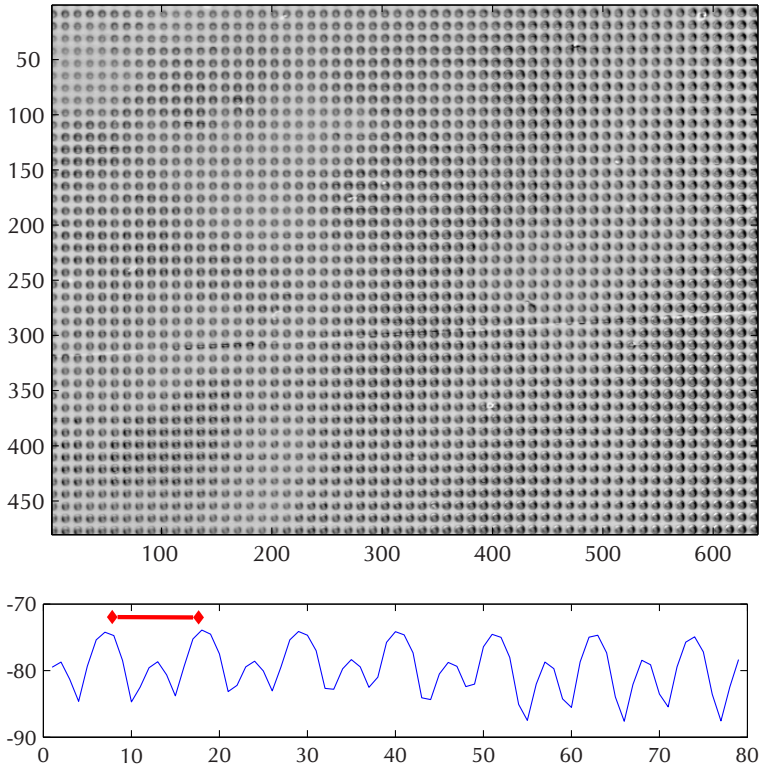


FIG. 3.4 : Image d'un réseau obtenu à l'aide de l'objectif ×20 défocalisé et profil extrait.

Un tel phénomène peut se rencontrer dans deux cas de figure :

– le motif observé est semi-transparent et le microscope ne parvient pas à le discerner de la couche inférieure réfléchissante ; il s'ensuit un aliasage des données récupérées ;
– l'objectif interférométrique servant à observer le motif est défocalisé : la référence (le miroir) par rapport à laquelle le système détermine la cote de chaque point observé est décalée verticalement ; ainsi le système ne focalise plus sur les points physiques mais soit trop haut, soit trop bas, ce qui induit des erreurs de reconstruction.

Dans le cas présent, la première hypothèse peut être rapidement écartée dans la mesure où les réseaux sont métallisés avant d'être observés de manière telle que le motif soit suffisamment réfléchissant pour éliminer l'influence de la surface sous-jacente (voir section 2.4.3.1).

Il s'est en fait avéré que l'objectif de grossissement ×20, utilisé jusqu'alors pour toutes les mesures, présentait un défaut de focalisation qui provoquait ces phénomènes parasites au fond des motifs.

Ces artefacts, engendrant au niveau du signal une prépondérance de la première harmonique, peuvent perturber le traitement par décalage de phase spatial — même si l'algorithme de TFD fenêtré choisi y est moins sensible que d'autres algorithmes de décalage de phase (voir le paragraphe 1.1.1.4).

Ce défaut a rapidement été corrigé sur l'obectif ×20 et, dans une moindre mesure, sur l'objectif ×50 ce qui a permis de gagner environ 0,5 % du pas d'écart type sur la cartographie u_x pour un déplacement imposé égal à $4p$.

3.3.2 Vérification sur réseaux simulés

Afin de vérifier si le phénomène de corrélation est imputable aux réseaux eux-mêmes, une étude sur des réseaux simulés a été menée. Les deux causes probables envisagées sont :

- la variation de contraste ;
- la variation d'intensité moyenne.

3.3.2.1 Réseau simulé à contraste variable

La variation de contraste peut être une cause d'augmentation locale du bruit de phase dans la mesure où, à niveau de bruit de numérisation égal, une baisse de contraste entraînera une diminution du rapport signal sur bruit ; rapport qui conditionne directement l'écart type du bruit de phase [25].

Pour vérifier cette hypothèse, un réseau simulé avec un contraste variable (issu d'un réseau réel) a été réalisé.

Le contraste d'un réseau correspond au terme $I_0 \times \gamma$ de l'équation 1.32.

Pour générer un réseau à contraste variable « réel », il suffit, à l'aide de l'algorithme de décalage de phase, d'extraire ce terme (le module du signal complexe) d'un réseau mesuré :

$$\begin{aligned} I(x,y) &= I_0(x,y)\left[1+\gamma(x,y)\mathrm{frgn}\left(\frac{2\pi x}{p}\right)\mathrm{frgn}\left(\frac{2\pi y}{p}\right)\right] \\ &\simeq I_0(x,y)+[I_0\times\gamma](x,y)e^{\left(\frac{2\pi x}{p}+\frac{2\pi y}{p}\right)}. \end{aligned} \tag{3.1}$$

Ce terme est ensuite utilisé pour générer le réseau simulé comme dans l'équation 3.2 :

$$I(x,y) = a + [I_0 \times \gamma](x,y) \times \cos\left(\frac{2\pi x}{p}\right) \cos\left(\frac{2\pi y}{p}\right) + b(x,y). \tag{3.2}$$

Le terme a correspond à la nouvelle intensité moyenne, constante, choisie en fonction de la pleine échelle. Par analogie avec la méthode de la grille à l'échelle macroscopique pour laquelle les images de grilles sont souvent obtenues à l'aide de caméra CCD 8 bits et pour lesquelles l'intensité est codée en conséquence sur 256 niveaux de gris, on peut prendre ici $a = 127$ — le terme $I_0 \times \gamma$ sera alors extrait d'un réseau dont l'« intensité » (en réalité, l'altitude z) aura été préalablement redistribuée entre 0 et 255. Le terme $b(x,y)$ correspond à un bruit blanc dont l'écart type correspond à une fraction de la pleine échelle.

La figure 3.5 montre un tel réseau numérique à contraste variable ainsi qu'un profil qui en est extrait. L'écart type du bruit ajouté est égal à 20 niveaux de gris ce qui correspond à un rapport signal sur bruit d'environ 40 ce qui est relativement faible.

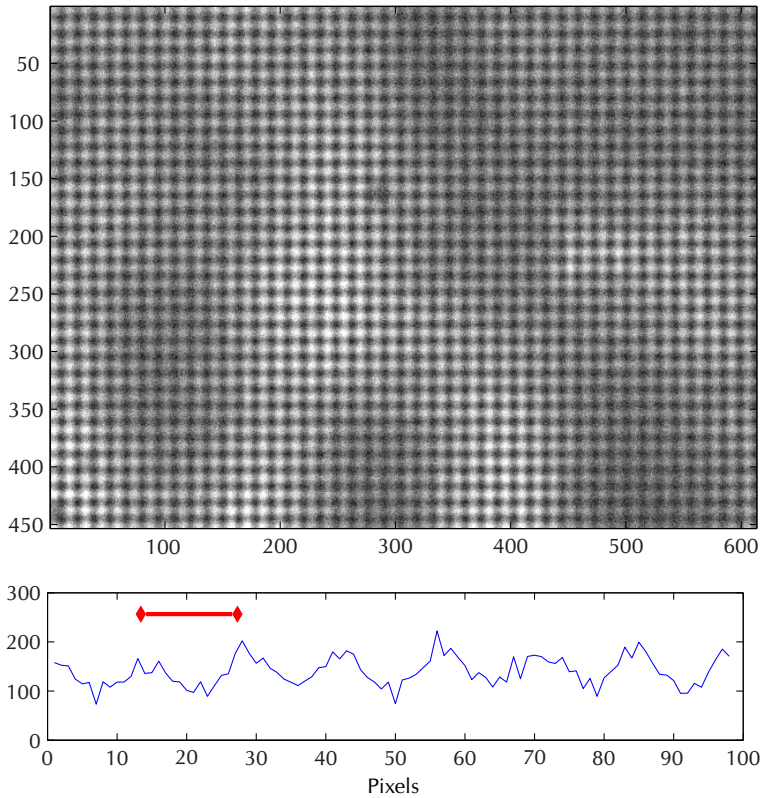


FIG. 3.5 : Image d'un réseau numérique à contraste variable et profil extrait.

Un déplacement de corps rigide numérique selon x est ensuite appliqué (jusqu'à 4 fois le pas).

On constate que le bruit se stabilise autour d'une valeur constante (0,9 % du pas) après un déplacement de corps rigide égal au pas (fig. 3.6) et qu'il n'y a donc pas d'augmentation monotone du niveau de bruit comme constaté sur les réseaux réels (fig. 3.1).

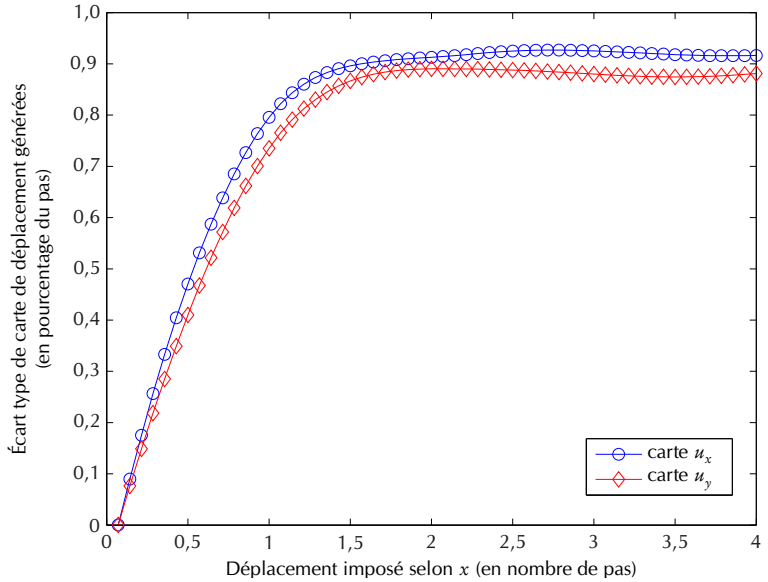


FIG. 3.6 : Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau simulé à contraste variable.

En outre, les cartographies de u_x et de u_y présentent bien une répartition aléatoire du bruit non corrélée spatialement (fig. 3.7).

En conclusion, le phénomène de corrélation spatiale du bruit n'est donc pas directement imputable à la variation de contraste du réseau.

3.3.2.2 Réseau simulé à intensité moyenne variable

La variation de l'intensité moyenne peut être également suspectée d'être à l'origine de l'augmentation locale du bruit. Un réseau simulé avec une intensité moyenne variable (issue d'un réseau réel) a donc été réalisé.

L'intensité moyenne d'un réseau correspond au terme I_0 de l'équation 1.32. Ce terme peut être obtenu sur un réseau réel de deux manières différentes :

- en effectuant en chaque pixel un moyennage spatial sur une période dans les deux directions x et y ;
- à l'aide d'un filtre passe bas avec une fréquence de coupure de l'ordre de la fréquence du réseau de manière à éliminer le terme périodique et ne conserver que I_0.

Pour cette étude, la première solution a finalement été retenue.

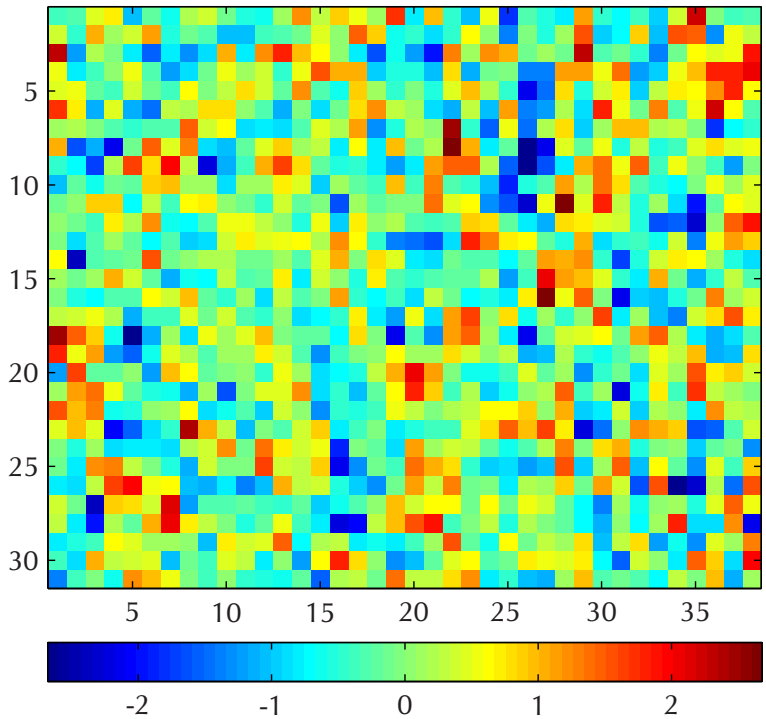


FIG. 3.7 : Carte de bruit selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ pour un réseau simulé à contraste variable (échelle de couleurs en pourcentage du pas).

La figure 3.8 montre un tel réseau numérique à intensité moyenne variable ainsi qu'un profil qui en est extrait. L'écart type du bruit ajouté vaut également ici 20 niveaux de gris (rapport signal sur bruit d'environ 40).

Comme pour le contraste, le niveau de bruit se stabilise autour d'une valeur constante (0,4 % du pas) après un déplacement de corps rigide égal au pas (fig 3.9). Les cartographies de u_x et de u_y présentent également une répartition aléatoire du bruit non corrélée spatialement (fig. 3.10).

En conclusion, le phénomène de corrélation spatiale du bruit n'est donc pas imputable non plus à la variation d'intensité moyenne.

3.3.2.3 Conclusion

À l'issue de cette étude sur des réseaux simulés, il semble se dégager que le réseau en lui-même n'est pas la cause des phénomènes de corrélation dans la mesure où les variations de contrastes et d'intensités moyennes ne génèrent pas une telle corrélation.

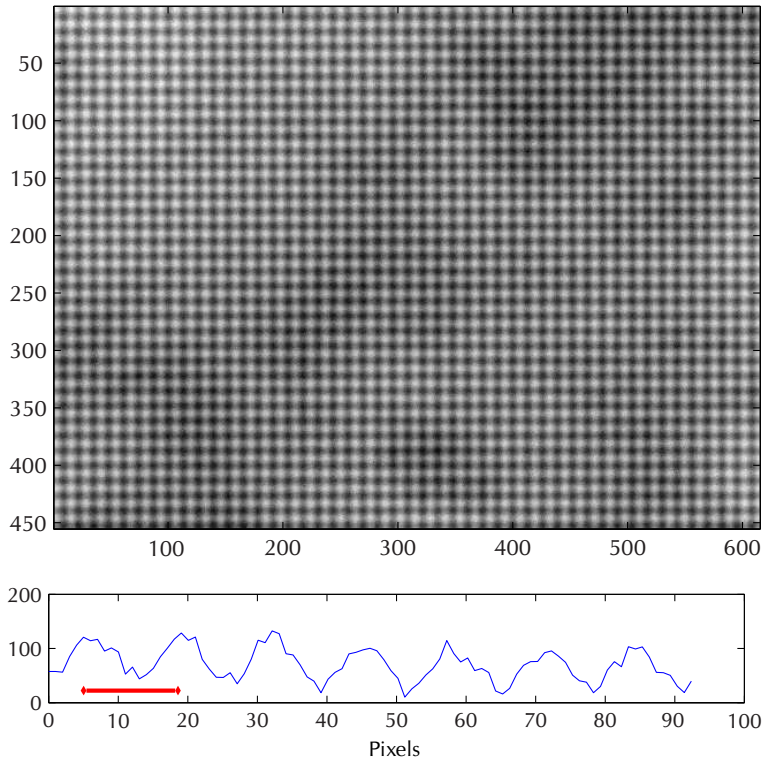


FIG. 3.8 : Image d'un réseau numérique à intensité moyenne variable et profil extrait.

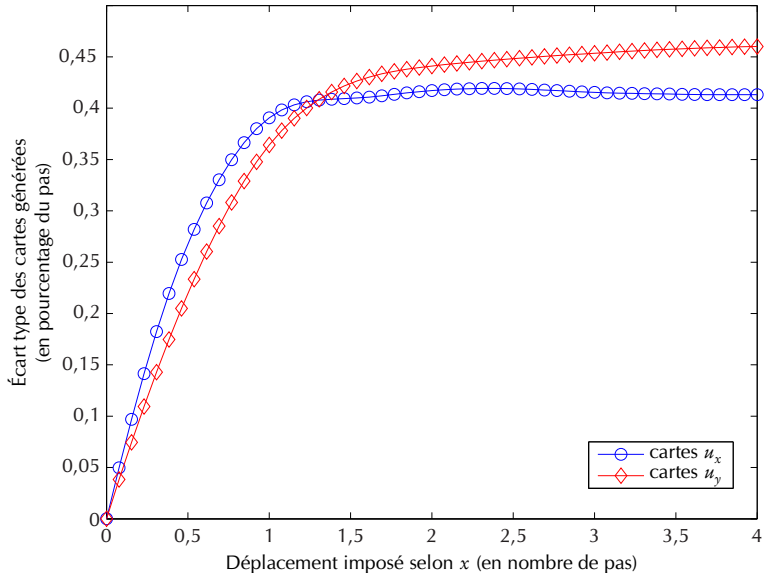


FIG. 3.9 : Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau simulé à intensité moyenne variable.

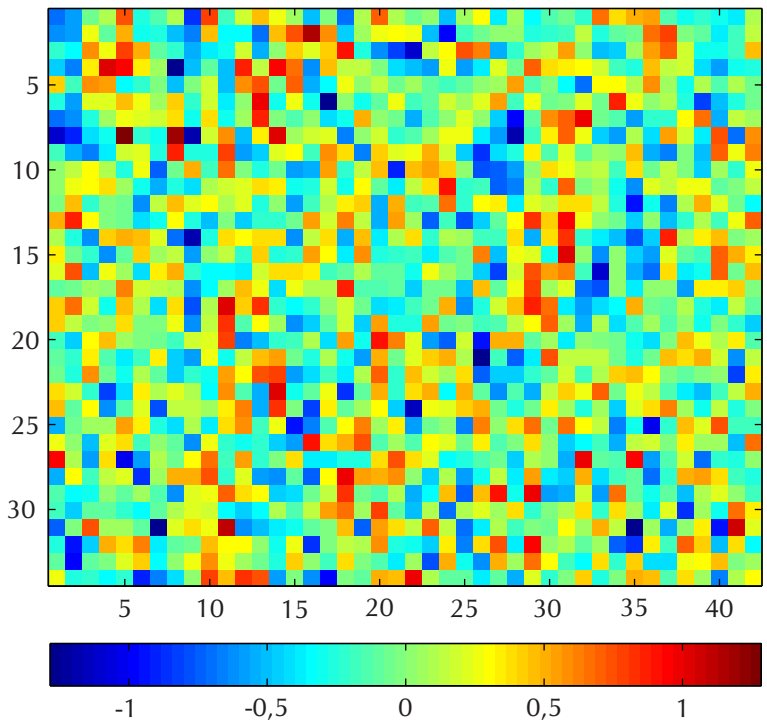


FIG. 3.10 : Carte de bruit selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ pour un réseau simulé à intensité moyenne variable (échelle de couleurs en pourcentage du pas).

3.3.3 Influence de l'inclinaison d'observation

Les réseaux n'étant *a priori* pas la cause directe de la corrélation, le système de mesure peut être soupçonné à son tour.

Le problème de focalisation des objectifs a déjà été soulevé et traité (section 3.3.1), il s'agit ici plutôt de s'intéresser à l'interaction entre la forme du motif et le système de mesure. En particulier, et malgré toutes les précautions prises pour réaliser les réseaux sur une surface la plus plane possible, on ne peut éviter un défaut d'ondulation moyenne et basse fréquences qui engendre des variations d'inclinaison du motif par rapport à l'observation (qui correspondent également à la variation d'intensité moyenne précédemment évoquée). De ce fait, et localement, l'observation ne se fait plus systématiquement de manière normale à la surface. Il est légitime de penser que ceci peut générer des artefacts au niveau de la mesure qui pourraient être responsables des phénomènes de corrélation du bruit.

Pour cela, on peut vérifier globalement l'effet d'une inclinaison sur l'évolution de l'écart type des cartes de déplacements générées lors d'un déplacement de corps rigide. En effet, lors de l'observation au microscope interférométrique en lumière blanche, il est possible de faire varier l'angle relatif entre la tête optique (comprenant l'objectif, le zoom ainsi que le

système d'éclairage et la caméra CCD) et la platine porte-échantillon[1]. Sur un échantillon parfaitement plan, cette variation d'angle se traduit par un nombre plus ou moins élevé de franges d'interférence au niveau de la zone observée. Ceci est dû à une différence de hauteur observée par le système (fig. 3.11).

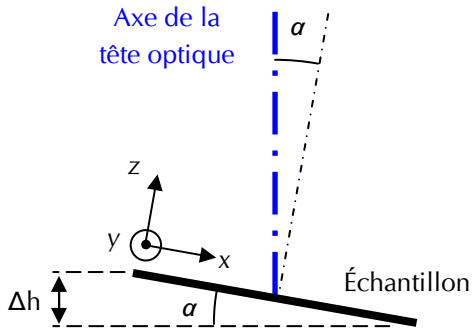


FIG. 3.11 : Inclinaison de la tête optique et différence de hauteur engendrée au niveau de l'échantillon.

Ces différences de hauteur et, donc, d'angle d'inclinaison de la tête optique par rapport à la surface de l'échantillon, peuvent être reliées au nombre de franges en utilisant l'équation 1.43. En prenant ici 600 nm comme longueur d'onde moyenne de la lumière blanche, on obtient :

$$\begin{aligned} \Delta h(nm) &= \frac{600 \times N \times 2\pi}{4\pi} \\ &= \frac{600 \times N}{2}, \end{aligned} \tag{3.3}$$

où N est le nombre de franges sur la zone considérée. En introduisant l'angle d'inclinaison α, l'équation 3.3 devient :

$$\alpha = \arctan\left(\frac{600 \times N}{2l}\right), \tag{3.4}$$

où l est la longueur (en nanomètres) de la zone où apparaissent les N franges dans la direction perpendiculaire à celles-ci.

Ainsi, en utilisant un objectif ×50 avec un zoom ×0,5, le champ observé dans la direction x est d'environ 250 μm. L'observation de quatre franges dans la direction x correspondra donc à une inclinaison de la tête optique par rapport à l'échantillon d'environ 0,3° dans le plan (x, z) (fig. 3.12).

[1]Il est à noter que sur l'interféromètre Wyko NT 3300 de marque VEECO sur lequel ont été effectuées les mesures, c'est la tête optique qui s'incline par rapport à la platine qui reste fixe *a contrario* de ce qui se fait habituellement. Ceci permet de rester focalisé sur la surface quelque soit l'inclinaison de la tête.

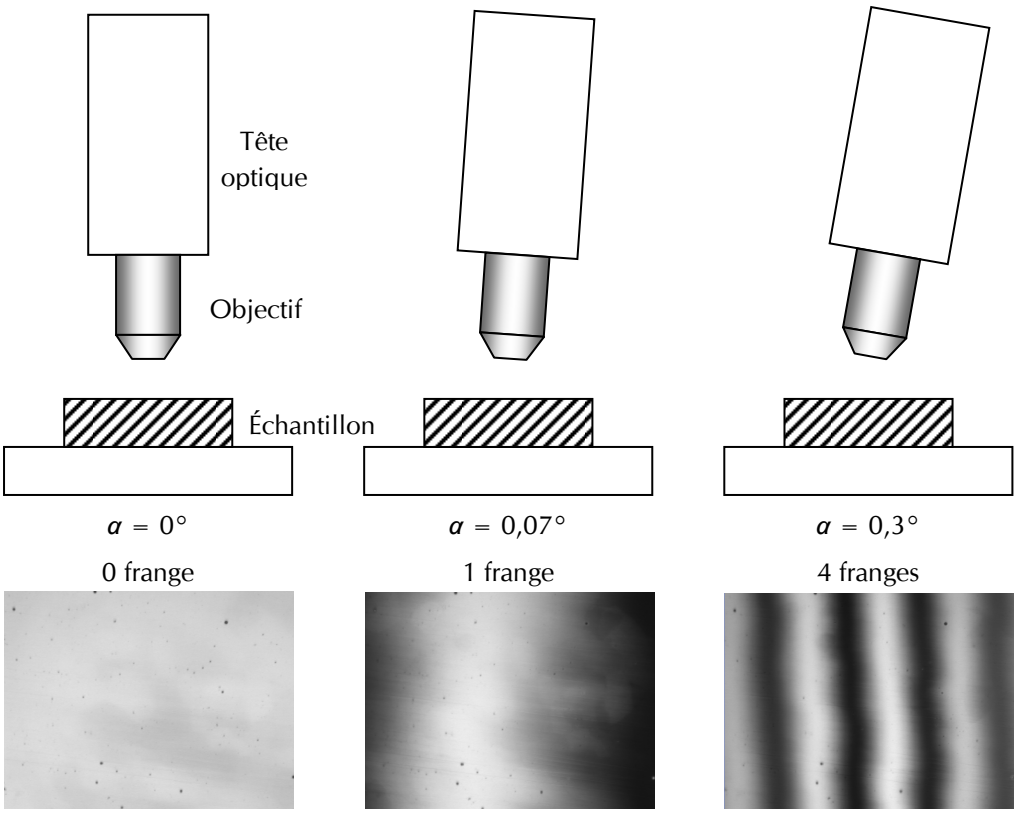


FIG. 3.12 : Inclinaison de la tête optique et nombre de franges (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5).

Deux mesures de déplacement de corps rigide ont été effectuées pour deux images du même réseau prises en incidence normale et avec un angle de 0,3° dans le plan (x, z) (présence de quatre franges dans la direction x).

Les cartes de déplacements présentent les mêmes zones de correlation de bruit en x et en y. Concernant les écarts types de ces cartes, ils sont du même ordre et suivent la même évolution (fig. 3.13).

Là encore, et bien que les écarts types des cartes u_x pour une observation avec une inclinaison de 0,3° soient légèrement plus élevés que ceux obtenus pour les cartes u_x pour une observation en incidence normale[2], cet effet ne suffit pas à expliquer les phénomènes d'augmentation de niveau et de corrélation du bruit.

[2]Il est à noter qu'il n'y a aucun effet sur les cartes u_y ce qui apparait normal puisque l'inclinaison est faite dans le plan (x, z) et, qu'à ce titre, il n'y a pas de raison pour que le calcul de la phase dans la direction y soit affecté.

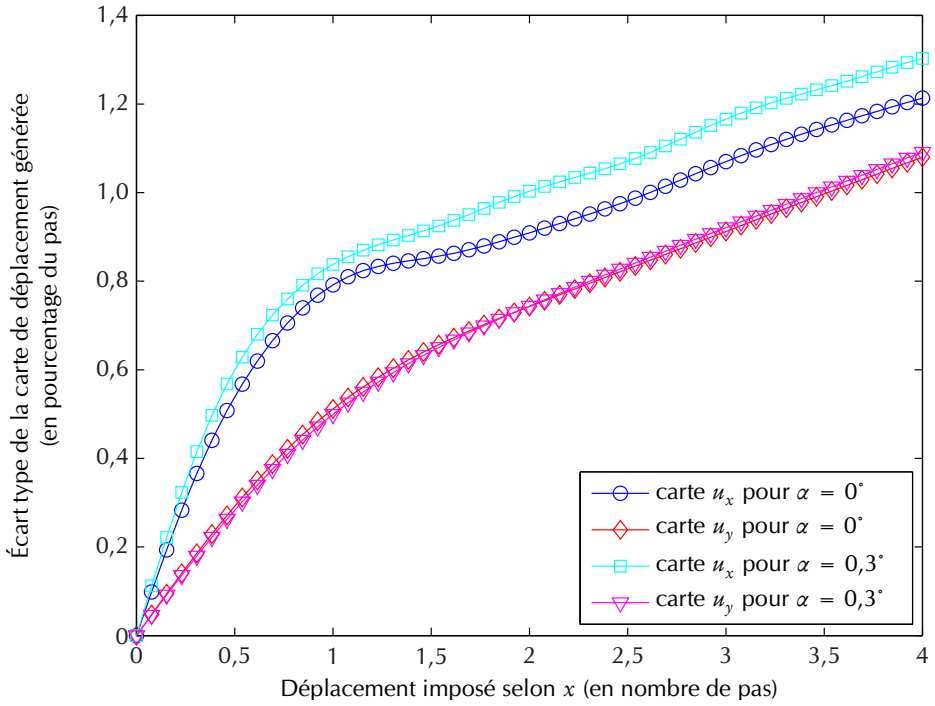


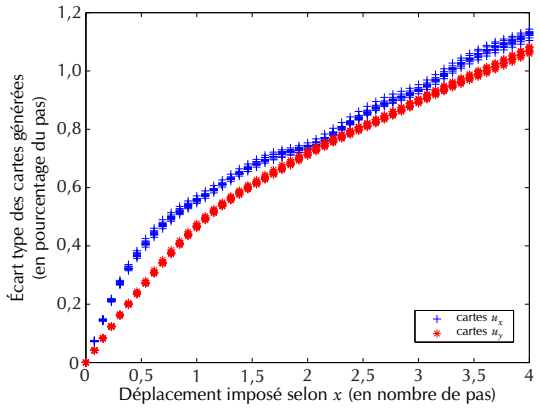
FIG. 3.13 : Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour deux inclinaisons de la tête optique.

3.3.4 Répétabilité du phénomène

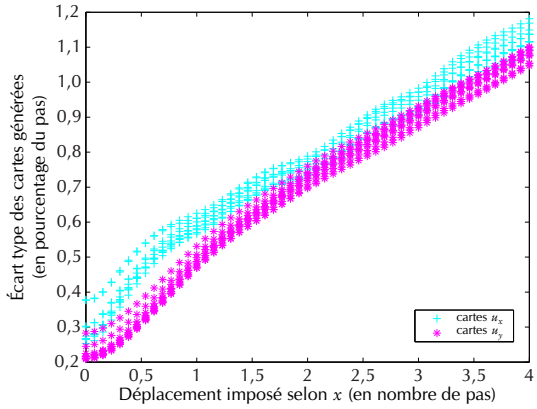
À défaut de déterminer clairement et définitivement la cause du phénomène de corrélation du bruit observé lors d'un déplacement de corps rigide réel ou numérique et afin de déterminer si ce phénomène est reproductible ou totalement aléatoire, une série de 10 mesures de la même portion de grille a été réalisée suivie de déplacements de corps rigide numériques (dans les deux directions x et y). Ces déplacements de corps rigides ont été appliqués d'une part pour chacune des 10 mesures individuelles (les états initial et final provenant de la même mesure, comme ce qui a été fait jusqu'à présent) et d'autre part en croisant les mesures (les états initial et final proviennent de mesures différentes). De cette étude, il ressort les différentes constations suivantes :

- les niveaux de bruits pour une même direction de déplacement de corps rigide se superposent que ce soit pour des résultats sur une mesure unique ou pour ceux relatifs à deux mesures (à la montée linéaire sur la première période près). La figure 3.14 montre les courbes superposées d'évolution de l'écart type des cartographies en fonction du déplacement de corps rigide selon les directions x et y ;
- les répartitions spatiales de la corrélation du bruit sont identiques pour une même zone observée quelles que soient les images d'origine. La figure 3.15 montre quatre cartes

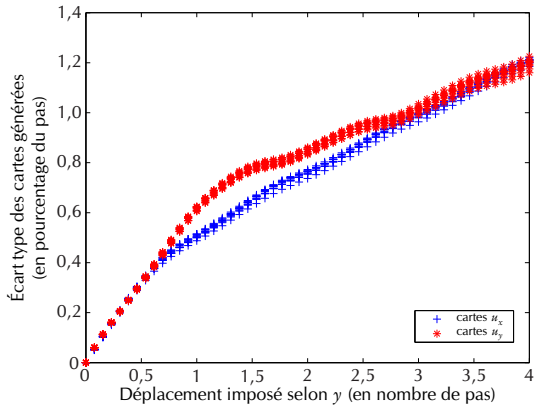
de bruit corrélé selon x pour un déplacement imposé dans la direction x égal à $4p$ provenant de huit mesures différentes (les mesures étant croisées) ;
- les zones de corrélation du bruit ne sont pas les mêmes pour un déplacement de corps rigide selon x ou selon y (voir fig. 3.16) ;
- les zones de corrélation pour une même direction de déplacement sont les mêmes quelle que soit la mesure et ce pour des résultats sur une mesure unique ou sur deux mesures.



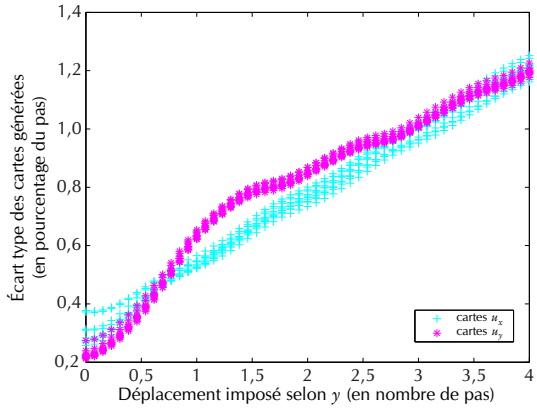
(a) Déplacement imposé selon x, une seule grille



(b) Déplacement imposé selon x, deux grilles



(c) Déplacement imposé selon y, une seule grille



(d) Déplacement imposé selon y, deux grilles

FIG. 3.14 : Courbes superposées de l'évolution de l'écart type du bruit en fonction du déplacement imposé pour 10 mesures indépendantes.

Il apparait donc clairement que les phénomènes parasites de corrélation et d'augmentation monotone du bruit des cartographies en déplacement de corps rigide sont un effet déterministe qui pourra donc être traité comme tel le cas échéant.

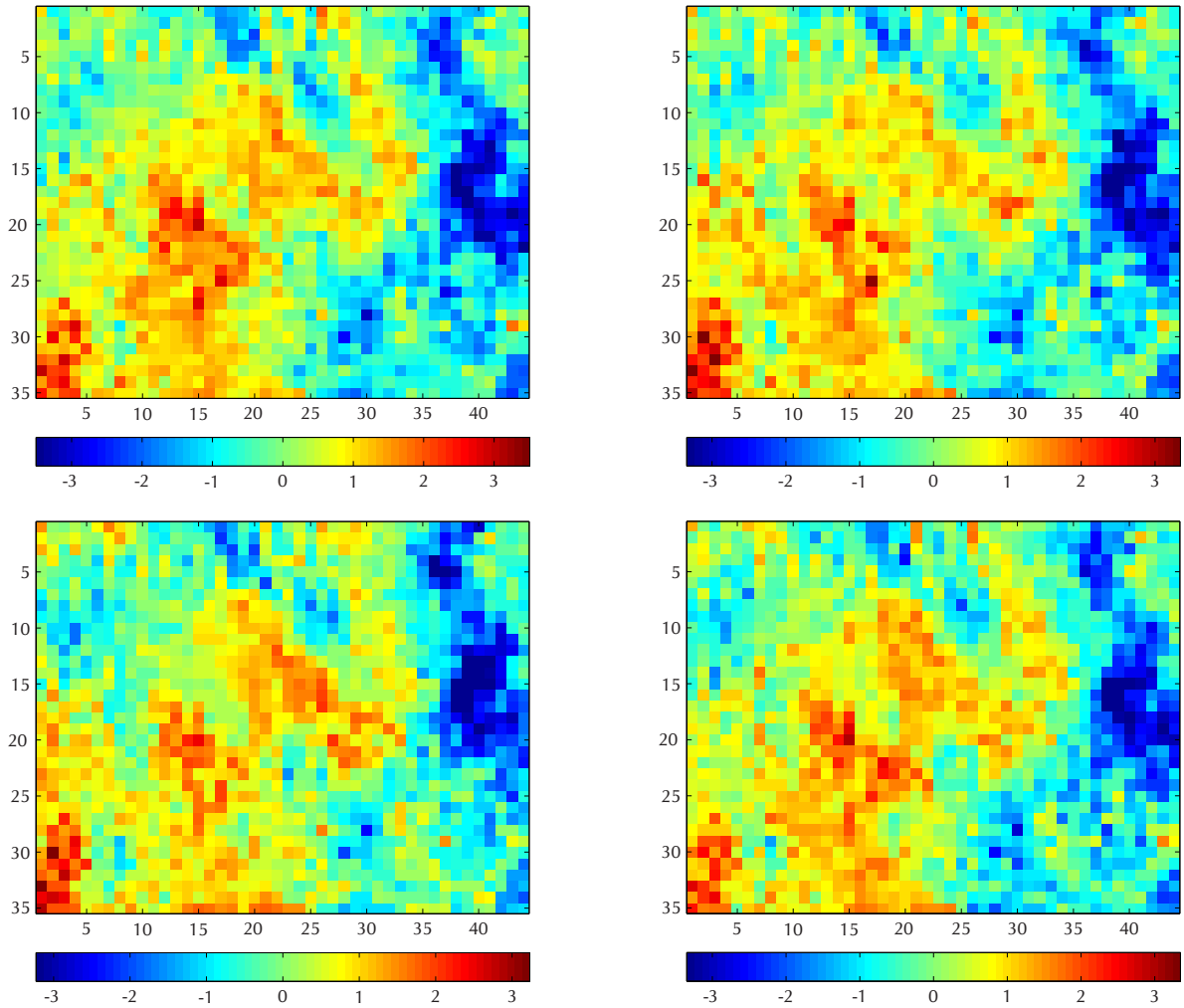
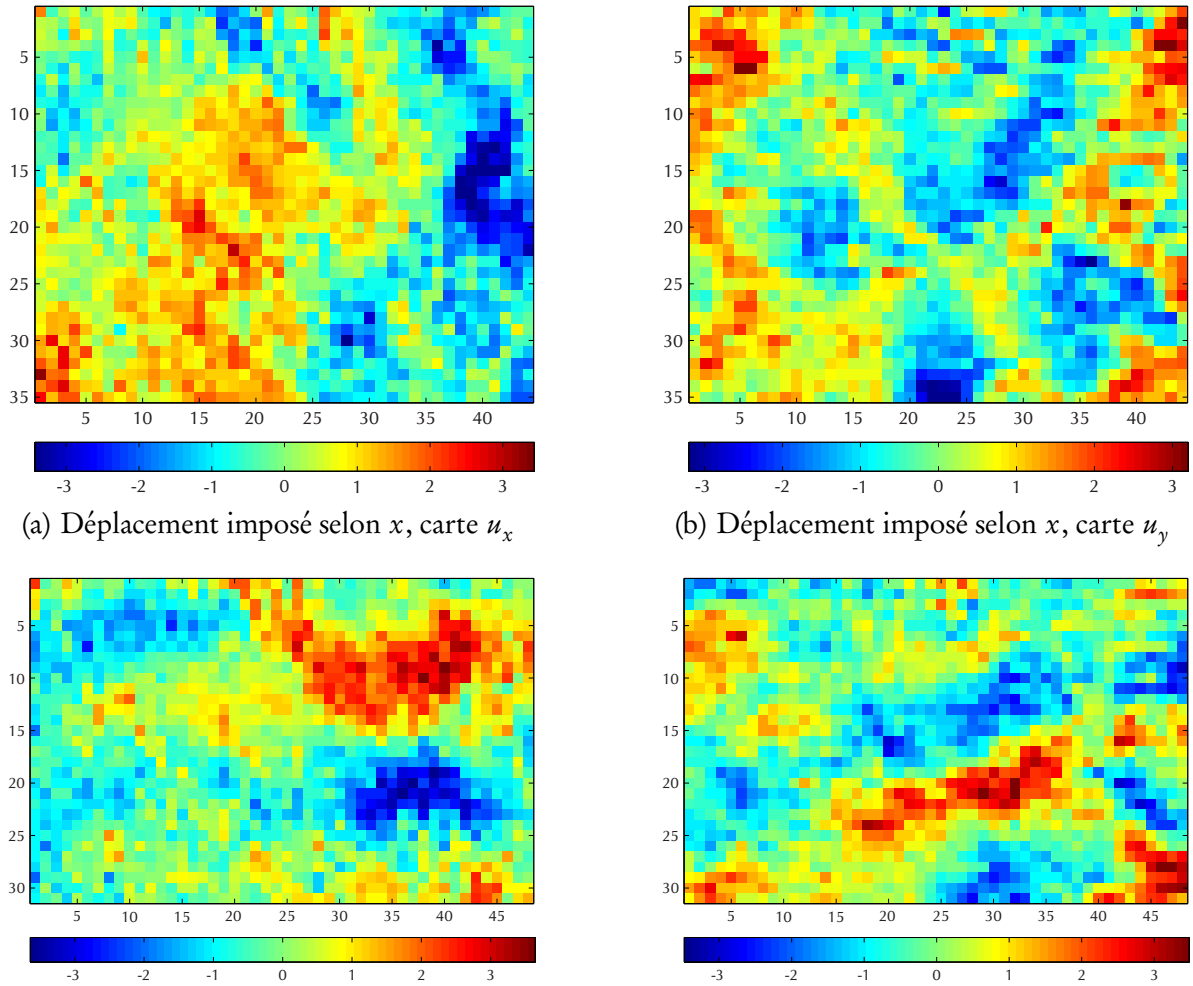


FIG. 3.15 : Cartes de bruit corrélé selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ dans la direction x pour plusieurs images d'un même réseau (échelle de couleurs en pourcentage du pas).

3.3.5 Conclusion

À l'issue de cette étude, il a été mis en évidence que les cartes de phases présentaient un biais (et non simplement un bruit statistiquement indépendant) révélé par une dégradation de la résolution en déplacement et une corrélation spatiale du bruit lors d'un déplacement de corps rigide. Il n'a pas été possible jusqu'à présent de déterminer l'origine exacte de ce biais.

En revanche, il a été montré que ce biais est un effet déterministe qui peut donc, à défaut d'être éliminé à la source, être corrigé. Il reste à déterminer dans quelle mesure ce phénomène peut perturber les valeurs de déformations déduites des cartes de déplacements et avec



(a) Déplacement imposé selon x, carte u_x

(b) Déplacement imposé selon x, carte u_y

(c) Déplacement imposé selon y, carte u_x

(d) Déplacement imposé selon y, carte u_y

FIG. 3.16 : Cartes de bruit corrélé selon x et y pour un déplacement imposé égal à $4p$ dans les directions x et y (échelle de couleurs en pourcentage du pas).

quelle résolution on peut espérer les mesurer pour déterminer s'il faut envisager des mesures correctives ou non.

3.4 Sensibilité des cartes de déformation au déplacement de corps rigide — résolution en déformation

Au regard de l'objectif de cette étude qui est de mesurer des champs de déformation à l'échelle micrométrique et des phénomènes de corrélation spatiale du bruit précédemment exposés, il apparait de toute première importance de caractériser précisément la résolution

en déformation de la méthode en fonction du déplacement de corps rigide de la surface étudiée.

Pour cela, il faut dans un premier temps choisir un algorithme de dérivation spatiale des champs de déplacements adapté puis appliquer cet algorithme sur des cartes de déplacement de corps rigide numérique.

3.4.1 Choix d'une méthode de dérivation

Pour calculer les champs de déformations planes à partir des champs de déplacements, on s'appuie sur le formalisme des petites perturbations à savoir :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \varepsilon_{xx} & = & \dfrac{\partial u}{\partial x} \\ \varepsilon_{yy} & = & \dfrac{\partial v}{\partial y} \\ \varepsilon_{xy} & = & \dfrac{1}{2}\left(\dfrac{\partial u}{\partial y}+\dfrac{\partial v}{\partial x}\right) \end{array}\right. . \tag{3.5}$$

Cependant, les données expérimentales sont entachées de bruit ; ainsi, on a :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \{U_{\text{mes}}\} & = & \{U_{\text{réel}}\}+\gamma\{u\} \\ \{V_{\text{mes}}\} & = & \{V_{\text{réel}}\}+\gamma\{v\} \end{array}\right. , \tag{3.6}$$

avec $\{U_{\text{mes}}\}$ et $\{V_{\text{mes}}\}$ représentant les deux composantes du champ de déplacement plan mesurées pour l'ensemble des points de la surface étudiée, $\{U_{\text{réel}}\}$ et $\{V_{\text{réel}}\}$, les deux champs de déplacements plans réels, γ est l'écart type du bruit de mesure et $\{u\}$ et $\{v\}$ sont deux tirages d'un bruit blanc gaussien centré réduit.

Ces données doivent donc être filtrées un minimum avant d'être dérivées. Pour cela, plusieurs approches existent parmi lesquelles :

- un moyennage sur un carré de $P \times P$ pixels — ce qui divise l'écart type du bruit par P [63] — puis dérivation point à point ;
- une régression polynômiale des champs de déplacements suivie d'une dérivation analytique du polynôme obtenu [62].

Aux vues du caractère hétérogène des déformations à l'échelle micrométrique, la méthode de lissage-dérivation choisie ne doit pas être trop globale de manière à ne pas écraser le signal et ne pas en éliminer les phénomènes de localisation.

On se propose ici de lisser les champs de déplacements par les deux méthodes suivantes :

- une méthode d'approximation de type éléments finis [64–66] pour laquelle le choix de la taille du maillage permet de mieux prendre en compte les gradients des déplacements locaux ;
- une méthode locale d'approximation diffuse [66, 67].

3.4.1.1 Approximation de type éléments finis

Dans cette méthode, les champs de déplacements reconstruits (notés respectivement U_{rec} et V_{rec}) sont calculés de manière à minimiser les fonctions coûts $\mathscr{F}$ et $\mathscr{G}$ définissant l'écart entre leurs valeurs et les valeurs mesurées au sens des moindres carrés :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \mathscr{F}\left(U_{\text{rec}}\right) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{points}}} \left[U_{\text{rec}}\left(x_i,y_i\right) - U_{\text{mes}}\left(x_i,y_i\right)\right]^2 \\ \mathscr{G}\left(V_{\text{rec}}\right) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{points}}} \left[V_{\text{rec}}\left(x_i,y_i\right) - V_{\text{mes}}\left(x_i,y_i\right)\right]^2 \end{array}\right. . \tag{3.7}$$

Ces champs reconstruits sont recherchés dans un espace de fonctions linéaires par morceaux définies sur la base d'un maillage en éléments finis triangulaires de la surface étudiée :

$$\left\{\begin{array}{lcl} U_{\text{rec}}(x,y) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} U_{(\text{nœud } i)} f_i(x,y) \\ V_{\text{rec}}(x,y) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} V_{(\text{nœud } i)} f_i(x,y) \end{array}\right. , \tag{3.8}$$

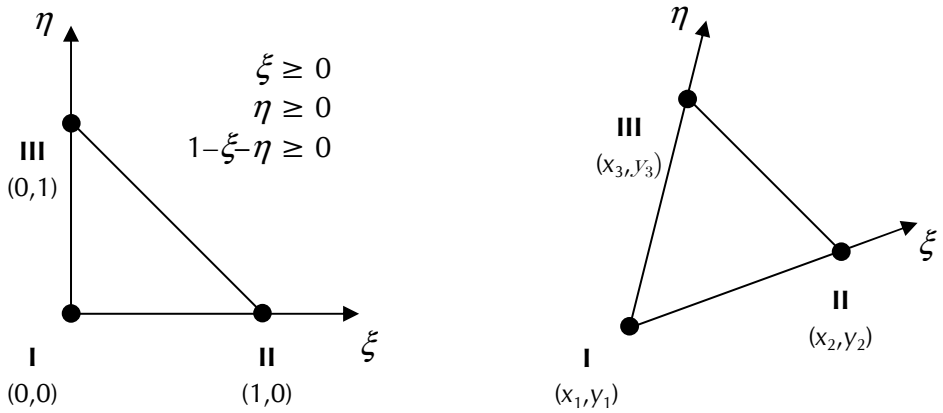
où $U_{(\text{nœud } i)}$ et $V_{(\text{nœud } i)}$ sont les déplacements au nœud i respectivement selon x et y et $f_i(x,y)$ représente les fonctions de forme de l'élément triangle considéré[3]. La figure 3.17 représente l'élément triangle à trois nœuds dans la base de référence et dans la base réelle.

Dans cet élément, les fonctions de formes f_i sont définies telles que [68] :

$$\left\{\begin{array}{c} U(\xi,\eta) \\ V(\xi,\eta) \end{array}\right\} = \left\{\begin{array}{c} U_{\text{nodaux}} \\ V_{\text{nodaux}} \end{array}\right\} f_i(\xi,\eta) = \left\{\begin{array}{ccc} U_I & U_{II} & U_{III} \\ V_I & V_{II} & V_{III} \end{array}\right\} \left\{\begin{array}{c} 1-\xi-\eta \\ \xi \\ \eta \end{array}\right\}. \tag{3.9}$$

En définissant la matrice carrée $[L]$ telle que :

[3] Les éléments triangulaires ont été choisis pour pouvoir traiter avec le même algorithme de nombreux cas présentant des géométries plus complexes que celle considérée ici, pouvant notamment présenter des discontinuités.



(a) Élément de référence (b) Élément réel

FIG. 3.17 : Élément triangulaire à trois nœuds.

$$L_{ij} = f_j\left(x_i, y_i\right), \tag{3.10}$$

l'équation 3.8 devient :

$$\left\{\begin{array}{lcl} U_{\text{rec}}\left(x_i, y_i\right) & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} L_{ij} U_{(\text{nœud } i)} \\ V_{\text{rec}}\left(x_i, y_i\right) & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} L_{ij} V_{(\text{nœud } i)} \end{array}\right. . \tag{3.11}$$

En minimisant l'écart entre les champs reconstruits et les champs mesurés, l'expression des déplacements aux nœuds est finalement obtenue :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \{U_{\text{nodal}}\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\,\{U_{\text{mes}}\} \\ \{V_{\text{nodal}}\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\,\{V_{\text{mes}}\} \end{array}\right. . \tag{3.12}$$

Pour obtenir les champs de déformations, il faut ensuite dériver ces champs reconstruits par rapport à un paramètre α ($\alpha = x$ ou y) de manière à obtenir l'expression des gradients de U et V :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \dfrac{\partial U_{\text{rec}}(x,y)}{\partial \alpha} & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} U_{(\text{nœud } i)} \frac{\partial f_i(x,y)}{\partial \alpha} \\ \dfrac{\partial V_{\text{rec}}(x,y)}{\partial \alpha} & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} V_{(\text{nœud } i)} \frac{\partial f_i(x,y)}{\partial \alpha} \end{array}\right. , \tag{3.13}$$

ou encore :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \dfrac{\partial U_{\text{rec}}(x_i,y_i)}{\partial \alpha} & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} \frac{\partial L_{ij}}{\partial \alpha} U_{(\text{nœud } j)} \\ \dfrac{\partial V_{\text{rec}}(x_i,y_i)}{\partial \alpha} & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} \frac{\partial L_{ij}}{\partial \alpha} V_{(\text{nœud } j)} \end{array}\right. . \tag{3.14}$$

Cependant, les fonctions de forme sont uniquement continues par morceau (continuité $\mathscr{C}_0$). Les champs de gradients seront donc discontinus et constants dans les éléments. Pour rétablir la continuité, l'expression de gradients définis à partir des fonctions de forme de chaque élément et de gradients nodaux est recherchée telle que :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \left(\dfrac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{\text{rec}}(x,y) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} \left(\frac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{(\text{nœud } i)} f_i(x,y) \\ \left(\dfrac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{\text{rec}}(x,y) & = & \displaystyle\sum_{i=1}^{N_{\text{nœuds}}} \left(\frac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{(\text{nœud } i)} f_i(x,y) \end{array}\right. , \tag{3.15}$$

ou encore :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \left(\dfrac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{\text{rec}}(x_i,y_i) & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} L_{ij} \left(\frac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{(\text{nœud } j)} \\ \left(\dfrac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{\text{rec}}(x_i,y_i) & = & \displaystyle\sum_{j=1}^{N_{\text{nœuds}}} L_{ij} \left(\frac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{(\text{nœud } j)} \end{array}\right. . \tag{3.16}$$

En minimisant l'écart entre ces gradients reconstruits et les gradients initiaux discontinus par une procédure de moindres carrés, on obtient :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \left\{\left(\dfrac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L] \left\{\dfrac{\partial U_{\text{rec}}}{\partial \alpha}\right\} \\ \left\{\left(\dfrac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L] \left\{\dfrac{\partial V_{\text{rec}}}{\partial \alpha}\right\} \end{array}\right. , \tag{3.17}$$

ou, en utilisant l'équation 3.14 :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \left\{\left(\dfrac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L] \left[\dfrac{\partial L}{\partial \alpha}\right] \{U_{\text{nodal}}\} \\ \left\{\left(\dfrac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L] \left[\dfrac{\partial L}{\partial \alpha}\right] \{V_{\text{nodal}}\} \end{array}\right. . \tag{3.18}$$

Finalement, en reprenant les expressions de $\{U_{\text{nodal}}\}$ et $\{V_{\text{nodal}}\}$ (équation 3.12), l'expression suivante des dérivées nodales est obtenue :

$$\left\{\begin{array}{lcl} \left\{\left(\dfrac{\partial U}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\left[\dfrac{\partial L}{\partial \alpha}\right]({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\,\{U_{\text{mes}}\} \\ \left\{\left(\dfrac{\partial V}{\partial \alpha}\right)_{\text{nodal}}\right\} & = & ({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\left[\dfrac{\partial L}{\partial \alpha}\right]({}^t[L]\,[L])^{-1}\,{}^t[L]\,\{V_{\text{mes}}\} \end{array}\right. . \tag{3.19}$$

3.4.1.2 Approximation diffuse

Dans l'approximation diffuse, le déplacement en un point de coordonnées (x,y) est considéré comme un développement limité d'ordre 2 du déplacement reconstruit au point de coordonnées (x_i,y_i) :

$$\left\{\begin{array}{lcl} U(x,y) & = & U_{\text{rec}}(x_i,y_i)+\xi\dfrac{\partial U_{\text{rec}}}{\partial x}(x_i,y_i)+\eta\dfrac{\partial U_{\text{rec}}}{\partial y}(x_i,y_i)+\dfrac{1}{2}\xi^2\dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial x^2}(x_i,y_i) \\ & + & \dfrac{1}{2}\eta^2\dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial y^2}(x_i,y_i)+\xi\eta\dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial x\partial y}(x_i,y_i)+o\left(\xi^2,\eta^2\right) \\ V(x,y) & = & V_{\text{rec}}(x_i,y_i)+\xi\dfrac{\partial V_{\text{rec}}}{\partial x}(x_i,y_i)+\eta\dfrac{\partial V_{\text{rec}}}{\partial y}(x_i,y_i)+\dfrac{1}{2}\xi^2\dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial x^2}(x_i,y_i) \\ & + & \dfrac{1}{2}\eta^2\dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial y^2}(x_i,y_i)+\xi\eta\dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial x\partial y}(x_i,y_i)+o\left(\xi^2,\eta^2\right) \end{array}\right. , \tag{3.20}$$

où $\xi = x - x_i$ et $\eta = y - y_i$. Ce développement limité peut se mettre sous la forme d'un produit matriciel ; il devient alors :

$$\left\{\begin{array}{ll} U(x,y) & = \langle X\rangle\{A_U\} \\ V(x,y) & = \langle X\rangle\{A_V\} \end{array}\right. , \tag{3.21}$$

où $\{A_U\}$ et $\{A_V\}$ sont les vecteurs colonnes définis par :

$$\{A_U\} = \begin{Bmatrix} U_{\text{rec}}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial U_{\text{rec}}}{\partial x}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial U_{\text{rec}}}{\partial y}(x_i, y_i) \\ \dfrac{1}{2}\dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial x^2}(x_i, y_i) \\ \dfrac{1}{2}\dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial y^2}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial^2 U_{\text{rec}}}{\partial x \partial y}(x_i, y_i) \end{Bmatrix} ; \{A_V\} = \begin{Bmatrix} V_{\text{rec}}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial V_{\text{rec}}}{\partial x}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial V_{\text{rec}}}{\partial y}(x_i, y_i) \\ \dfrac{1}{2}\dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial x^2}(x_i, y_i) \\ \dfrac{1}{2}\dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial y^2}(x_i, y_i) \\ \dfrac{\partial^2 V_{\text{rec}}}{\partial x \partial y}(x_i, y_i) \end{Bmatrix}, \tag{3.22}$$

et où $\langle X \rangle$ est le vecteur ligne défini par :

$$\langle X \rangle = \langle \ 1 \quad \xi \quad \eta \quad \xi^2 \quad \eta^2 \quad \xi\eta \ \rangle . \tag{3.23}$$

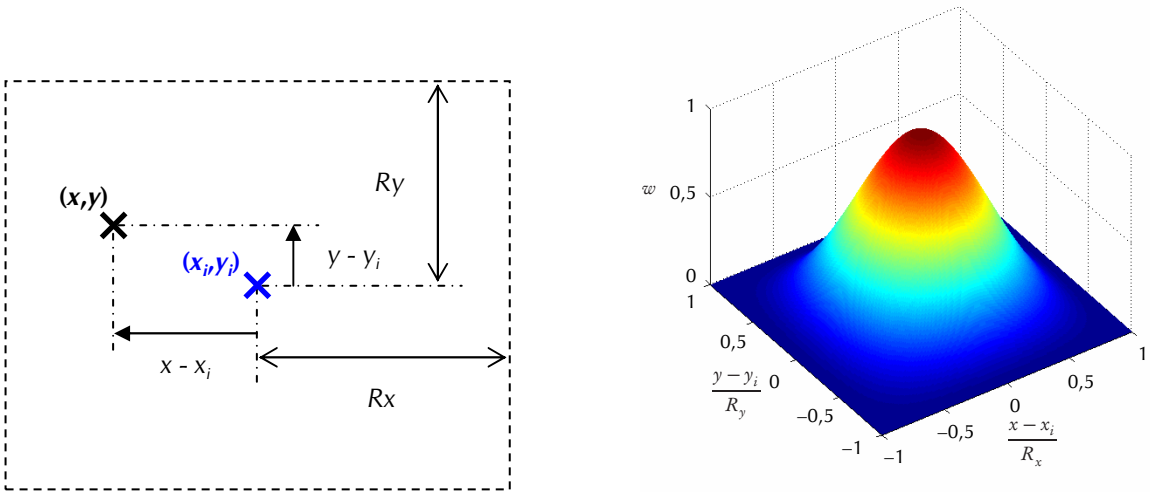
Pour déterminer en chaque point (x_i, y_i) la valeur des déplacements reconstruits selon x et y, une méthode de moindres carrés locaux pondérés est alors mise en œuvre [69]. Pour cela on considère que le développement limité de l'équation 3.20 est valable uniquement à l'intérieur d'une fenêtre rectangulaire centrée sur le point (x_i, y_i) et de longueurs R_x et R_y respectivement dans les directions x et y (Fig. 3.18(a)).

En outre, l'influence des points est pondérée en fonction de leur distance au point considéré. La fonction poids, $w(x, y)$ (Fig. 3.18(b)), est une bicubique définie par :

$$w(x, y) = \left[2\left(\frac{|x - x_i|}{R_x}\right)^3 - 3\left(\frac{|x - x_i|}{R_x}\right)^2 + 1 \right] \times \left[2\left(\frac{|y - y_i|}{R_y}\right)^3 - 3\left(\frac{|y - y_i|}{R_y}\right)^2 + 1 \right]. \tag{3.24}$$

En minimisant l'écart au carré pondéré entre les déplacements mesurés en chaque point influent et leurs déplacements générés par le développement limité, on obtient les déplacements reconstruits ainsi que leurs dérivées premières et secondes au point de coordonnées (x_i, y_i) par l'équation suivante :

$$\begin{cases} \{A_U\} &= ({}^t[X][w][X])^{-1}\, {}^t[X][w]\{U_{\text{mes}}\} \\ \{A_V\} &= ({}^t[X][w][X])^{-1}\, {}^t[X][w]\{V_{\text{mes}}\} \end{cases}, \tag{3.25}$$



(a) Fenêtre d'influence (b) Fonction poids

FIG. 3.18 : Principe de l'approximation diffuse.

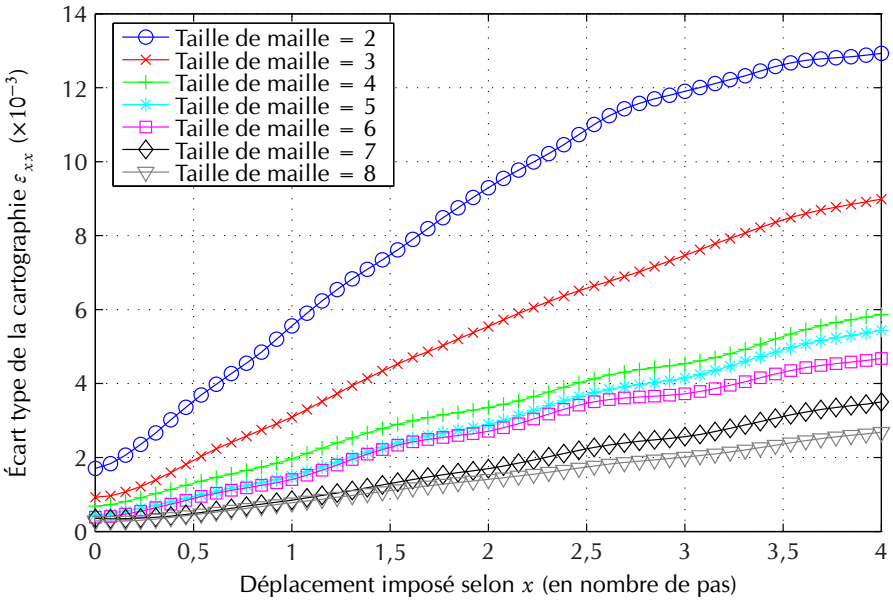
où la matrice $[X]$ est la concaténation sur N lignes des vecteurs $\langle X \rangle$ de chaque point influent (N étant leur nombre total) et où $[w]$ est une matrice diagonale $N \times N$ représentant les poids relatifs à ces différents points.

3.4.2 Évaluation de la résolution en déformation

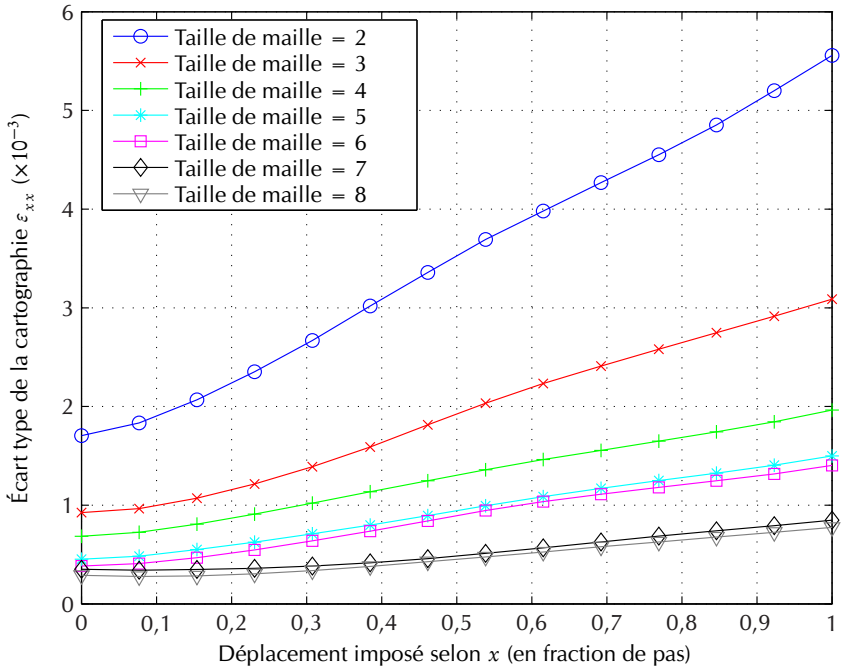
Pour évaluer la résolution en déformation, il suffit d'appliquer les deux algorithmes de lissage et dérivation précédents sur les cartes de bruit : la résolution en déformation est alors l'écart type de la carte de déformation obtenue. L'influence du déplacement de corps rigide sur la résolution en déformation peut être évaluée de la même façon. Cette procédure peut être renouvelée pour différentes tailles critiques de lissage : taille caractéristique de la maille pour l'approximation de type éléments finis, rayon critique (R_x et R_y prenant ici la même valeur) pour l'approximation diffuse. Un réseau de courbes de résolutions en déformation en fonction du déplacement de corps rigide est alors obtenu pour différentes tailles critiques (en nombre de périodes) aussi bien pour l'approximation de type éléments finis (fig. 3.19) que pour l'approximation diffuse (fig. 3.20).

Il ressort alors différents points.

- Plus la taille critique est importante, meilleure sera la résolution en déformation ce qui est logique étant donné que, d'un point de vue statistique, plus le nombre de valeurs sera élevé, plus le bruit sera filtré. En revanche, le prix à payer est l'augmentation de la valeur de la résolution spatiale. Cette valeur de taille de maille ou de rayon critique



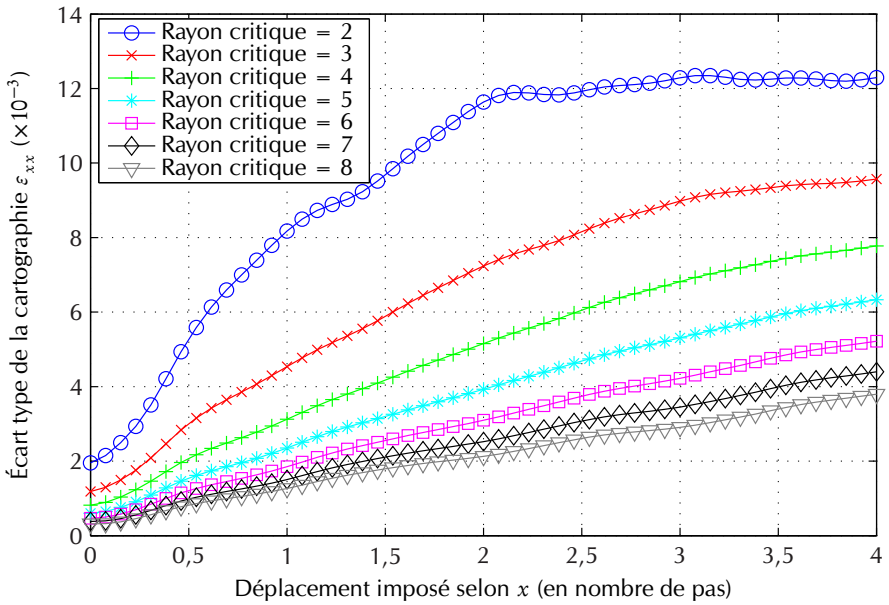
(a) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et $4p$



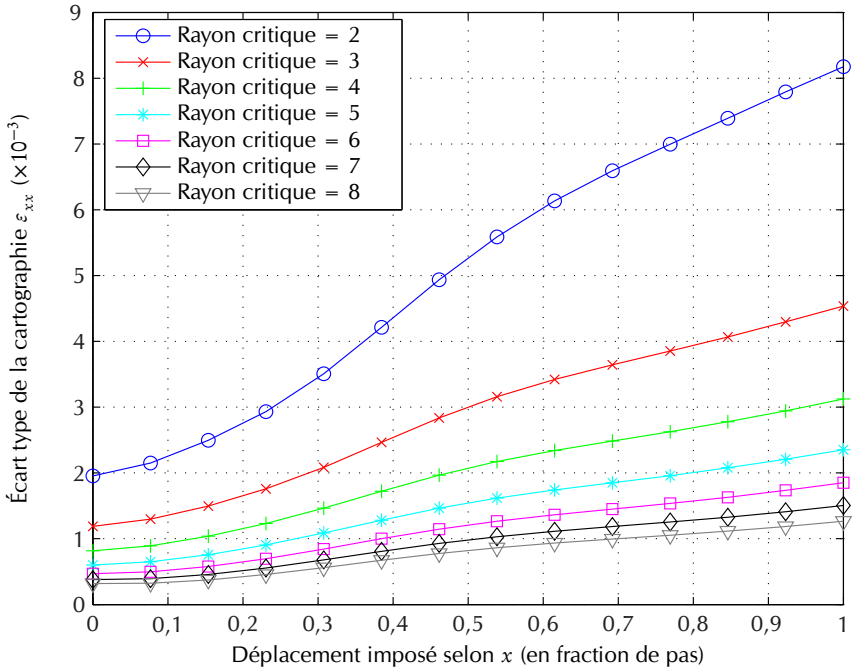
(b) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et p

FIG. 3.19 : Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et de la taille de la maille pour l'approximation de type éléments finis pour l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5.

ne peut donc pas être augmentée indéfiniment mais doit rester assez faible afin de ne



(a) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et $4p$



(b) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et p

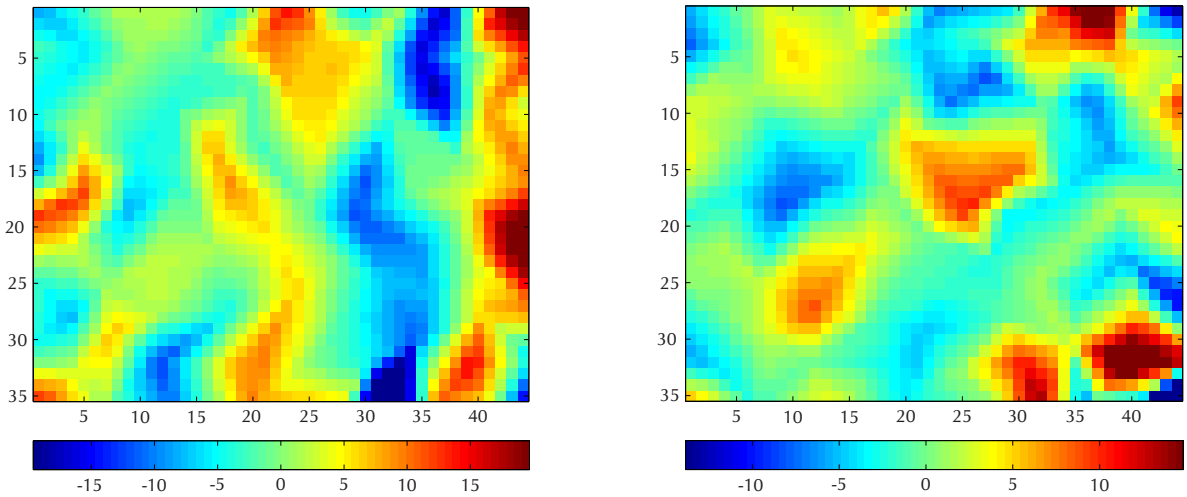
FIG. 3.20 : Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et du rayon critique pour l'approximation diffuse pour l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5.

pas écraser la répartition spatiale du signal. Un compromis sera donc à trouver entre résolution spatiale et résolution en déformation.

- À taille de maille et rayon critique égaux, les résolutions en déformation données par l'approximation de type éléments finis semblent meilleures. Ceci s'explique par le fait que l'approximation de type éléments finis effectue un lissage sur un nombre plus important de données que l'approximation diffuse. En effet, les déplacements et déformations d'un nœud doivent satisfaire la minimisation au sens des moindres carrés pour l'ensemble des éléments pour lesquels il intervient [66]. En conséquence, la taille de maille de l'approximation de type éléments finis ne peut pas être directement comparée au rayon critique de l'approximation diffuse.
- L'évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide suit à peu de choses près celle de la résolution en déplacement. Si les valeurs initiales sont très acceptables ($\simeq 10^{-3}$ pour une taille de maille ou un rayon critique de 3 périodes), les valeurs prises lorsque le déplacement de corps rigide augmente deviennent vite trop élevées pour permettre de détecter des déformations et des localisations dans le domaine des petites déformations qu'on se propose d'étudier ($\simeq 6$ à 8×10^{-3} pour une taille de maille ou un rayon critique de 3 périodes et pour un déplacement de corps rigide égal à quatre fois le pas). Il apparait donc nécessaire de limiter au maximum le déplacement de corps rigide lors d'un essai mécanique de manière à conserver une résolution en déformation de l'ordre de 10^{-3} avec des tailles critiques allant de 3 à 5 périodes.
- Tout comme les cartes de bruit issues d'une étude du déplacement de corps rigide, les cartes de déformations qui en sont déduites présentent une correlation spatiale (fig. 3.21 et 3.22). Il faut donc être extrêmement vigilant à ce phénomène, ces corrélations pouvant être aisément confondues avec des localisations de déformations dues à l'hétérogénéité du matériau à l'échelle micrométrique.

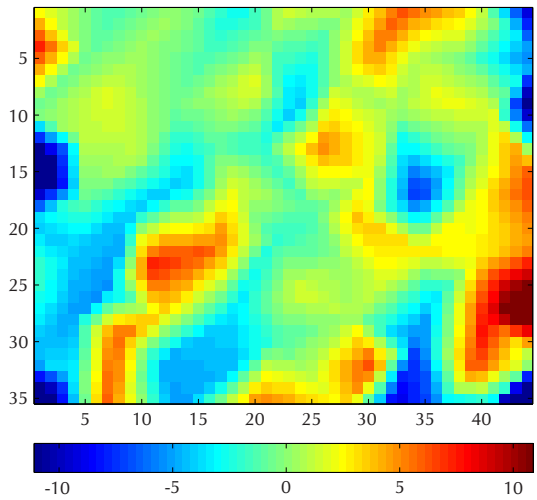
Dans la suite du document, une technique permettant de limiter les déplacements de corps rigide à $0{,}5p$ au plus sera présentée. On pourra alors espérer une résolution en déformation inférieure à 2×10^{-3} (pour une étude en approximation diffuse avec un rayon critique de quatre périodes). La figure 3.23 montre le type et l'amplitude des perturbations spatiales que l'on pourra redouter (l'échelle est la même que celle de la figure 3.22 pour faciliter la comparaison et juger de l'amélioration obtenue).

Le même type d'étude a également été entrepris pour l'objectif $\times 20$ couplé au zoom $\times 0{,}5$. On constate que la résolution en déformation n'est pas affectée (Fig. 3.24 et 3.25) et que les phénomènes de localisation sont similaires mais plus nombreux étant donné que le champ d'observation est plus important (Fig. 3.26 et 3.27).



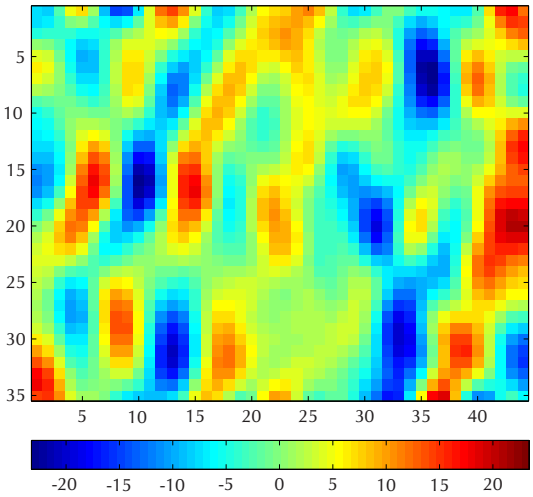
(a) Carte ε_{xx} ($\times$ 10^{-3})

(b) Carte ε_{yy} ($\times$ 10^{-3})

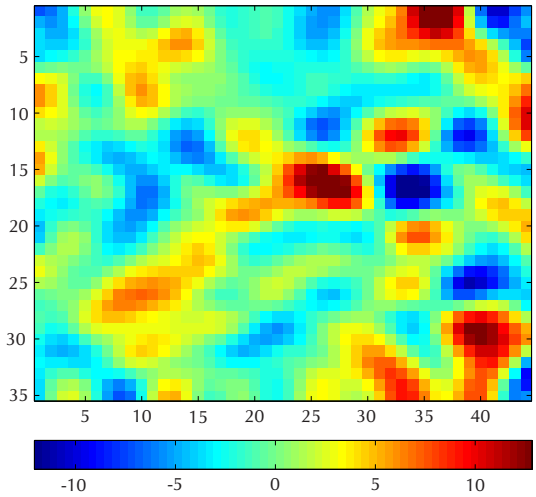


(c) Carte ε_{xy} ($\times$ 10^{-3})

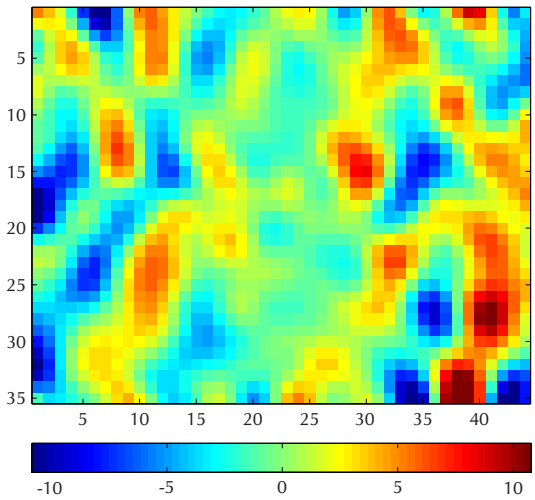
FIG. 3.21 : Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation de type éléments finis avec une taille de maille de 4 périodes avec l'objectif $\times 50$ couplé au zoom $\times 0{,}5$.



(a) Carte ε_{xx} ($\times$ 10^{-3})

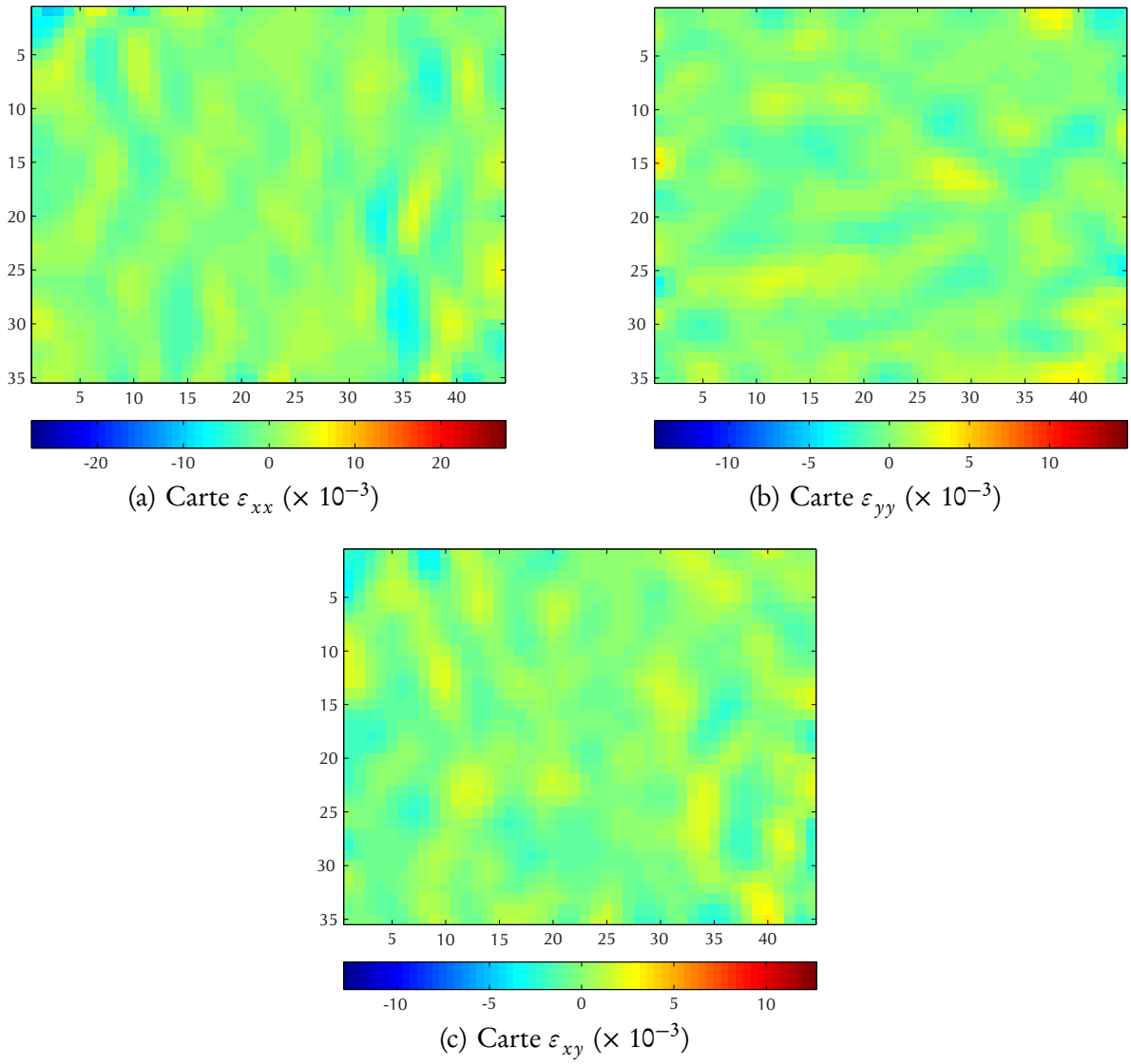


(b) Carte ε_{yy} ($\times$ 10^{-3})



(c) Carte ε_{xy} ($\times$ 10^{-3})

FIG. 3.22 : Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif $\times 50$ couplé au zoom $\times 0{,}5$.

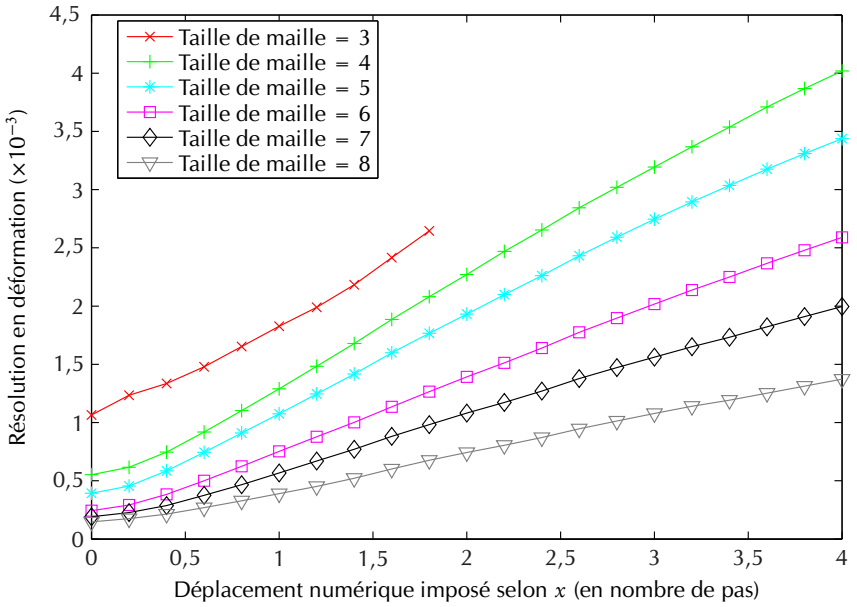


(a) Carte ε_{xx} ($\times$ 10^{-3})

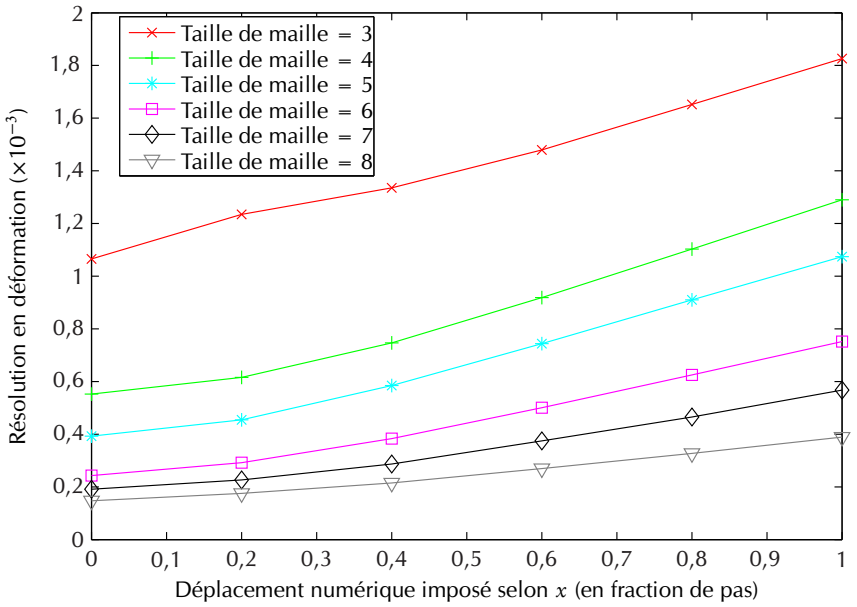
(b) Carte ε_{yy} ($\times$ 10^{-3})

(c) Carte ε_{xy} ($\times$ 10^{-3})

FIG. 3.23 : Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $0{,}5p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif $\times 50$ couplé au zoom $\times 0{,}5$.

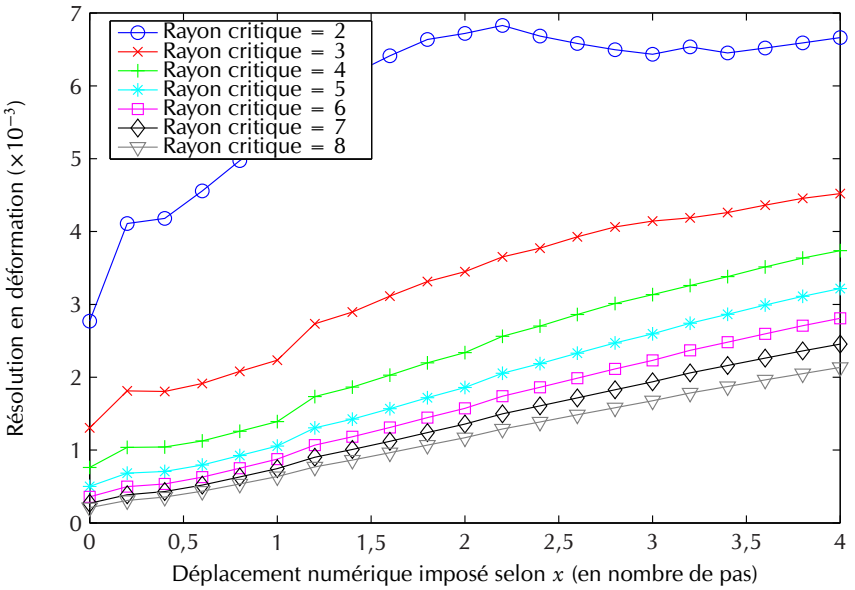


(a) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et $4p$

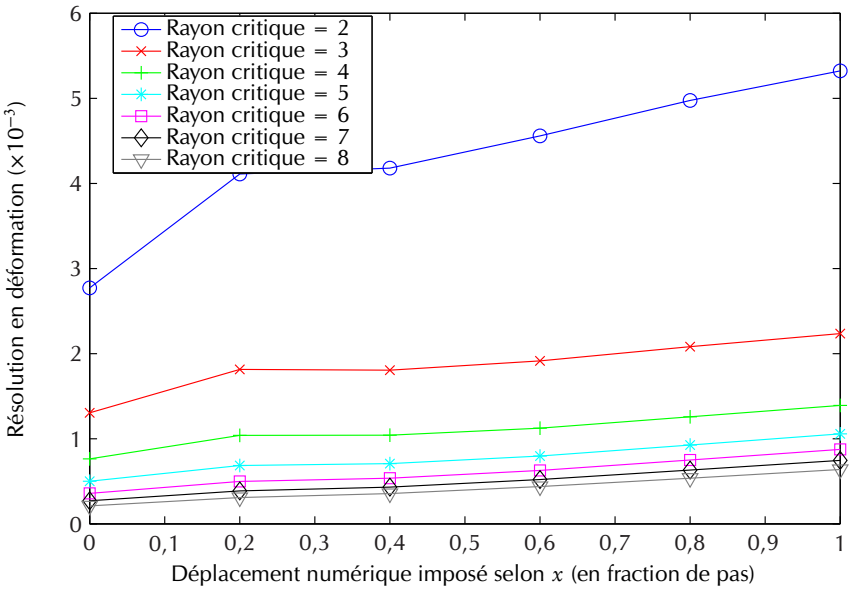


(b) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et p

FIG. 3.24 : Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et de la taille de maille pour l'approximation de type éléments finis pour l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5.



(a) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et $4p$

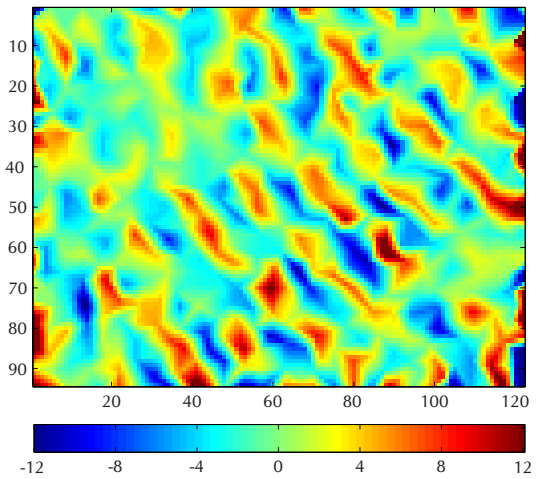


(b) Évolution pour un déplacement de corps rigide compris entre 0 et p

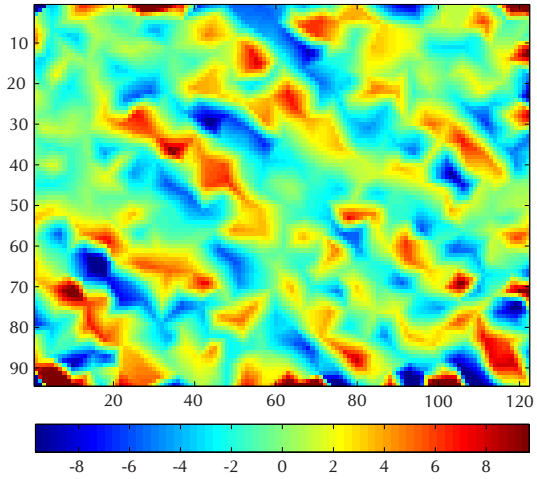
FIG. 3.25 : Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et du rayon critique pour l'approximation diffuse pour l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5.

3.5 Conclusion

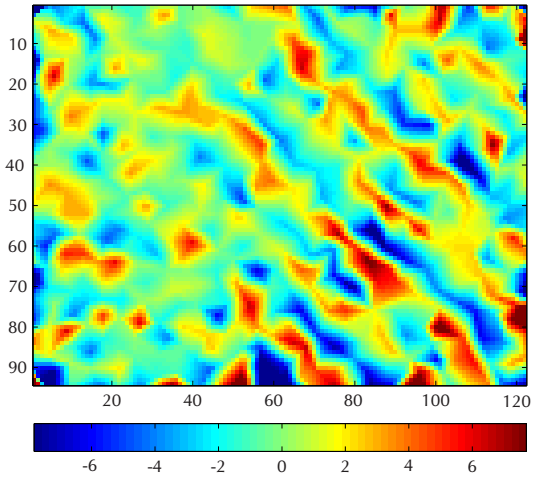
Cette étude du déplacement de corps rigide a permis de mettre en exergue les difficultés qui pourront être rencontrées lors d'un essai mécanique réel.



(a) Carte ε_{xx} ($\times$ 10^{-3})

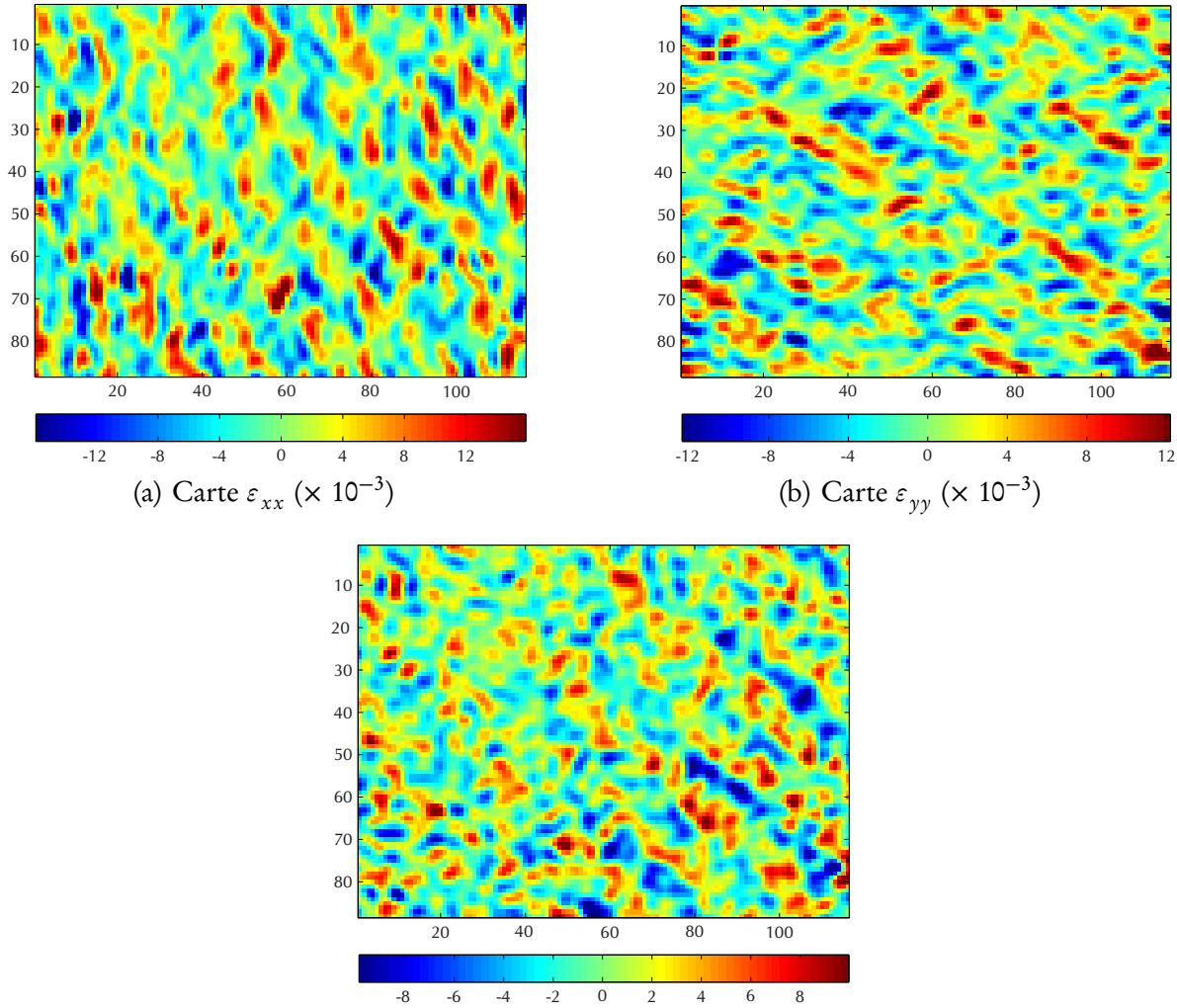


(b) Carte ε_{yy} ($\times$ 10^{-3})



(c) Carte ε_{xy} ($\times$ 10^{-3})

FIG. 3.26 : Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation de type éléments finis avec une taille de maille de 4 périodes avec l'objectif $\times 20$ couplé au zoom $\times 0{,}5$.



(a) Carte ε_{xx} ($\times\ 10^{-3}$)

(b) Carte ε_{yy} ($\times\ 10^{-3}$)

(c) Carte ε_{xy} ($\times\ 10^{-3}$)

FIG. 3.27 : Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif $\times 20$ couplé au zoom $\times 0{,}5$.

En effet, une augmentation du niveau de bruit est observée lorsque le déplacement de corps rigide augmente. Ceci implique que les cartes de phases ne sont pas uniquement entachées d'un bruit blanc dû au système d'acquisition (qui présenterait une répartition spatiale parfaitement uniforme et indépendante du niveau de déplacement de corps rigide) mais qu'elles présentent un biais systématique très faible mis en évidence lors d'un déplacement de corps rigide.

Les investigations menées n'ont pas permis d'attribuer une cause bien déterminée à ce biais. Ni le contraste, ni l'intensité moyenne des motifs, ni l'inclinaison d'observation ne peuvent être directement mis en causes. Par ailleurs, ce phénomène s'est révélé répétable ; il ne s'agit donc pas d'un problème aléatoire de détection au niveau de l'instrument de mesure.

Malgré ces phénomènes qui perturbent la mesure, il a été décidé de poursuivre le projet sans rechercher à déterminer l'origine précise de ce problème pour le moment. Cependant, la résolution en déformation devenant vite insuffisante avec le déplacement de corps rigide, le phénomène de corrélation et d'augmentation du bruit dû à celui-ci ne peut pas être ignoré et doit être intégré autant que faire se peut dans la suite du projet. En particulier, l'accent sera mis sur les points suivants :

- la machine d'essai mécanique sera conçue et réalisée de manière à limiter le déplacement de corps rigide en faisant en sorte que le mode de chargement soit symétrique et en observant la zone centrale de l'éprouvette (voir section 4.1.3) ;
- compenser les éventuels déplacements de corps rigide par un déplacement inverse de la platine de translation du microscope interférométrique en lumière blanche ;
- le phénomène étant répétable, les déplacements de corps rigide pourraient également être soustraits aux cartographies obtenues lors des essais mécaniques de manière à ne conserver que la contribution de la déformation du matériau dans les traitements ultérieurs.

Chapitre 4
Résultats

4.1 Configuration des essais mécaniques

Dans ce chapitre vont être présentés les premiers résultats mécaniques de la méthode de microextensométrie proposée. Cette première section a pour objectif de présenter les conditions dans lesquels se sont déroulés les essais mécaniques (essais de traction uniaxiale). En particulier, les points suivants seront successivement abordés :

- le choix d'un matériau ;
- le choix d'une géométrie d'éprouvette ;
- la conception et réalisation d'une machine de traction miniature adaptée.

4.1.1 Choix d'un matériau

Le matériau utilisé est un acier ferritique commercialisé sous forme de tôles laminées. Le tableau 4.1 donne la composition chimique de cet acier obtenue par analyse spectrométrique.

Bien que ce matériau ne soit pas un matériau de structure, il présente, outre sa facilité de mise en oeuvre due à son format commerical, deux avantages principaux pour la présente étude :

- ses grains sont relativement gros, d'une taille moyenne de quelques dizaines de micromètres, ce qui permet, avec la technique proposée, d'étudier le comportement micromécanique avec une dizaine à une trentaine de points de mesures dans chaque grain ;
- il est extrêmement ductile ce qui permet potentiellement de le tester sur une large gamme de déformations.

Cet acier sera étudié dans deux états :

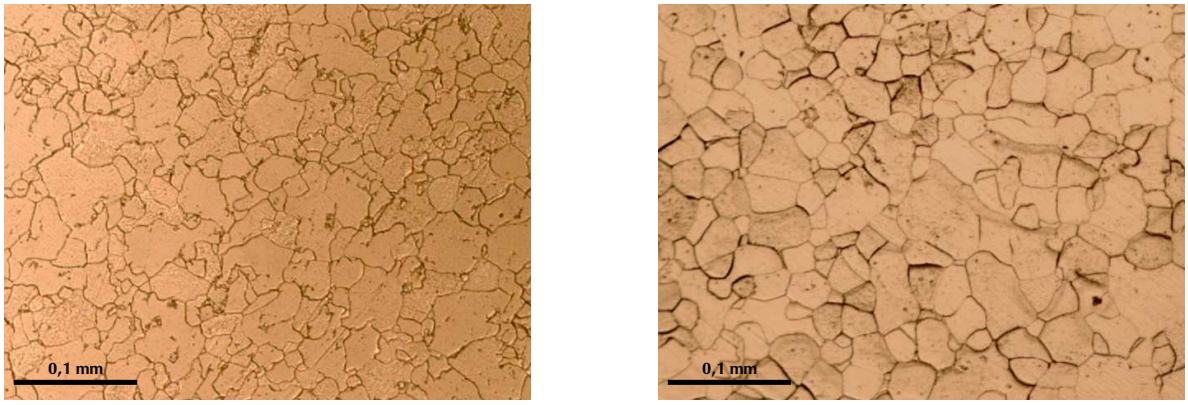
- l'état initial brut de laminage et donc écroui ;
- un état recristallisé après un recuit à 900 °C pendant deux heures.

La figure 4.1 montre les micrographies de cet acier dans les deux états qui viennent d'être évoqués et la figure 4.2, ses courbes de traction. À l'état initial, l'acier présente une limite élastique d'environ 150 MPa et est très faiblement écrouissable. L'état final comporte un palier de contrainte correspondant à la localisation des déformations en « bandes de Lüders » et

TAB. 4.1 : Composition chimique (hormis le fer) d'un échantillon de tôle (moyenne sur trois mesures effectuées par analyse spectrométrique).

Élément	% en masse
Mn	0,234
Cr	0,045
Al	0,042
Ni	0,031
Si	0,027
S	0,02
P	0,019
C	0,017
Cu	0,012
Mo	<0,010
Ti	0,004

présente une limite élastique supérieure d'environ 160 MPa et une limite élastique inférieure d'environ 130 MPa.



(a) Acier initial écroui (b) Acier recuit

FIG. 4.1 : Micrographies de l'acier utilisé.

4.1.2 Choix d'une géométrie

La géométrie de l'éprouvette a été choisie de manière à ce que ses dimensions s'adaptent aux essais de traction *in situ* auxquels elle sera soumise. En outre, l'éprouvette est de type « haltère » c'est-à-dire que sa section est variable progressivement de manière à concentrer les déformations dans la partie centrale (zone qui sera observée par le microscope interférométrique en lumière blanche) tout en conservant une sollicitation quasi-uniaxiale.

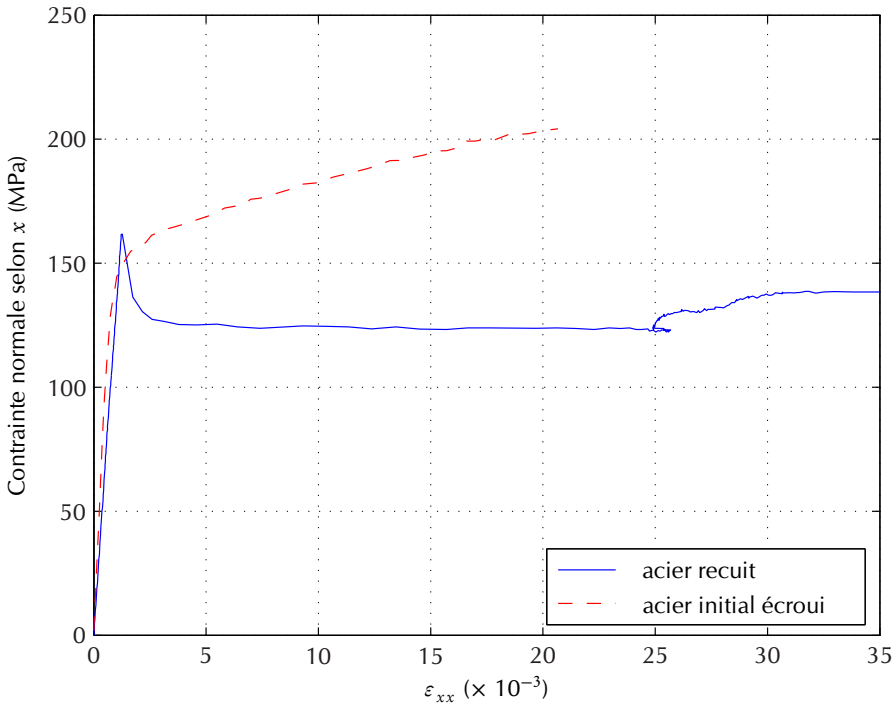


FIG. 4.2 : Courbes de traction de l'acier utilisé.

La figure 4.3 présente un plan de l'éprouvette ainsi qu'une photographie de celle-ci sur laquelle on peut observer le réseau micrométrique qui y est attaché (la zone centrale diffractant la lumière correspond à la zone insolée et, donc, marquée).

Pour réaliser les éprouvettes, des ébauches sont tout d'abord cisaillées dans une tôle de 2 mm de l'acier ferritique présenté à la section précédente. Ces ébauches sont ensuites usinées par contournage à l'aide d'une fraiseuse à commande numérique (par séries de quatre ou cinq éprouvettes empilées).

4.1.3 Conception et réalisation d'une machine de traction miniature

Pour réaliser les essais mécaniques *in situ* sous l'objectif du microscope interférométrique en lumière blanche, il était nécessaire de posséder une machine d'essais *ad hoc* répondant au cahier des charges suivant :

- ses dimensions devaient être réduites de manière à tenir sur la platine du microscope (limitées à 200×200×100 mm^3) ;
- sa masse ne devait pas excéder 15 kg ;
- elle devait posséder une excellente chaîne cinématique de manière à ne pas introduire de sollicitations parasites ;

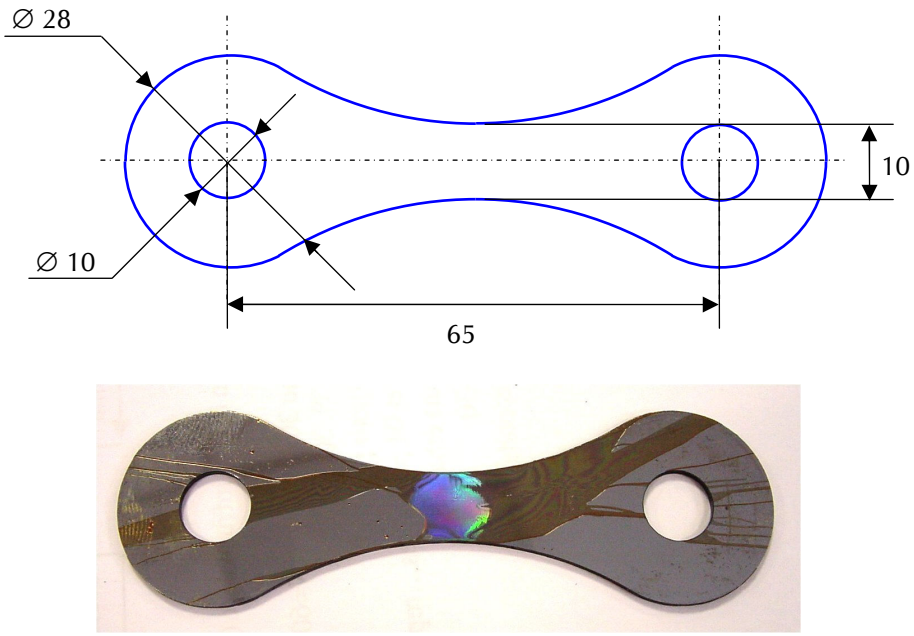


FIG. 4.3 : Plan et photographie de l'éprouvette.

- elle devait permettre le passage de l'objectif interférométrique pour l'observation de la partie centrale de l'éprouvette marquée d'un réseau.

C'est pourquoi il a été choisi de concevoir et réaliser une machine de traction miniature. Les autres fonctions importantes auxquelles devait répondre la machine sont les suivantes :

- un effort maximal applicable de 10 kN (correspondant à une contrainte normale de 500 MPa au niveau la zone centrale) ;
- une possibilité de contrôle précis de cet effort par le biais d'un capteur de force adapté ;
- une cinématique symétrique avec deux mors mobiles se déplaçant de la même valeur mais en sens opposés au cours de l'essai.

La figure 4.4 présente la machine conçue et réalisée. Son mode de chargement est symétrique grâce à un système de deux vis à deux pas inversés de 1 mm. Ceci permet de réaliser une traction pure avec une grande précision, l'axe des vis étant dans le même plan que l'axe de l'éprouvette. Il n'y a donc pas de mouvements parasites de flexion ou torsion ce qui a été vérifié en instrumentant une éprouvette avec deux jauges extensométriques bidirectionnelles sur chaque face (Fig. 4.5). La machine répond donc en tout point au cahier des charges.

La transmission du mouvement est réalisée par un système de poulies et courroies crantées. La motorisation est réalisée à l'aide d'un moteur pas à pas qui permet un pilotage en vitesse de déplacement de 0,5 à 2 mm/min.

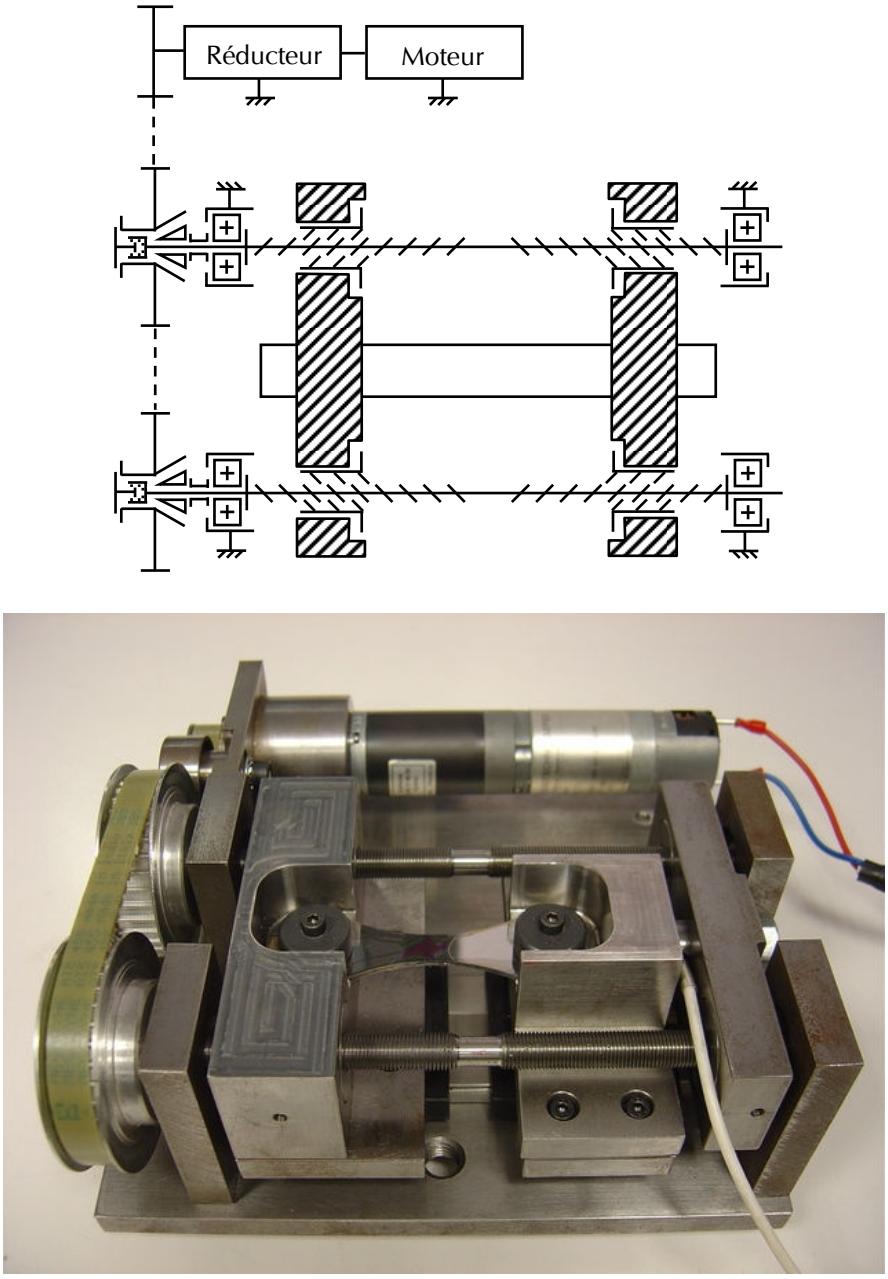


FIG. 4.4 : Schéma technologique et photographie de la machine de traction miniature.

4.2 Résultats obtenus pour un faible champ (250×190 μm^2)

Les premiers essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes marquées par des réseaux de pas d'environ 5 μm et pour une observation à l'aide de l'objectif ×50 du microscope interférométrique en lumière blanche auquel était ajouté un zoom ×0,5 (soit un grandisse-

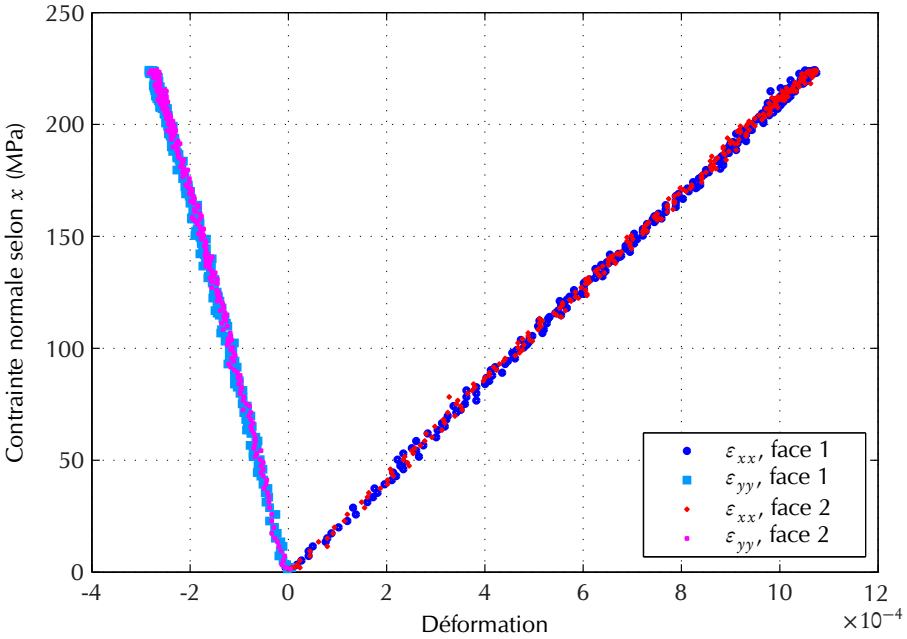


FIG. 4.5 : Courbes contraintes/déformations obtenues sur les deux faces d'une éprouvette testée sur la machine de traction miniature.

ment effectif de ×25). Ceci a conduit à un échantillonnage de 12 pixels par période et à un champ observé d'environ 250×190 μm^2.

4.2.1 Réalisation des essais

4.2.1.1 Contrôle de la déformation moyenne

Afin de pouvoir contrôler en permanence les paramètres de l'essai mécanique, une jauge d'extensométrie bidirectionnelle a été collée sur la face inférieure de l'éprouvette, en vis à vis du réseau micrométrique et ce pour tous les essais qui ont été réalisés. Ceci a permis de posséder pour chaque essai une valeur moyenne de référence de la déformation ε_{xx} (ainsi que de la déformation ε_{yy}) au centre de l'éprouvette à laquelle comparer les résultats expérimentaux obtenus par la présente méthode. Ces jauges avaient une longueur utile de 4 mm est une largeur de 2 mm ce qui rend leur surface d'intégration bien supérieure au champ observé par la présente méthode.

4.2.1.2 Mouvements de corps rigide

Malgré toutes les précautions qui ont été prises lors de la conception et de la réalisation de la machine de traction miniature, des mouvements de corps rigides subsistent au cours d'un essai mécanique. Ceci a pu être constaté lors des premières tentatives d'essais *in situ*. Ces mouvements proviennent essentiellement de deux causes :

- en début d'essai, un rattrapage de jeu s'effectue conduisant à des mouvements de corps rigide dans les deux directions du plan ;
- en cours d'essai, les déplacements ne sont pas réellement symétriques dans la mesure où le capteur d'effort miniature se déforme ce qui conduit à un déplacement effectif du mors qui lui est solidaire moins important et à une translation de corps rigide résultante selon l'axe x (*i.e.* l'axe de traction) ; cet effet, négligeable pour des essais à l'échelle macroscopique, devient ici très perturbant ;
- en outre, et quand bien même les problèmes précédents ne seraient pas rencontrés, il est très délicat d'observer précisément le centre de l'éprouvette à cette échelle compte tenu des dimensions de celle-ci ce qui constitue une difficulté supplémentaire.

Compte tenu des phénomènes de corrélation spatiale du bruit soulevés au chapitre précédent, ce problème ne peut être ignoré.

Il a été choisi de corriger au fur et à mesure de l'essai ces mouvements de corps rigide. Pour cela, la zone observée sera choisie de manière à présenter un très léger défaut visuel (inclusion de l'acier par exemple) placé à l'un des coins de celle-ci. Par exemple, la figure 4.6 montre une image optique d'une telle zone présentant un défaut apparaissant plus sombre dans le coin en bas à droite. À chaque incrément de charge, l'éprouvette subit une déformation à laquelle s'ajoute un mouvement de corps rigide qui déplace ce repère visuel (voire, qui le fait sortir du champ d'observation). Il suffit alors à l'aide de la platine de déplacement du microscope interférométrique de ramener ce repère dans sa position initiale avant d'effectuer la mesure.

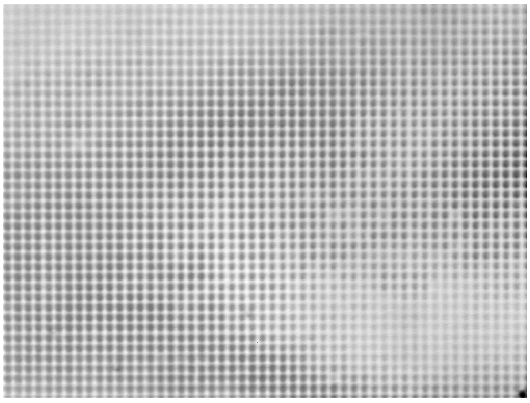
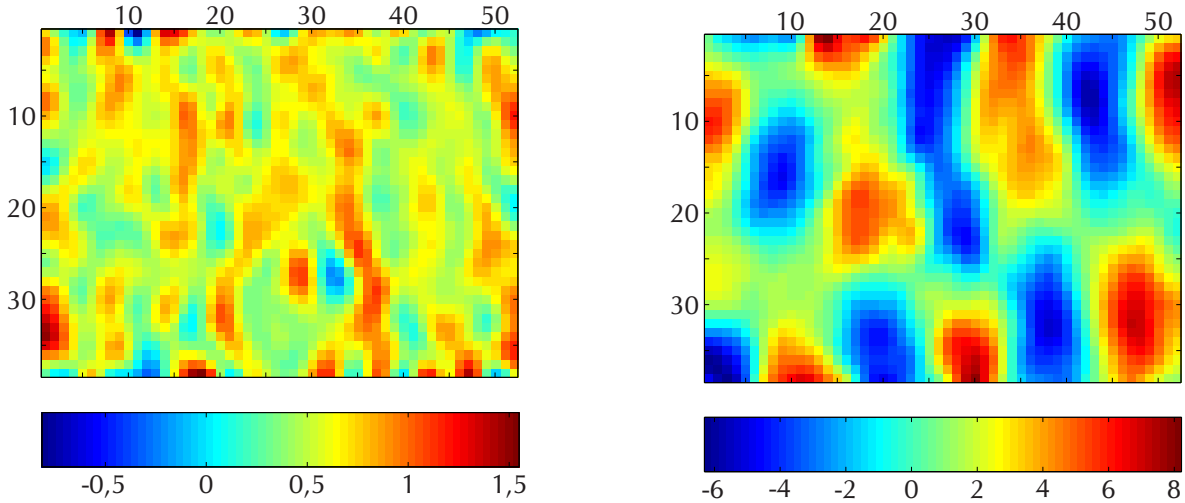


FIG. 4.6 : Vue optique de la zone observée avec le repère de recalage (en bas à droite).

Cette méthode de recalage manuel s'avère nécessaire dans la mesure où sans elle, le signal se trouve complètement noyé dans le bruit corrélé. En outre, la valeur de déformation moyenne n'étant pas fortement affectée et, comme il a déjà été souligné, cette répartition étant déterministe, il est facile de lui attribuer une cause physique comme par exemple un effet de microplasticité, ces artefacts survenant très tôt au cours de l'essai, dans la zone élas-

tique linéaire. Ainsi, la figure 4.7 montre deux cartographies obtenues pour une déformation moyenne donnée par la jauge de $5{,}3\times10^{-4}$ (ce qui correspond à une contrainte normale selon x d'environ 100 MPa) avec et sans recalage manuel. Il apparait nettement que le bruit est largement prépondérant pour la cartographie obtenue sans recalage tandis que les valeurs moyennes de déformations sont du même ordre de grandeur pour les deux cartographies.



(a) Avec correction ($\varepsilon_{xx\text{moy}} = 5,5 \times 10^{-4}$)

(b) Sans correction ($\varepsilon_{xx\text{moy}} = 6,7 \times 10^{-4}$)

FIG. 4.7 : Cartes de déformation ε_{xx} pour une contrainte normale de 100 MPa et une déformation ε_{xx} moyenne de $5{,}3\times10^{-4}$ avec et sans correction des mouvements de corps rigide ($\times10^{-3}$).

En appliquant cette méthode pour chaque incrément de charge, on obtient une série d'images de la même zone déformée : ceci permet de s'affranchir des problèmes générés par les mouvements de corps rigide et, en outre, de garantir une mesure compatible avec la formulation lagrangienne des déformations.

4.2.1.3 Observation de la microstructure

Afin de pouvoir corréler les déformations obtenues avec la microstructure de l'acier au niveau de la zone observée, il est nécessaire de repérer cette dernière. En effet, le réseau masque complètement la surface de l'acier et, d'autre part, la visualisation de la microstructure au cours de l'essai perturberait le signal periodique (ce qui aurait pour effet d'augmenter le niveau de bruit voire de rendre la mesure impossible). On ne peut donc, contrairement à ce qui est fait en corrélation numérique d'images [46], observer la microstructure en même temps que s'effectue la mesure. La seule solution est alors d'observer cette dernière en temps différé et en particulier à l'issue de l'essai mécanique. Ceci est en effet possible dans la mesure où

les déformations étudiées ici restent faibles. On peut donc considérer que la microstructure n'évolue pas notablement au cours de l'essai.

Pour repérer cette zone, on procède comme suit : un indent de quelques dizaines de micromètres de diagonale est pratiqué sur un des bords de l'éprouvette à l'aide d'un microduromètre. Il est ensuite aisé de répérer la position de la zone observée par rapport à cet indent en fin d'essai grace aux coordonnées de la platine de déplacement du microscope interférométrique en lumière blanche (fig. 4.8).

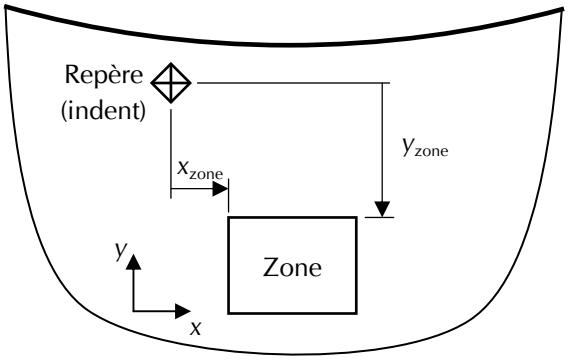


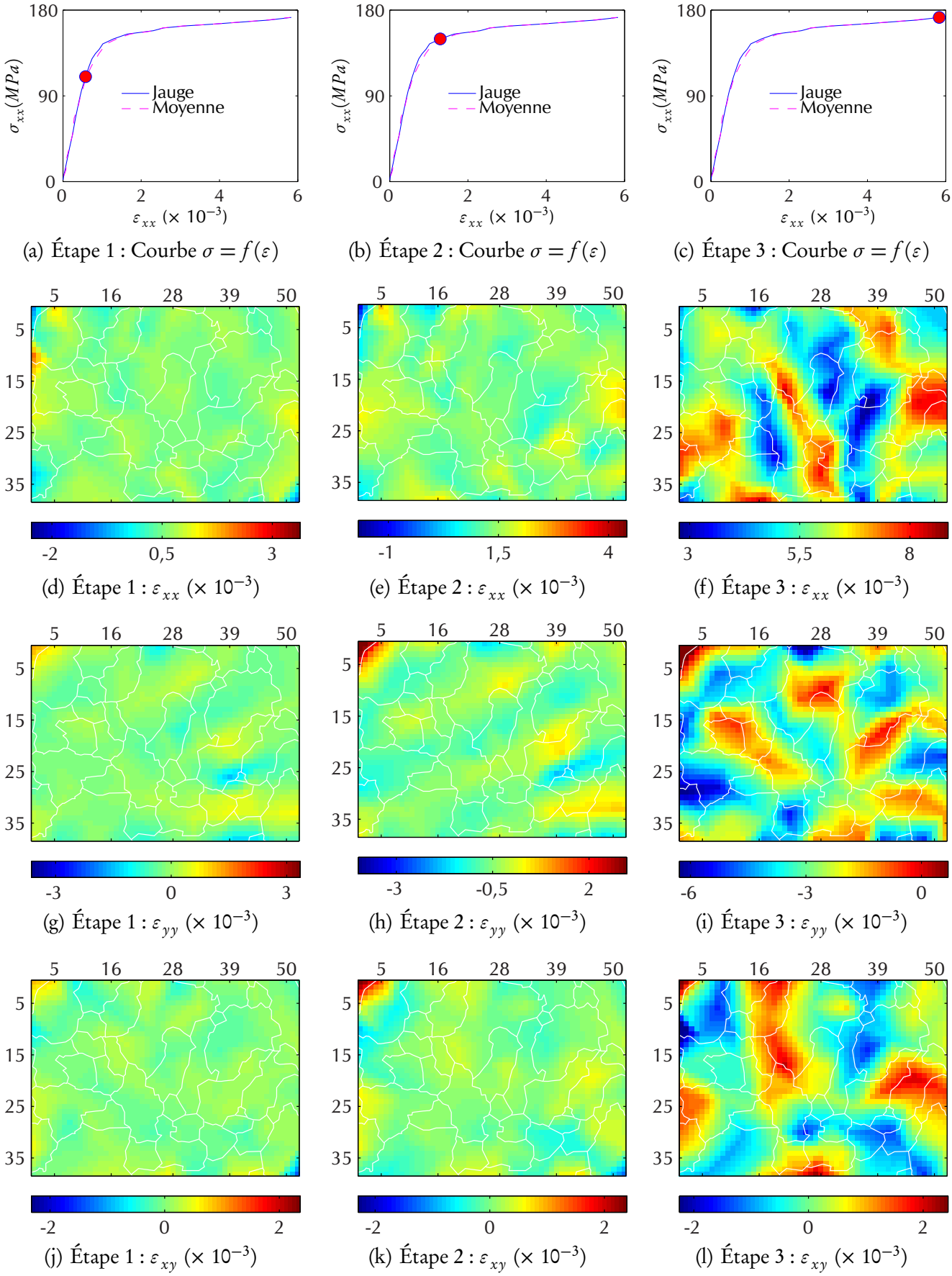
FIG. 4.8 : Repérage de la zone observée de l'éprouvette.

On dissout ensuite le réseau présent sur l'éprouvette avec de l'acétone avant de pratiquer une attaque chimique de l'acier (par immersion dans une solution alcoolique d'acide nitrique à 10 % pendant une dizaine de secondes). La microstructure de la zone étudiée peut alors être observée sous microscope par recalage par rapport au repère (avec une résolution de 1 μm) et les joints de grains de la structure peuvent être dessinés sur les cartographies de déplacement.

4.2.2 Résultats sur l'acier initial écroui

Un premier essai mécanique a été réalisé, en respectant la méthodologie qui vient d'être exposée, sur une éprouvette de l'acier étudié à l'état initial écroui. Les figures 4.9 et 4.10 montrent, pour trois étapes de chargement, les courbes déformation/contrainte ainsi que les trois cartes de déformation plane respectivement pour l'approximation de type éléments finis et l'approximation diffuse.

Les cartographies de chacune des trois composantes de déformation plane sont montrées avec des échelles présentant pour les trois étapes la même dynamique (à savoir, 6 fois l'écart type de la dernière cartographie) mais centrées sur des valeurs différentes pour chaque étape (à savoir, la moyenne de la cartographie considérée). Ceci permet de mettre en évidence l'apparition des phénomènes de localisation sur la totalité de l'essai tout en restant centré sur la valeur de déformation globale correspondante.



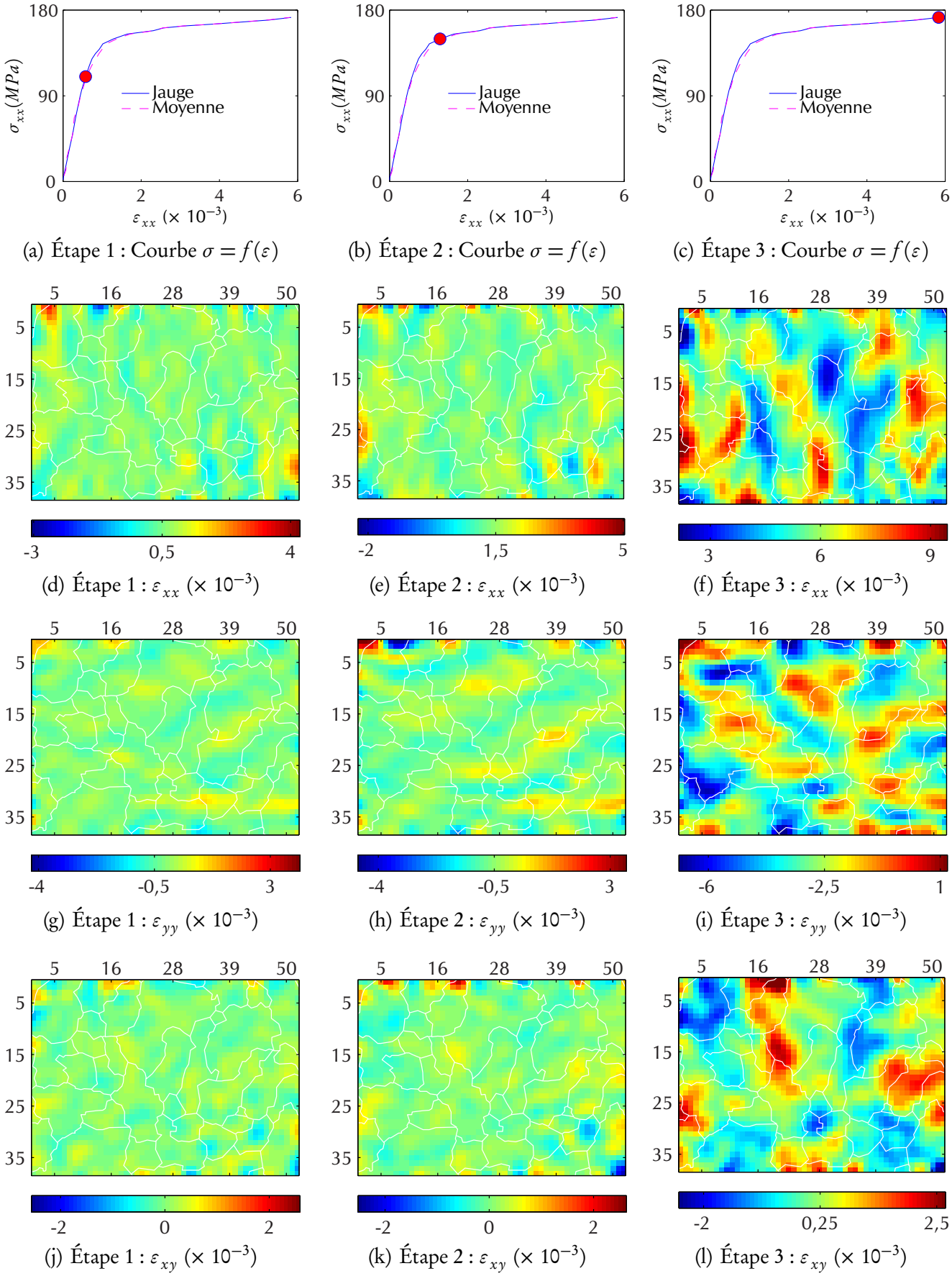
(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_{xx} (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{yy} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (k) Étape 2 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (l) Étape 3 : ε_{xy} (× 10^{-3})

FIG. 4.9 : Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type éléments finis).



(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_{xx} (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{yy} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (k) Étape 2 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (l) Étape 3 : ε_{xy} (× 10^{-3})

FIG. 4.10 : Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

On ne constate pas, *a priori*, sur ce premier essai de localisation de déformation en dessous de la limite élastique macroscopique (c'est-à-dire, avant le début de la non linéarité de comportement). En effet, pour la deuxième étape représentée sur les figures 4.9 et 4.10 qui correspondent au début de la zone plastique, les écarts entre la valeur moyenne et les localisations de déformation pour ε_{xx} ne dépassent que très rarement la valeur de 1×10^{-3} ce qui correspond, compte tenu des tailles de mailles ou de rayon critique (à savoir, quatre périodes), à la résolution en déformation de la méthode (voir section 3.4.2).

Le but premier du développement de cette méthode de mesure microextensométrique était l'étude de l'apparition de la microplasticité. Dans l'état actuel des choses, cet objectif apparaît difficile à atteindre. Pour cela, il faudrait en effet réussir à améliorer la résolution en déformation pour l'amener en dessous de 1×10^{-3}. On pourrait également envisager d'augmenter la taille du paramètre (rayon critique ou mailles) afin de lisser le bruit. Cependant, il faut être prudent dans la mesure où on dispose d'assez peu de points de mesures indépendants (environ 2000) et qu'une augmentation trop importante de la taille du paramètre, si elle réduit le niveau de bruit, a également pour effet néfaste d'écraser le signal et de dégrader la résolution spatiale (et donc de rendre la mesure de plus en plus globale). Les effets de microplasticité étant par nature localisés au niveau des grains du métal, cette solution n'apparaît pas comme satisfaisante si la taille du paramètre est augmentée au delà de la taille moyenne des grains. Or, de ce point de vue, l'utilisation de quatre périodes pour la taille du paramètre semble être un bon compromis entre résolution en déformation et résolution spatiale.

En revanche, la dernière étape montre quant à elle des localisations de déformation dont le niveau est bien supérieur à la résolution en déformation. Celles-ci semblent suivre assez bien la microstructure. En revanche, il est surprenant de ne pas retrouver les mêmes localisations pour ε_{xx} et ε_{yy} ce à quoi on s'attendrait (par analogie avec l'effet de Poisson à l'échelle macroscopique). Cependant, on peut constater que, malgré la sollicitation de traction pure, on peut voir apparaître des déformations de cisaillement ε_{xy}. On ne peut donc directement transposer la vision macroscopique (uniquement des déformations ε_{xx} et ε_{yy} par effet de Poisson) les phénomènes ayant lieu à cette échelle étant beaucoup plus complexes (conservation d'une déformation phénoménologique uniaxiale par le biais d'un état de déformation des grains multiaxial).

Dans la suite des essais, les résultats donnés par les deux méthodes de dérivation étant globalement similaires, l'approximation diffuse sera exclusivement utilisée, le temps de calcul étant moins long et les cartographies n'étant pas affectées par le maillage alors qu'elles peuvent l'être dans l'approximation de type éléments finis. Cependant, il faut garder à l'esprit que pour des tailles de paramètre égales (maille ou rayon critique), l'approximation diffuse est moins résolvante (voir section 3.4.2). Il est également à noter que l'approximation

diffuse telle qu'elle a été programmée ici ne prend pas en compte les bords, ce qui explique son temps de calcul très faible mais aussi les probèmes qui peuvent être observés sur les bords des cartographies de déformation qui en sont issues (fig. 4.10). Pour cette raison, dans la suite de ce travail, dans la section concernant des champs d'observation plus importants (section 4.3), le problème du nombre de points de mesure n'étant plus en jeu, ces bords seront éliminés de manière à produire des cartographies exemptes de tout défaut identifié.

4.2.3 Résultats sur l'acier recuit

L'intérêt essentiel de l'acier à l'état recuit est sa microstructure présentant des grains équiaxes de tailles relativement comparables (au regard de celle de l'acier initial à l'état écroui).

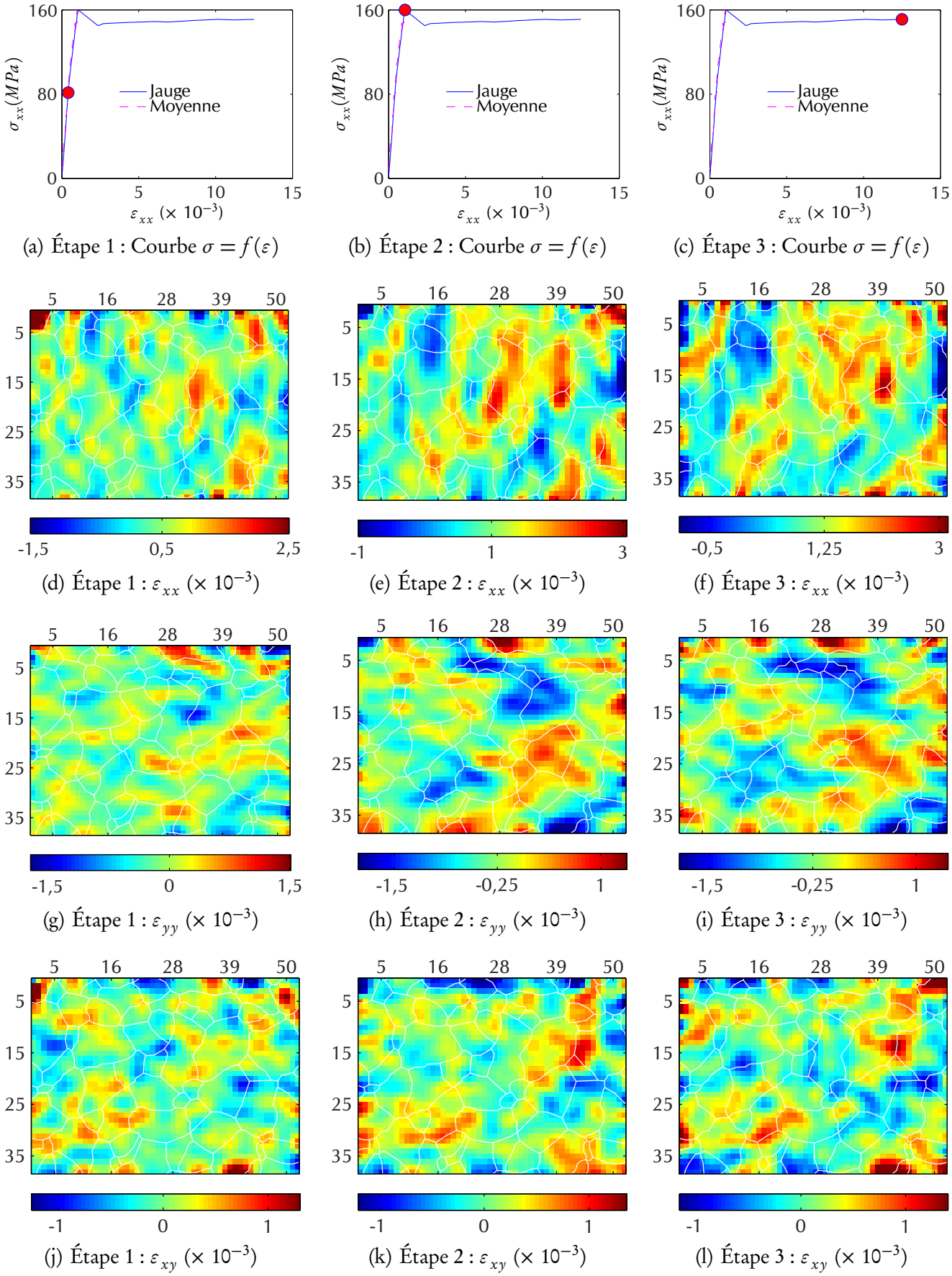
Cependant, cet acier présente une difficulté expérimentale qui a été révélée au cours d'un essai mécanique et qui rend la présente méthode d'extensométrie inutilisable pour le caractériser. En effet, comme tout acier écroui, celui-ci présente un comportement élastique linéaire suivi d'une zone de déformation à contrainte constante correspondant à la localisation des déformations en bandes de Piobert-Lüders. Tant que la zone étudiée est en dehors d'une bande de Piobert-Lüders, sa déformation moyenne n'évolue pas et conserve une valeur de l'ordre de la résolution en déformation. Dès qu'une bande de Piobert-Lüders passe dans la zone observée, celle-ci décolle et déchire la résine photosensible sur laquelle est imprimée le réseau. On se retrouve alors dans une situation où la déformation mesurée est soit en limite de résolution, soit si importante qu'elle détériore le réseau et rend donc toute mesure impossible.

Ainsi, la figure 4.11 montre un tel essai sur l'acier à l'état recuit. On observe une microstructure régulière présentant des grains plus homogènes en tailles et en formes que ceux de l'acier initial écroui. En revanche, les valeurs de localisation de déformation pour ε_{xx} n'excèdent pas $1{,}5\times10^{-3}$ ce qui n'est que très légèrement supérieur à la résolution en déformation. Ceci perdure jusqu'à une déformation macroscopique ε_{xx} de 1,2 %, moment où la bande de Piobert-Lüders passe dans la zone observée.

En outre, dans un travail récent effectué au sein du laboratoire, il a été montré que les phénomènes de non linéarité liés à la microplasticité interviennent plus tard pour un acier recuit que pour un acier préalablement écroui [70]. Ceci est cohérent avec les résultats qui viennent d'être énoncés et confirme la difficulté d'obtention d'une mesure valide étant donnée la résolution de la méthode avec un acier recuit.

Dans la suite des développements, compte tenu des limitations qui viennent d'être soulevées, seul l'acier à l'état initial écroui sera étudié.

Ces deux premiers essais ont été réalisés pour un champ relativement faible. Ils ont malgré tout permis de valider la présente méthode extensométrique en mettant en évidence un



(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_{xx} (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{yy} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (k) Étape 2 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (l) Étape 3 : ε_{xy} (× 10^{-3})

FIG. 4.11 : Résultats d'un essai mécanique sur acier recuit (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

certain nombre de problèmes et en permettant d'y remédier en développant un protocole expérimental robuste. La prochaine étape de ce projet, présentée dans la section suivante, est de proposer des pistes pour augmenter le champ d'observation.

4.3 Résultats obtenus pour un plus grand champ (acier initial écroui)

4.3.1 Objectif ×20 ; zoom ×0,5 (champ : 625×475 μm^2)

Une première solution pour augmenter le champ d'observation, compte-tenu des possibilités du microscope interférométrique en lumière blanche, est de changer le grossissement global. Ainsi, en utilisant l'objectif ×20 couplé avec le zoom ×0,5, le champ observé est d'environ 625×475 μm^2 tout en conservant une résolution optique de 0,75 μm. Ceci reste donc *a priori* compatible avec un réseau de pas de 5 μm (la méthode de la grille imposant un minimum absolu de trois points de mesures par période).

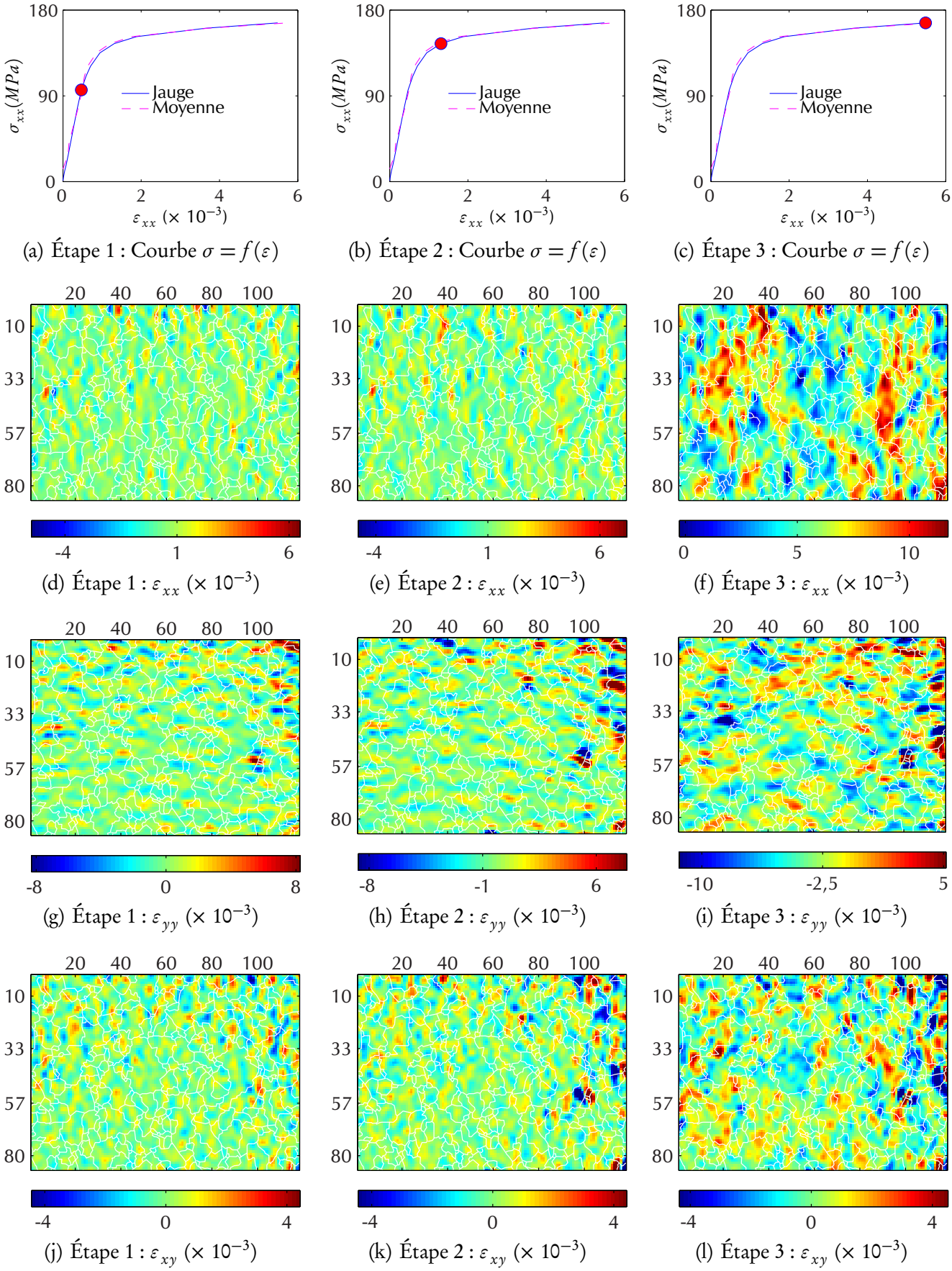
Un essai mécanique a donc été entrepris avec ce grossissement global de ×10 (conduisant à un échantillonnage de 5 pixels par période). La figure 4.12 montre les résultats obtenus pour cet essai.

On constate que les résultats semblent moins bons que ceux obtenus pour un grossissement ×25 et ce malgré une résolution spatiale compatible avec la méthode de la grille et une résolution en déformation manifestement inchangée (fig. 3.24 et 3.25). Dans l'état actuel des choses, il n'y a pas d'explication à cette détérioration des résultats qui s'impose clairement. On peut cependant supposer que l'échantillonnage (5 pixels par période) n'est pas assez important pour assurer de bonnes performances, hypothèse que semblent corroborer les figures 3.26 et 3.27 dont certaines « taches » peuvent faire penser à un effet d'harmoniques superposé à l'effet de la corrélation spatiale du bruit qui a été observé par ailleurs.

Cependant, quelle que soit la cause de cette détérioration apparente des résultats, cette méthode pour augmenter le champ d'observation semble ne pas être pleinement satisfaisante même si elle reste à défaut utilisable. En outre, elle n'est pas non plus très versatile et ne permet d'augmenter le champ que dans la limite des possibilités du couple grossissement/caméra. Il faut donc envisager une autre possibilité possédant la même résolution en déformation et plus souple en terme de champ obtenu.

4.3.2 Stitching

Une autre méthode plus prometteuse, plus souple et potentiellement illimitée pour augmenter le champ observé est de recoller des images qui se chevauchent partiellement. Cette



(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_{xx} (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{yy} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (k) Étape 2 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (l) Étape 3 : ε_{xy} (× 10^{-3})

FIG. 4.12 : Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×20 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

technique, désignée par sa dénomination anglo-saxonne : « stitching », a été initialement développée comme outil de traitement d'images pour la photographie panoramique. Elle s'est très largement étendue au domaine de la microscopie interférométrique puisque, de nos jours, tous les systèmes commerciaux proposent des algorithmes de stitching, plus ou moins performants, intégrés au logiciel qui pilote le microscope. C'est donc tout naturellement que l'algorithme proposé par le fabriquant du microscope interférométrique WYKO NT3300 a été testé.

4.3.2.1 Problèmes rencontrés avec l'algorithme de stitching du logiciel commercial

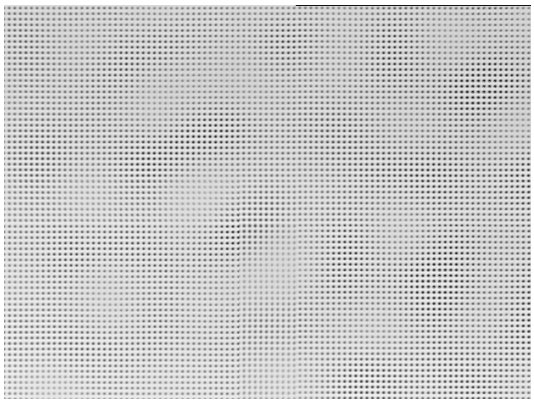
Le principe du stitching du logiciel commercial (Vision 3.60) est le suivant :

- le système effectue une mesure pour plusieurs zones qui se recouvrent partiellement (le constructeur recommande au moins 20 % de recouvrement) ce qui est rendu possible par la platine de déplacement motorisée ;
- les coordonnées de la platine sont enregistrées et attachées à chacune des mesures ;
- les images résultant des mesures sont prépositionnées en fonction des coordonnées de la platine qui y sont associées ;
- le sytème retrouve ensuite la meilleure position par l'intermédiaire de son algorithme de traitement (algorithme commercial et donc fermé qu'on peut assimiler ici à une « boîte noire ») ;
- enfin, une image stitchée est reconstruite et enregistrée.

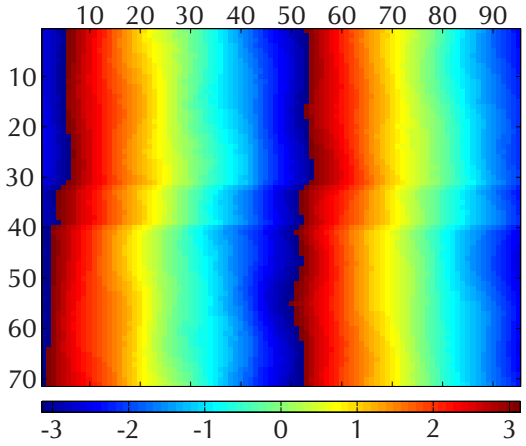
Avec cette méthode, on peut donc obtenir une image reconstruite au pixel près. Pour un grossissement donné, compte-tenu de la taille que représente un pixel, l'erreur maximale de reconstruction peut être évaluée. Ainsi, pour un grossissement mettant en jeu l'objectif $\times 50$ et le zoom $\times 0{,}5$, cette erreur maximale est d'environ 0,4 μm soit, pour un pas d'environ 5 μm, 8 % du pas, soit encore une erreur de recollement sur la phase d'environ 0,5 rad (29°).

La figure 4.13 montre une image de réseau reconstruite par stitching 2×2 et la phase selon x qui en est issue. La phase montre des erreurs de reconstruction typiques rencontrées avec cet algorithme de stitching intégré au logiciel commercial. Ce type d'erreurs induit une augmentation du niveau de bruit très importante (typiquement de l'ordre de quelques pourcents du pas). En effet, si, lors d'un essai mécanique avec prise de mesure pour plusieurs étapes de chargement, l'erreur était reproductible, celle-ci se compenserait parfaitement et le niveau global de bruit (donc la résolution en déplacement) n'en serait pas affecté. Or, la résolution de la platine étant de 1 μm, elle ne se repositionne pas exactement au même endroit à chaque mesure entrainant une erreur de reconstruction sur la phase différente à chaque étape. Cette méthode de stitching ne peut donc être utilisée telle quelle pour obtenir des résultats ciné-

matiques avec un champ d'observation plus important ; il faut envisager une autre méthode plus adaptée à la présente application.



(a) Réseau stitché



(b) Phase selon x issue d'un réseau stitché

FIG. 4.13 : Exemple de stitching du logiciel commercial.

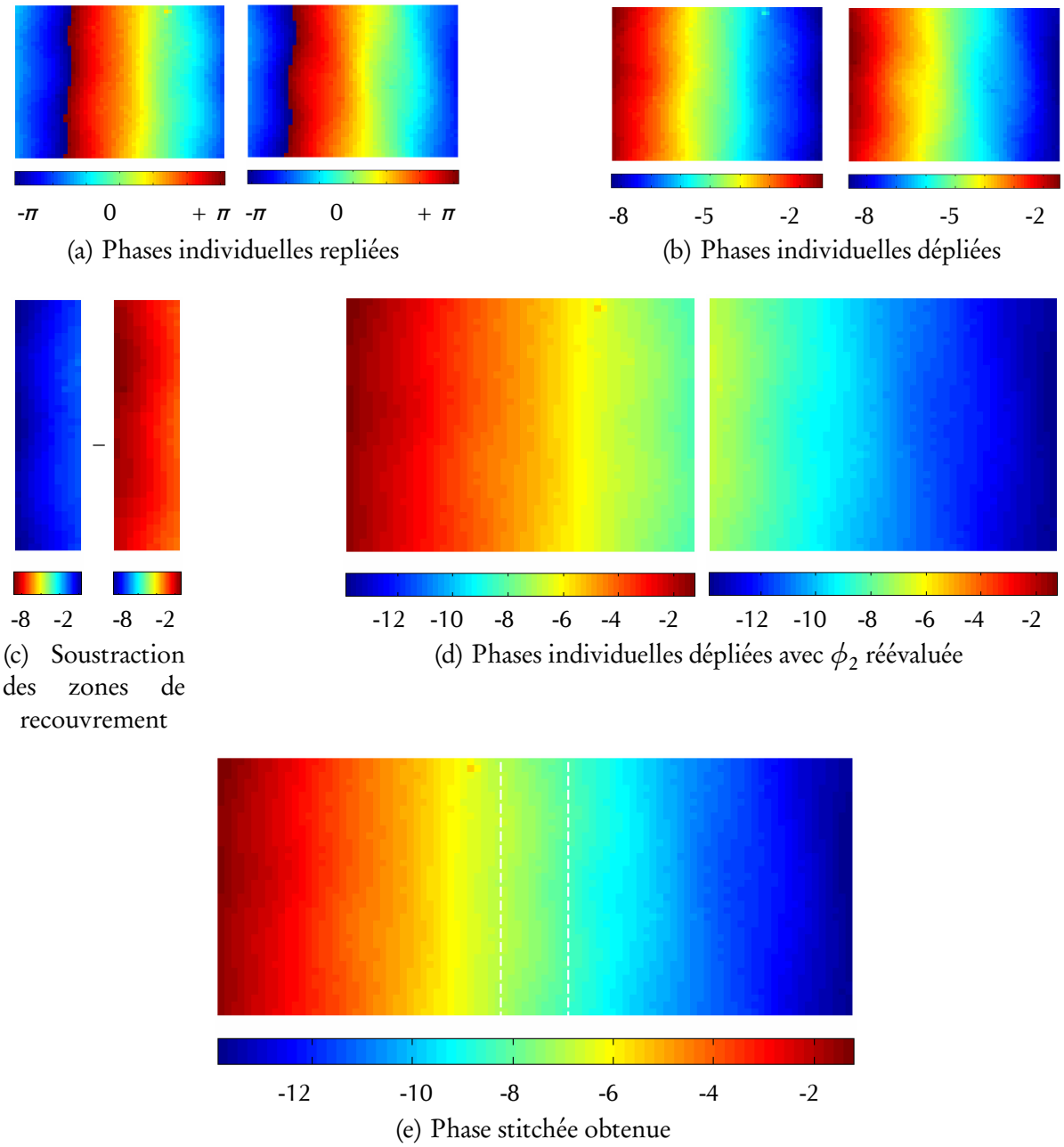
4.3.2.2 Solution proposée

La solution proposée consiste à recoller non pas les images de réseaux mais les cartes de phases qui en sont issues. Pour cela, la procédure qui suit est appliquée.

Tout d'abord, des images de différentes zones du réseau sont prises successivement grâce à la platine de déplacement du microscope. Ces zones doivent se recouvrir partiellement (au moins trois périodes de recouvrement dans la direction x ou y selon les cas) pour permettre le recollement ultérieur. Les phases des images individuelles de ces zones sont ensuite calculées selon x et y (fig. 4.14(a)[1]). Celles-ci sont dépliées à l'aide de l'algorithme de dépliement de base de matlab. Celui-ci balaie l'image dans la direction x puis dans la direction y et supprime les discontinuités dues au repliement en ajoutant ou en soustrayant 2π. Cet algorithme, assez peu performant, ne peut s'utiliser que pour des phases dont l'évolution est relativement linéaire (il est en particulier inadapté pour les phases à évolution radiale), ne présentant ni autres discontinuités que celles introduites par le repliement ni un niveau de bruit trop important. Il peut s'utiliser ici, les phases obtenues étant très régulières et assez peu bruitées (fig. 4.14(b)).

[1]La figure 4.14(a) montre des images issues de l'algorithme de décalage de phase spatial présentant uniquement un pixel par période ce qui explique la présence d'un seul saut de phase. Cette phase calculée peut être considérée comme le terme de moiré qu'il existe entre le signal périodique constitué par le réseau physique et le signal périodique de l'échantillonnage numérique.

La différence moyenne des valeurs des phases dans la zone de recouvrement de deux images est ensuite calculée (fig. 4.14(c)). Cette différence moyenne est alors soustraite à l'une des deux images de phase considérées (fig. 4.14(d)). La phase stitchée est recomposée en recollant les deux phases ainsi traitées (fig. 4.14(e)). La même procédure est ensuite appliquée à nouveau autant de fois qu'il est nécessaire pour reconstruire la phase stitchée totale.



(a) Phases individuelles repliées

(b) Phases individuelles dépliées

(c) Soustraction des zones de recouvrement

(d) Phases individuelles dépliées avec ϕ_2 réévaluée

(e) Phase stitchée obtenue

FIG. 4.14 : Principe du stitching sur les phases.

L'opération de soustraction d'une valeur constante qui est pratiquée sur les cartes de phase ne perturbe pas la détermination des cartes de déformation étant donné que ces phases subissent ensuite une soustraction entre elles pour déterminer le déplacement puis une dérivation numérique. Il a en outre été vérifié que ce recollement n'introduisait pas d'erreur de reconstruction dans la zone de recouvrement pour les cartes de déplacement puis de déformation. Il a également été vérifié que le niveau de résolution était le même.

On peut donc, à l'aide de cette procédure, obtenir des cartographies de déformation pour un champ très important (et potentiellement illimité) sans altérer les performances de la méthode. Il est à noter cependant que ceci impose une stabilité des essais dans les temps et qu'il n'est pas envisageable par exemple d'étudier des phénomènes dynamiques avec cette méthode.

4.3.2.3 Mise en œuvre (champ : 450×340 μm^2)

La solution proposée a été mise en œuvre pour un stitching 2×2 avec un recouvrement de 20 % soit, avec l'objectif ×50 et le zoom ×0,5, un champ d'observation de 450×340 μm^2.

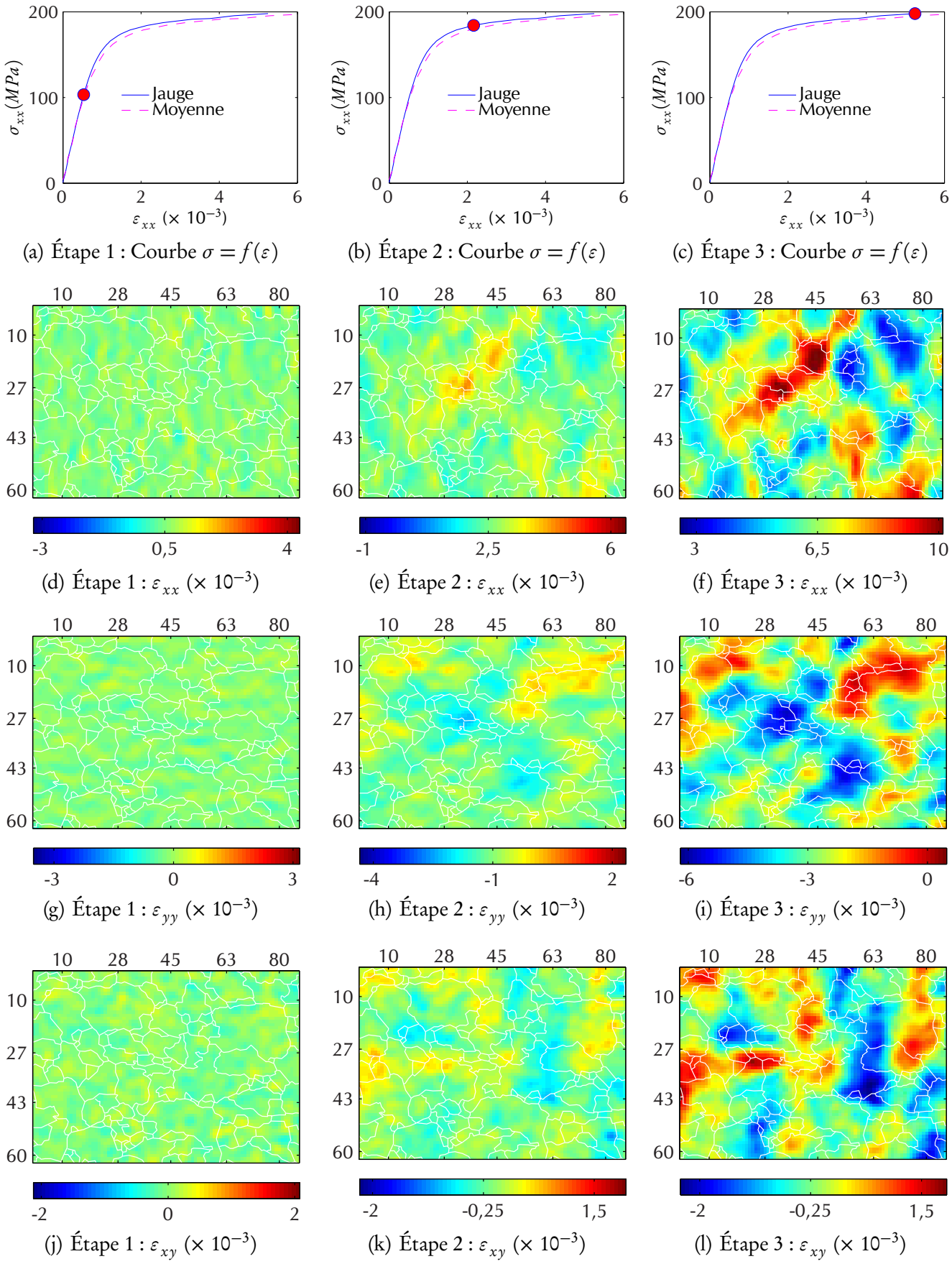
La figure 4.15 montre les résultats obtenus avec cette procédure. On peut constater que les cartes de déformation ne présentent pas de défauts apparents liés au recollement (comme des discontinuités par exemple). En outre, il a été vérifié que les cartes des déformations individuelles présentent la même répartition spatiale des localisations que la carte des déformations stitchée.

La technique de stitching proposée semble donc être adaptée à la présente méthode extensométrique. On s'est limité ici pour la tester à un stitching 2×2 mais la technique peut parfaitement être étendue à un plus grand nombre d'images individuelles initiales et rien n'empêche, *a priori*, de couvrir toute la largeur de l'éprouvette par exemple (en revanche, dans ce dernier cas, on se heurterait au problème de la qualité du réseau dans sa totalité).

4.3.2.4 Exploitation

Cet essai mécanique avec stitching apparaissant comme le plus pertinent en terme de résultats puisqu'il présente une très bonne résolution associée à un grand champ d'observation, celui-ci peut être exploité plus avant.

Déformations principales Il serait intéressant d'avoir accès non pas au tenseur des déformations dans le repère global (x, y) mais au tenseur des déformations dans un repère local lié à l'orientation cristallographique des grains du matériau. Pour cela, il faudrait connaître cette orientation par l'intermédiaire par exemple d'une analyse EBSD (pour *electron backscattered diffraction* ou diffraction des électrons rétrodiffusés) ce qui n'est pas possible dans



(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_{xx} (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_{xx} (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{yy} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{yy} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (k) Étape 2 : ε_{xy} (× 10^{-3}) (l) Étape 3 : ε_{xy} (× 10^{-3})

FIG. 4.15 : Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

l'état actuel des choses (l'équipement n'étant pas disponible). On peut alors à défaut calculer en chaque pixel le tenseur des déformations principales ainsi que l'orientation du repère principal $(1,2)$ par rapport au repère global (x,y)[2]. Il s'agit alors de déterminer la matrice de passage P telle que :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_I & 0 \\ 0 & \varepsilon_{II} \end{bmatrix}_{(1,2)} = P \times \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} \end{bmatrix}_{(x,y)} . \tag{4.1}$$

En diagonalisant la matrice des déformations dans le repère (x,y), il est aisé de démontrer que :

$$\begin{cases} \varepsilon_I &= \dfrac{1}{2}\left[\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \sqrt{\left(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}\right)^2 + 4\varepsilon_{xy}^2}\right] \\ \varepsilon_{II} &= \dfrac{1}{2}\left[\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} - \sqrt{\left(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}\right)^2 + 4\varepsilon_{xy}^2}\right] \end{cases} . \tag{4.2}$$

De même, on détermine l'angle φ que fait le repère $(1,2)$ avec le repère (x,y) :

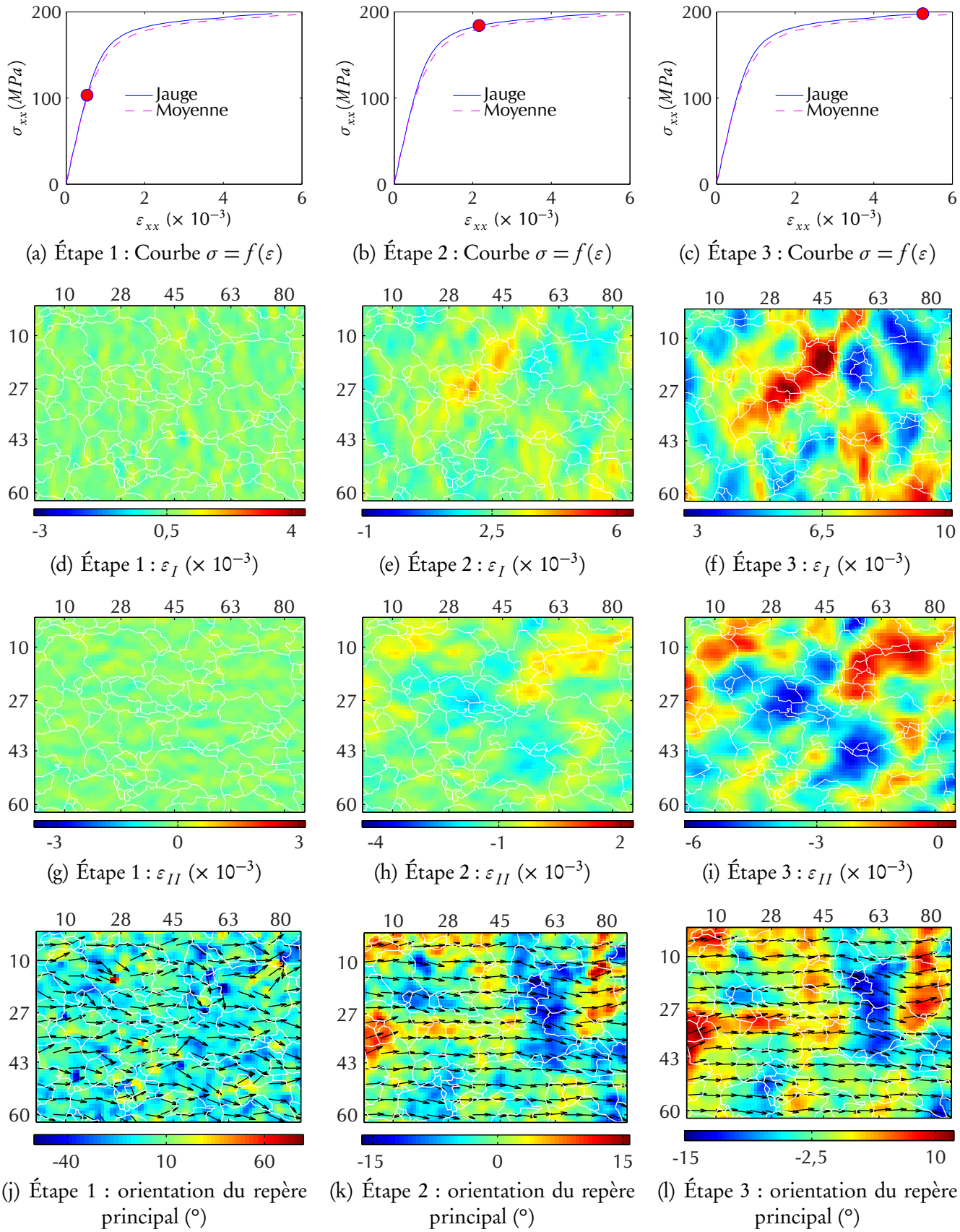
$$\varphi = \arctan\left[\frac{2\varepsilon_{xy}}{\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy} + \sqrt{\left(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}\right)^2 + 4\varepsilon_{xy}^2}}\right] . \tag{4.3}$$

La figure 4.16 montre les cartographies des déformations principales pour les trois étapes de chargement déjà présentées dans la figure 4.15 ainsi qu'une carte des orientations en degrés. Sur les cartes d'orientation ont été superposés des vecteurs qui représentent la direction 1 (l'angle que forme ces vecteurs avec l'horizontale est en fait le double de l'angle d'orientation du repère de manière à rendre les choses plus visibles, les angles étant très faibles).

Sur ces cartographies on peut observer que, mis à part la première étape pour laquelle le bruit domine, les cartes de ε_I et de ε_{II} correspondent presque exactement à ε_{xx} et ε_{yy}. En effet, les angles d'orientation sont très faibles comme le montre les cartes d'orientation sur cette même figure et n'excèdent pas en pratique $\pm 15°$. Par ailleurs, leur répartition spatiale correspond à la répartition spatiale de ε_{xy}.

On peut en déduire que l'état de déformation plan de la zone étudiée correspond à un état de contrainte quasi uniaxial et ce malgré l'hétérogénéité du matériau à cette échelle. Ce-

[2]Il est à noter que ce tenseur des déformations n'est pas réellement le tenseur des déformations principales puisqu'on ne connait pas les valeurs des déformations dans la direction z. Celui-ci ne correspondra au tenseur des déformations principales que si les valeurs des cisaillements ε_{xz} et ε_{yz} sont nulles ce qui est loin d'être assuré. Cependant, ces « déformations principales planes » doivent refléter la cinématique locale mieux que ne le font les déformations globales dans le repère (x,y).



(a) Étape 1 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (b) Étape 2 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ (c) Étape 3 : Courbe $\sigma = f(\varepsilon)$

(d) Étape 1 : ε_I (× 10^{-3}) (e) Étape 2 : ε_I (× 10^{-3}) (f) Étape 3 : ε_I (× 10^{-3})

(g) Étape 1 : ε_{II} (× 10^{-3}) (h) Étape 2 : ε_{II} (× 10^{-3}) (i) Étape 3 : ε_{II} (× 10^{-3})

(j) Étape 1 : orientation du repère principal (°) (k) Étape 2 : orientation du repère principal (°) (l) Étape 3 : orientation du repère principal (°)

FIG. 4.16 : Cartes des déformations principales (ε_I et ε_{II}) et de l'orientation du repère principal pour un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

pendant, il faut garder à l'esprit que cet acier a été écroui par laminage et qu'il n'est donc pas surprenant que les grains présentent tous une orientation des directions de déformations principales assez voisine, leur orientation cristalline se rapprochant d'une même direction. Il est envisagé, comme perspective à court terme, de réaliser un essai de traction sur une éprouvette en acier recuit qui sera au préalable écrouie de manière à s'affranchir des problèmes liés aux bandes de Piobert-Lüders.

Écart à la linéarité Pour tenter de déterminer à partir de quel moment du chargement les déformations deviennent non linéaires localement, il a été choisi de produire des cartographies de déformation représentant l'écart à la linéarité [71]. Pour cela, en chaque pixel, une régression linéaire sur les premières valeurs des déformations est réalisée (jusqu'à une contrainte normale de 70 MPa). Les valeurs de déformations élastiques sont ensuite extrapolées pour les étapes ultérieures du chargement (fig. 4.17). Il suffit alors de déterminer la déformation non linéaire en chaque pixel comme :

$$\varepsilon_{\text{non linéaire}} = \varepsilon_{\text{mesuré}} - \varepsilon_{\text{extrapolé}}. \tag{4.4}$$

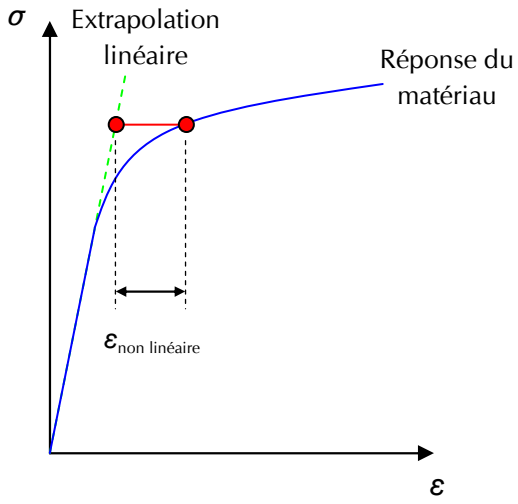
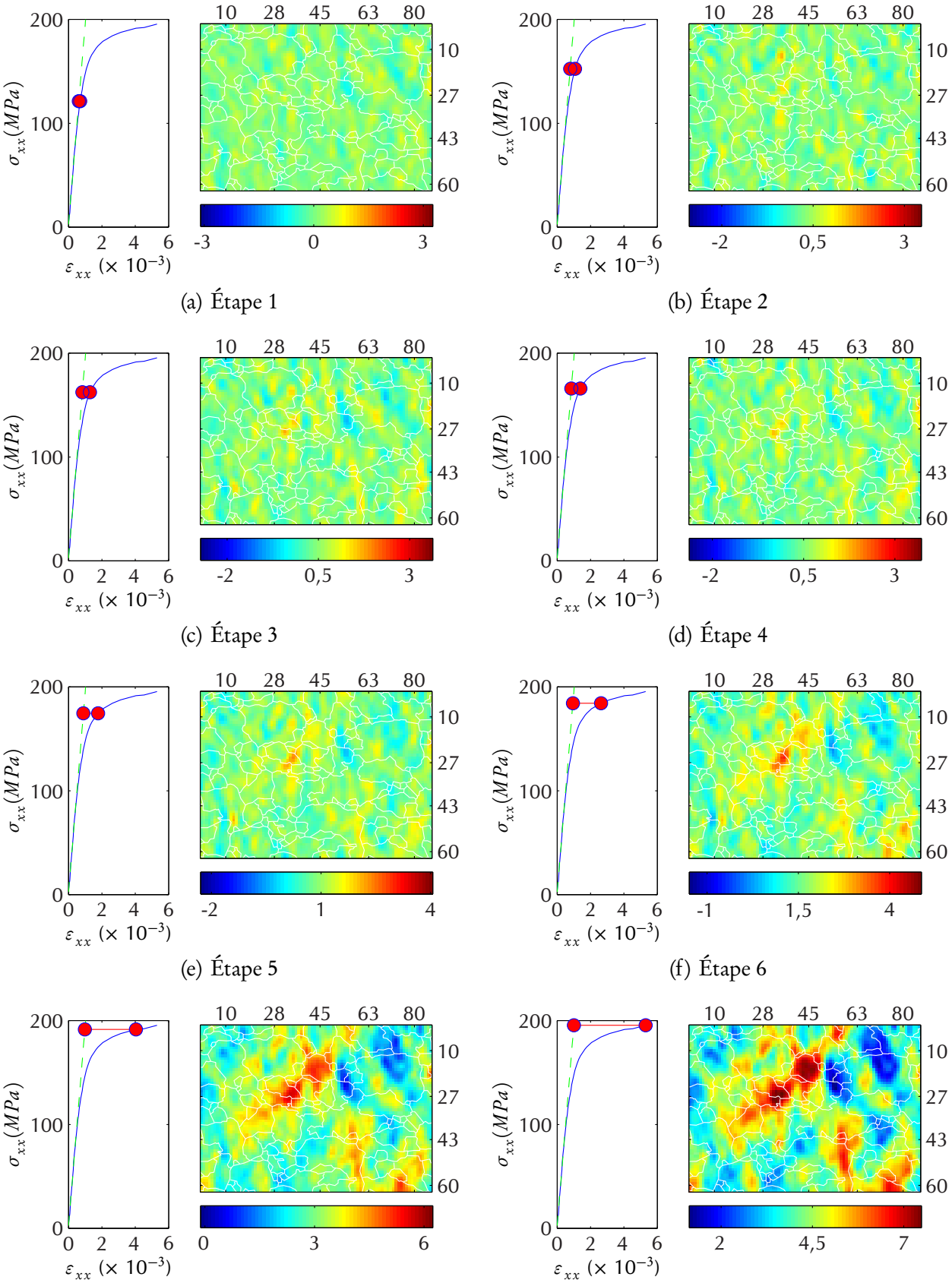


FIG. 4.17 : Principe du calcul de $\varepsilon_{\text{non linéaire}}$ pour une courbe contrainte/déformation 1D.

Les cartographies obtenues montrent une première localisation décelable pour une contrainte normale aux alentours de 160 MPa (fig. 4.18, étapes 3 et suivantes).

À la lumière de ces derniers résultats, il apparait comme possible de détecter, avec la méthode proposée, l'initiation de la non-linéarité plastique sans pouvoir cependant la localiser précisément du fait de la résolution. Ainsi, la figure 4.18(b) montre que la courbe contrainte/déformation moyenne entre dans une phase de comportement non linéaire sans



(a) Étape 1 (b) Étape 2

(c) Étape 3 (d) Étape 4

(e) Étape 5 (f) Étape 6

(g) Étape 7 (h) Étape 8

FIG. 4.18 : Cartes d'écart à la linéarité de ε_{xx} pour un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse).

qu'il soit possible de déterminer une quelconque localisation attribuable à une cause physique sur la cartographie correspondante (en effet, les « taches » qui peuvent y apparaître ne subsistent pas à l'étape suivante de chargement ce qui laisse penser qu'il s'agit d'un effet de bruit). Il faut attendre l'étape suivante (fig. 4.18(c)) et que la courbe contrainte/déformation moyenne s'écarte de manière plus franche de la linéarité pour commencer à détecter au niveau de la cartographie de réels phénomènes de localisation (phénomènes qui subsistent et s'amplifient aux étapes suivantes). Il serait donc envisageable dans la suite de ce projet d'étudier plus largement le comportement élasto-plastique local d'un matériau métallique afin de déterminer des zones de plastification privilégiées et, éventuellement, de corréler ces observations avec l'orientation cristalline (moyennant la disponibilité d'un système EBSD). En revanche, avec la résolution actuelle de la méthode, il n'est pas possible de conclure quant à la nature globale ou diffuse de l'initiation de la non linéarité plastique.

4.3.3 Notion de volume élémentaire représentatif (VER)

À l'aide de la méthode proposée, la question de l'augmentation du champ d'observation ayant été résolue, il serait intéressant de tenter une détermination expérimentale de la taille d'un volume élémentaire représentatif du matériau. En effet, la notion de VER est primordiale dès qu'il s'agit de déterminer, via des lois d'homégénéisation, les caractéristiques mécaniques globales d'un matériau à partir des données physiques de celui-ci à l'échelle de ses hétérogénéités. Or, concrètement, la taille du VER n'est jamais réellement connue mais bien souvent choisie de manière intuitive à partir d'hypothèses plus ou moins validées par des considérations statistiques. Dans ce contexte, une réponse expérimentale apportée par l'utilisation des mesures de champ à l'échelle locale serait d'un grand intéret pour la communauté.

Dans cette optique, et comme première piste de réflexion, les cartographies de déformation longitudinale ε_{xx} obtenues grace au stitching ont été « découpées » en 4 puis en 16. Les déformations moyennes ont ensuite été calculées sur les sous-régions ainsi formées et comparées avec la déformation moyenne obtenue pour le champ complet. La taille des sous-régions issues des découpages en 4 et en 16 sont respectivement 225×170 μm^2 et 113×85 μm^2 (sachant que les grains ont une taille caractéristique de l'ordre de 40/50 μm). Les différentes courbes déformation/contrainte sont montrées sur les figures 4.19 et 4.20. Pour chaque figure, le découpage, superposé à la microstructure, a été dessiné. Les zones correspondant aux déformations moyennes minimales et maximales sont indiquées à coté des courbes correspondantes.

On voit que pour les courbes correspondant au découpage par 4, l'écart maximal entre les déformations moyennes ainsi obtenues et la valeur de référence correspond à une erreur

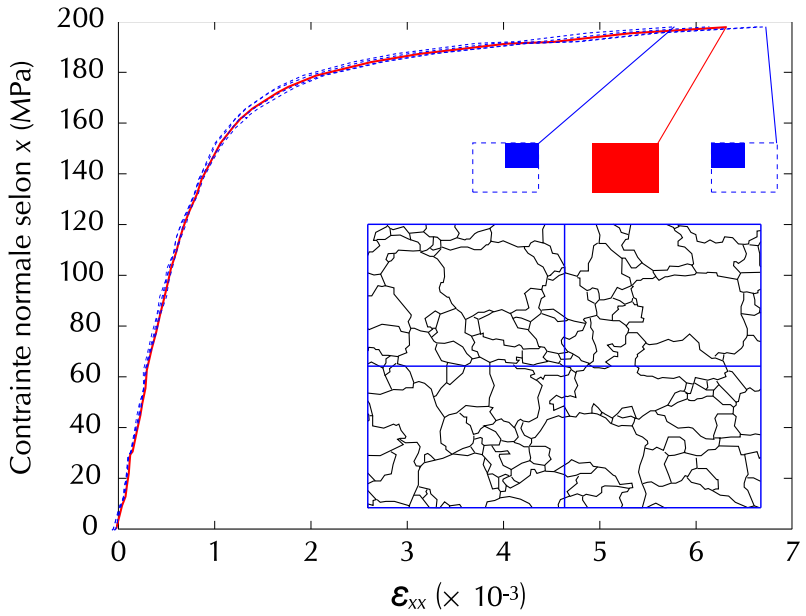


FIG. 4.19 : Courbes contrainte/déformation moyenne pour une taille de sous-région de 225×170 μm^2).

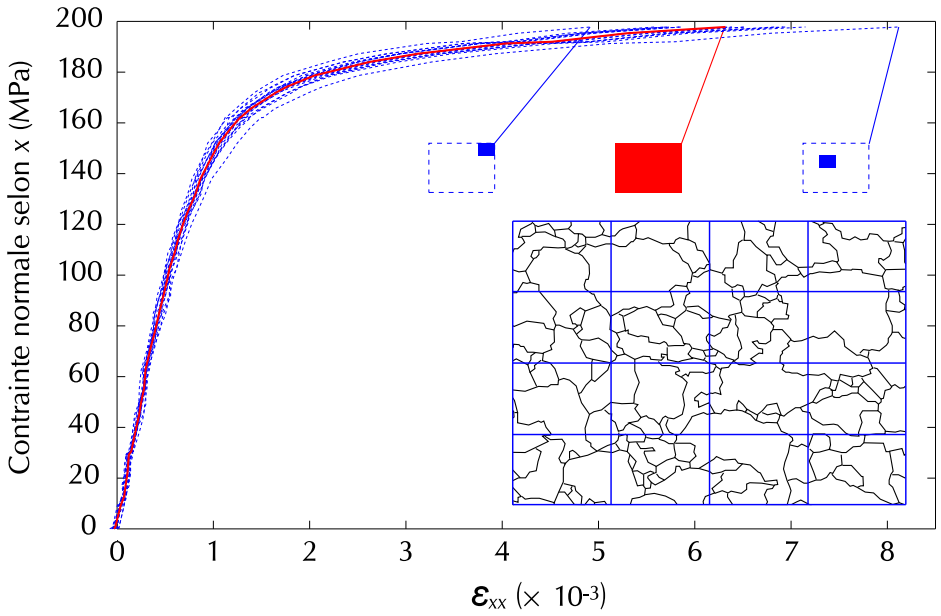
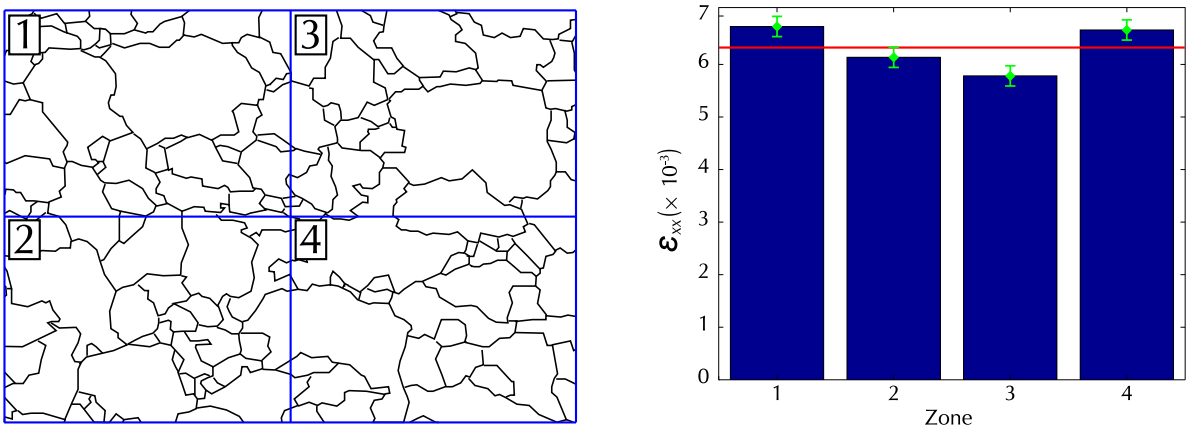


FIG. 4.20 : Courbes contrainte/déformation moyenne pour une taille de sous-région de 113×85 μm^2).

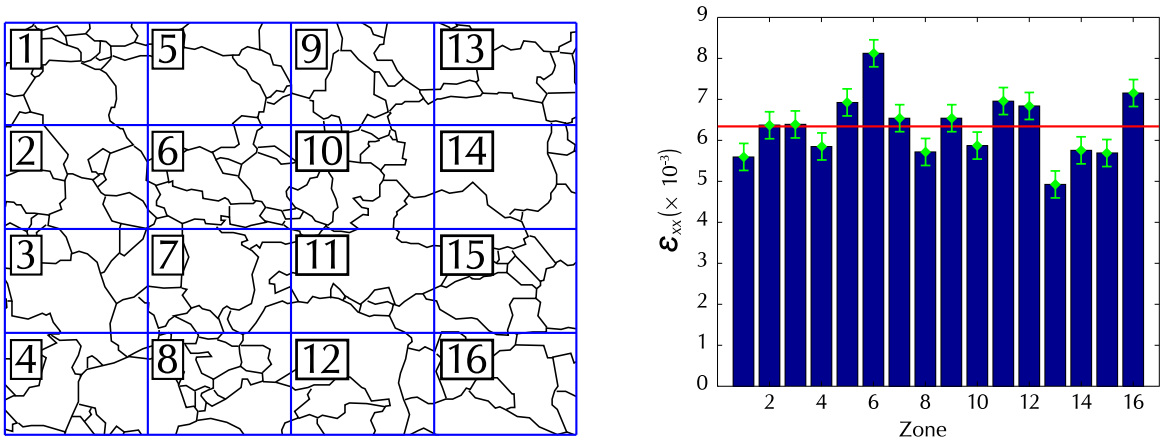
relative de 6 à 7 % ce qui reste encore relativement acceptable. En revanche, pour les courbes correspondant au découpage par 16, l'erreur maximale passe à 30 % ce qui permet d'affirmer avec certitude que ces régions sont de taille inférieure à la taille du VER. Cette affirmation est confortée par l'évaluation de l'incertitude de la mesure des déformations moyennes pour les

sous-régions estimée à partir de la résolution en déformation de la méthode. Les figures 4.21 et 4.22 montrent des histogrammes des valeurs de déformation moyenne obtenues à la dernière étape de chargement pour chaque sous-région. Sur ces figures sont superposées des barres d'erreur ainsi qu'une droite représentant la valeur de référence. Il en ressort que les écarts constatés entres les valeurs de déformation des sous-régions et la valeur de référence globale ne peuvent pas être attribués au bruit.



(a) Position (b) Histogramme

FIG. 4.21 : Valeurs des déformations moyennes des sous-régions de taille 225×170 μm^2 pour la dernière étape de chargement.



(a) Position (b) Histogramme

FIG. 4.22 : Valeurs des déformations moyennes des sous-régions de taille 113×85 μm^2 pour la dernière étape de chargement.

Par cette première approche, on peut supposer que la taille du VER se situe entre le plein champ et la taille des régions issues du découpage par 4 (ce qui correspondrait à environ une

trentaine de grains). Cependant, pour tirer une conclusion définitive, il faudrait envisager d'étudier cette taille de VER sur un champ bien plus important et de prendre les déformations moyennes de sous-régions de tailles croissantes jusqu'à converger vers la valeur de référence. En outre, il faudrait également étudier plusieurs cas de chargement pour vérifier la répétabilité de cette taille. La méthode proposée pourra être mise en œuvre à cette fin dans un futur proche.

4.4 Problèmes de tenue de réseaux — Perspectives d'amélioration

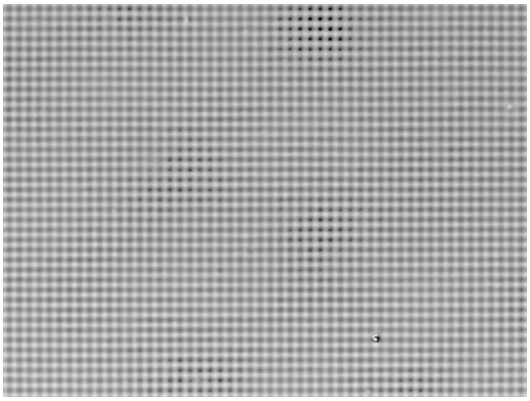
4.4.1 Fissuration de la résine

Au cours d'un essai de traction, une apparition de fissures au niveau de la résine photosensible est observée dès 1 % de déformation longitudinale globale. Ces fissures, dans un premier temps, ne perturbent pas les cartes de phase et de déplacement. En revanche, aux alentours de 1,3 % de déformation longitudinale globale, ces fissures commencent à avoir une incidence sur la détermination de la phase et, donc, sur celle du déplacement.

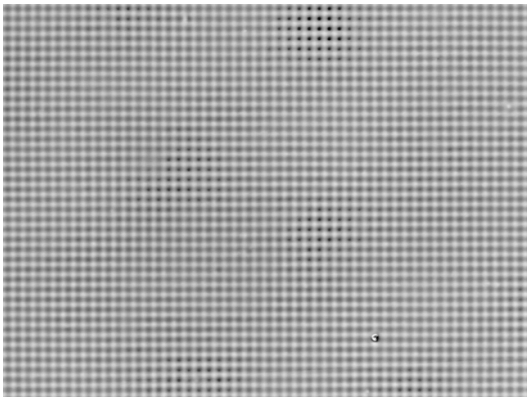
La figure 4.23 montre les images d'un réseau observé au microscope interférométrique en lumière blanche pour différentes étapes de chargement et la figure 4.24 montre des profils extraits de ces images. Ce réseau présente des fissures assez importantes pour la dernière étape de chargement ($\varepsilon_{xx_{\text{moy}}} \simeq 1,5$ %) puisqu'on observe même une perte d'information au niveau de l'une d'entre elles due à des points non mesurés (ce qui est particulièrement mis en évidence au niveau du profil extrait fig. 4.24(d)). En outre, on peut observer sur ces deux figures qu'au cours de l'essai, les profils évoluent et deviennent de plus en plus perturbés. Ceci s'explique aisément par un effet de Poisson dans la direction z qui induit une déformation $\varepsilon_{zz_{\text{moy}}} \simeq 0,5 \times \varepsilon_{zz_{\text{moy}}}$ dans la zone élasto-plastique soit $\varepsilon_{zz_{\text{moy}}} \simeq 7,5 \times 10^{-3}$ pour la dernière étape (conduisant à des variations de profil égales à cette valeur multipliée par la taille moyenne d'un grain, 50 μm, soit environ 350 nm de variation, ce qui est compatible avec ce qui est observé sur la figure 4.24(d)).

La figure 4.25 quant à elle montre une carte de déplacement incrémental selon x également pour 1,5 % de déformation ainsi que trois profils extraits. On peut alors observer les perturbations qu'engendrent ces fissures au niveau du déplacement et donc, à terme, de la déformation calculée.

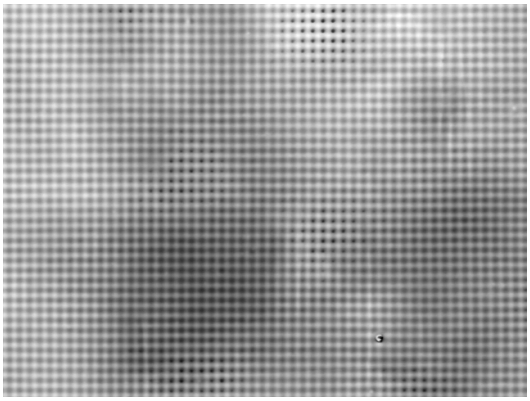
Ce problème de fissuration apparait donc comme limitant pour l'étude mécanique. En effet, on ne peut plus vraiment espérer réaliser une mesure valide au-delà d'environ 1,5 % de déformation longitudinale globale et on ne peut pas non plus espérer avoir une mesure fiable



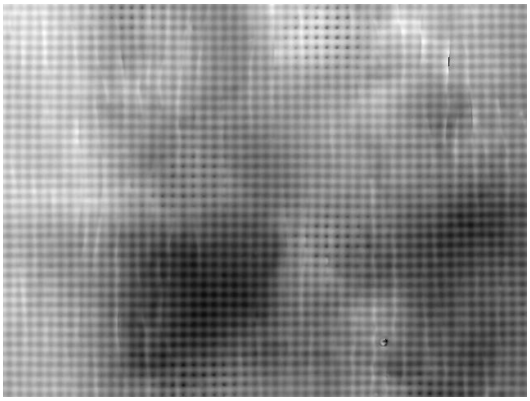
(a) $\varepsilon_{xx_{\text{moy}}} \simeq 0$



(b) $\varepsilon_{xx_{\text{moy}}} \simeq 4 \times 10^{-4}$



(c) $\varepsilon_{xx_{\text{moy}}} \simeq 1,5 \times 10^{-3}$



(d) $\varepsilon_{xx_{\text{moy}}} \simeq 1,5 \times 10^{-2}$

FIG. 4.23 : Images d'un réseau déformé pour différentes étapes du chargement.

en dessous de 1 à 2×10^{-3} de déformation globale à cause de la résolution de la méthode. La fenêtre d'étude est donc donc relativement réduite.

Il a alors été envisagé plusieurs pistes de réflexion pour tenter d'améliorer la tenue des réseaux vis à vis de la déformation ; les prochaines sections s'attachent à les présenter.

4.4.2 Augmentation de l'épaisseur de la résine

La première solution envisagée a été l'augmentation de l'épaisseur de résine. En effet, si la résine est plus épaisse, on peut penser qu'elle sera moins susceptible de se fissurer sous contrainte. Pour cela, une résine épaisse a été utilisée à savoir la résine photosensible de marque Clariant AZ 4562. Celle-ci présente une sensibilité à la même gamme de longueurs d'ondes que la résine S1813 mais possède une épaisseur finale environ six fois plus importante. Le tableau 4.2 montre l'épaisseur obtenue en fonction de la vitesse de centrifugation (données fournies par le fabricant).

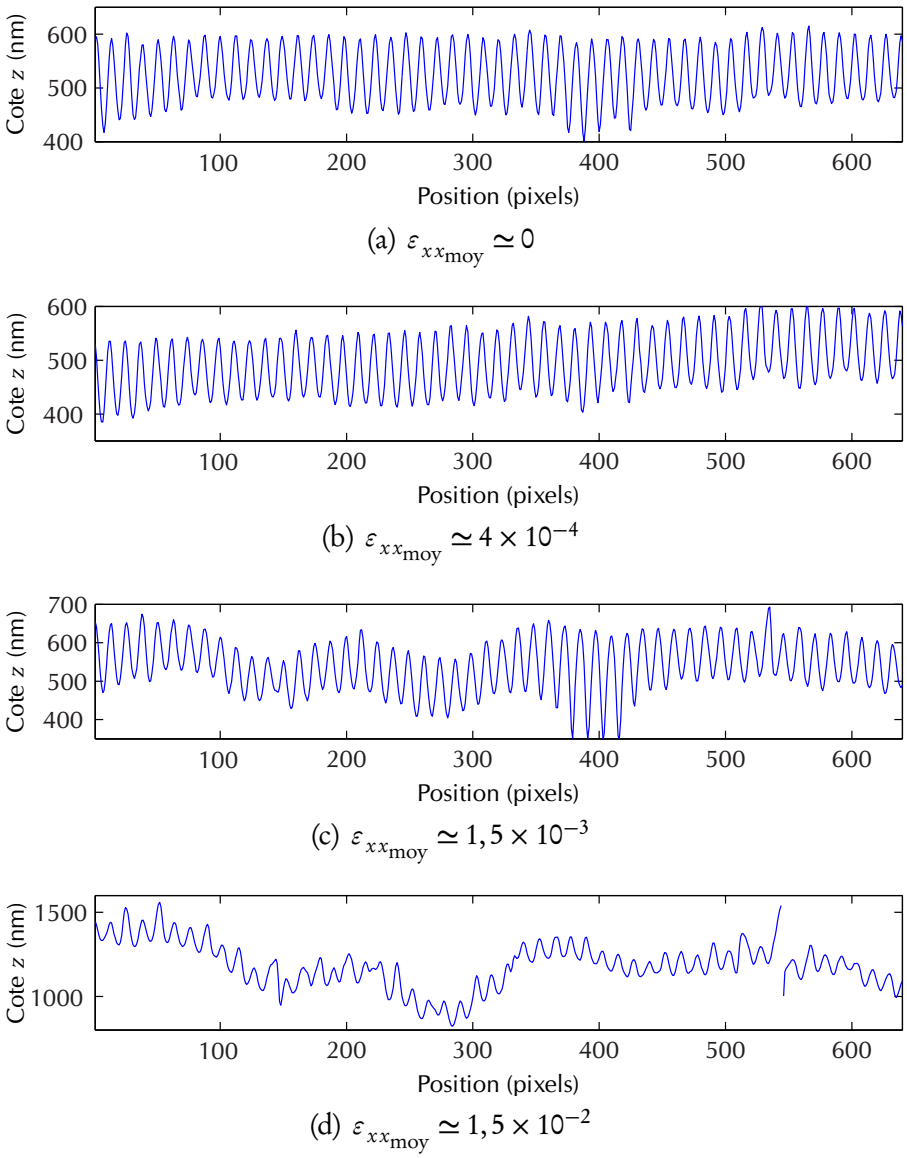
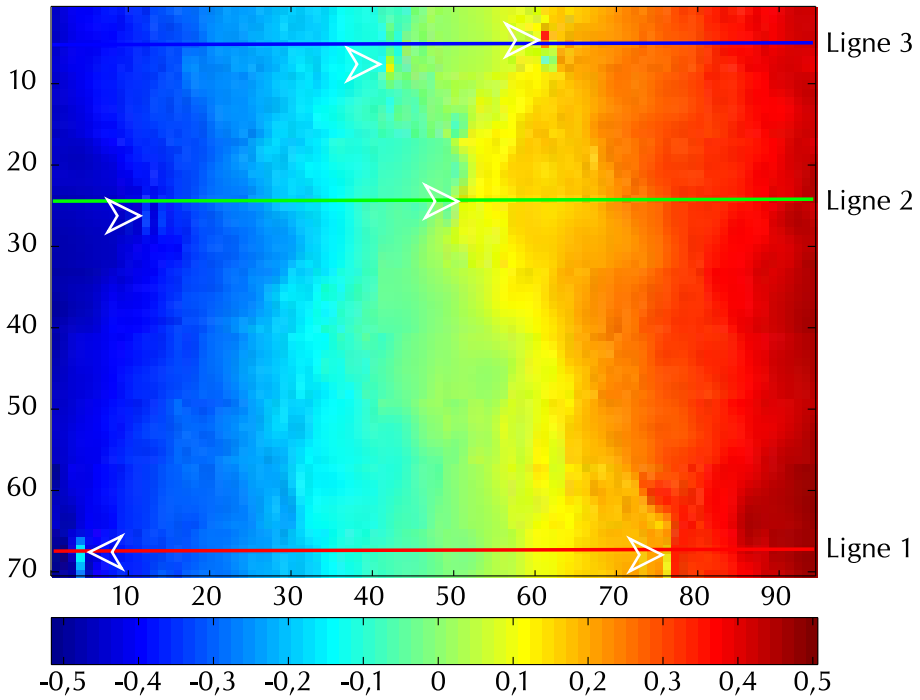


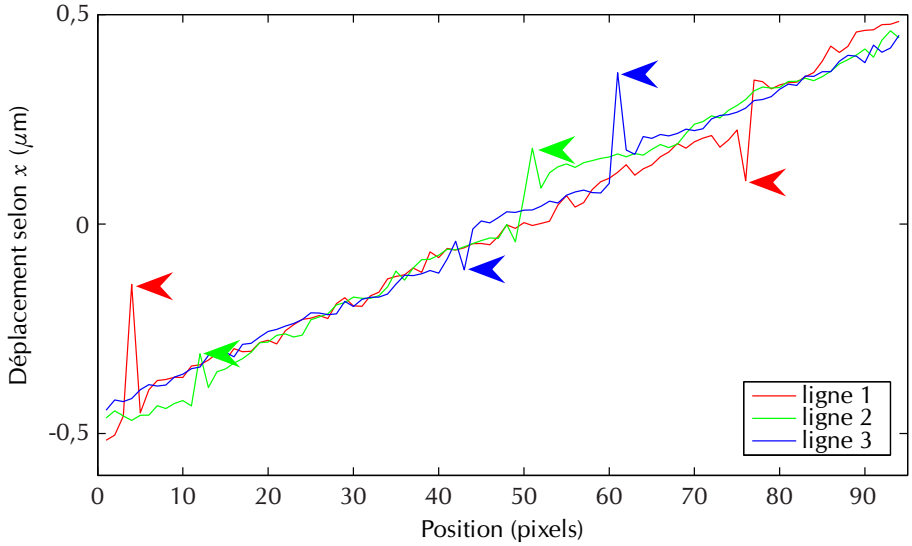
FIG. 4.24 : Profils issus d'un réseau déformé pour différentes étapes du chargement.

La même intensité d'exposition que pour la résine S1813 a été retenue, le réseau obtenu présentant un bon rapport signal sur bruit. Pour révéler le réseau, le développeur de marque Clariant AZ 351B a été utilisé, dilué à hauteur de 1 volume de développeur pour 5 volumes d'eau distillée. Par ailleurs, les mêmes paramètres que ceux exposés à la section 2.2.3 ont été conservés.

L'essai mécanique qui s'en est suivi n'a pas montré d'amélioration de la tenue du réseau : les premières fissures apparaissent toujours pour une déformation ε_{xx} globale d'environ 1 % avec une détérioration sensible des résultats aux environs de 1,5 %. Ceci peut s'expliquer par le fait que, quelle que soit son épaisseur, la résine possède la même limite à rupture en



(a) Carte u_x



(b) Profils extraits

FIG. 4.25 : Carte u_x incrémentale correspondant à une déformation globale de 1,5 % et profil extrait.

terme de déformation. On retrouve donc les mêmes phénomènes pour une même valeur de déformation globale.

TAB. 4.2 : Épaisseur de la couche de résine Clariant AZ 4562 en fonction de la vitesse de centrifugation.

Vitesse de rotation (tr/min)	2000	3000	4000	5000	6000
Épaisseur de la couche de résine (μm)	8,77	7,16	6,20	5,55	5,06

4.4.3 Réseaux gravés

Une solution pour améliorer la tenue des réseaux serait de ne plus les réaliser sur une couche de résine ajoutée au substrat mais de les « attacher » directement à ce dernier. Ceci est rendu possible par les gravures humides — par l'intermédiaire d'une solution chimique — ou sèches — par faisceaux d'ions ou plasma — (voir la section 2.1).

Il a donc été entrepris de réaliser des réseaux gravés à l'aide d'un système de gravure sèche IBE/RIE (IBE pour *ion beam etching* ou gravure par faisceau d'ions ; RIE pour *reactive ion etching* ou gravure par plasma ionique). Pour cela, le réseau obtenu par photolithographie interférentielle sur la résine photosensible est utilisé comme masque (ce qui impose une insolation plus importante pour mettre à nu le métal en certains endroits du motif que le plasma se charge d'attaquer). Un premier réseau a été ainsi obtenu (fig. 4.26).

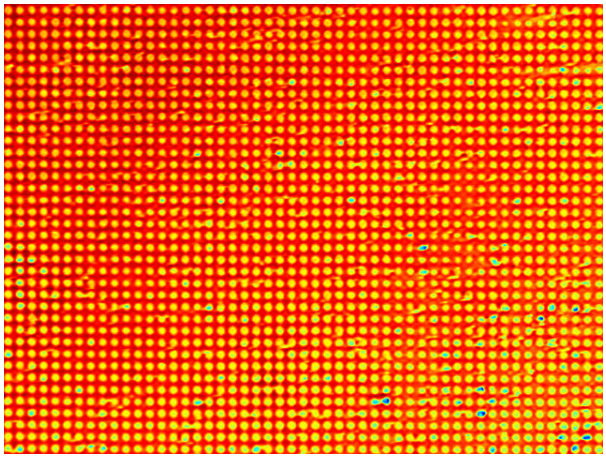


FIG. 4.26 : Réseau gravé observé au microscope interférométrique en lumière blanche (Objectif : ×50 ; zoom : ×0,5).

Cependant, si avec ce type de gravure on s'affranchit du problème de tenue de la résine photosensible et qu'on est, *a priori*, en mesure d'étudier une gamme plus large de déformation, on se trouve également confronté aux problèmes engendrés par tous les défauts de la surface métallique nue (inclusions, rayures de polissage) qui peuvent diminuer de manière significative le rapport signal sur bruit. Si on applique un déplacement de corps rigide numérique à des images d'un tel réseau gravé, on constate que la résolution en déplacement

devient rapidement insuffisante pour étudier les phénomènes que l'on souhaite étudier à l'échelle micrométrique. Ainsi, la figure 4.27 montre l'évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau gravé en fonction du déplacement imposé. Il apparaît très nettement que le niveau de bruit devient très vite important, en particulier sur la cartographie u_y où cet écart type prend une valeur de 2,5 % du pas après un déplacement imposé égal au pas du réseau (à comparer avec les 0,6 % de la figure 3.14 par exemple).

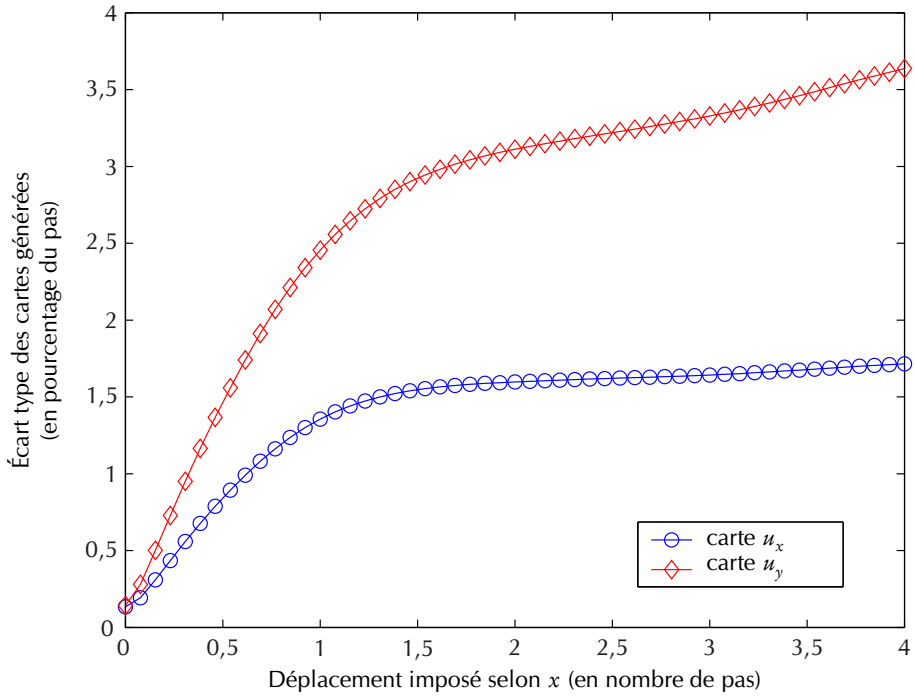


FIG. 4.27 : Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau gravé en fonction du déplacement numérique imposé selon x.

Cette solution des réseaux gravés n'est donc pas directement applicable dans l'état mais reste envisageable comme perspective, moyennant un effort particulier sur l'amélioration de la qualité de la surface métallique étudiée (via un polissage électrolytique par exemple).

4.4.4 Corrélation d'images

Une autre solution, plus radicale, pour augmenter la gamme de déformations étudiée serait d'utiliser une autre technique de mesure de champs que la méthode de la grille qui ne nécessiterait pas de préparation particulière de la surface, à savoir la corrélation d'images numériques.

Dans cette optique, une première étude de résolution de la corrélation d'images associée à la microscopie interférométrique en lumière blanche a été entreprise. Pour cela, une éprouvette légèrement pré-polie de manière à obtenir une surface présentant un relief le plus aléa-

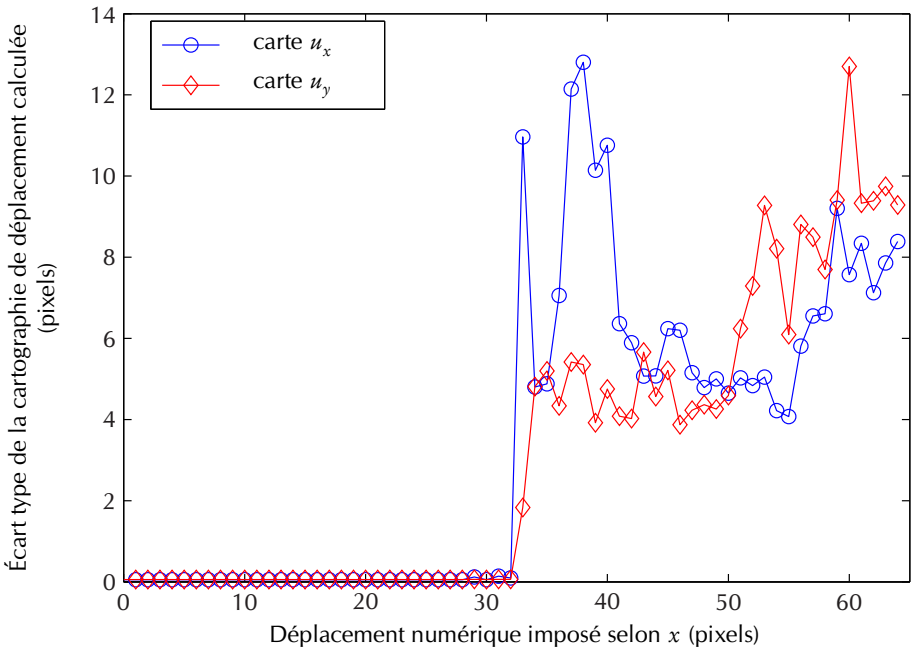
toire possible a été utilisée. L'algorithme de corrélation était celui du logiciel commercial CORRELI^{LMT}. Une série de déplacements de corps rigide numériques dans la direction x a alors été appliquée sur deux images de la surface issues du microscope interférométrique de manière à comparer les performances de la corrélation d'images à celles de la méthode de la grille.

Le logiciel CORRELI^{LMT} permet de choisir la taille des sous-régions sur lesquelles s'effectue la minimisation du coefficient de corrélation. Le meilleur compromis entre résolution en déplacement et résolution spatiale est obtenu pour une taille de sous-région de 16 pixels. Les valeurs de déplacements sont bien retrouvées avec un écart type constant d'environ 0,05 pixels pour les deux cartographies et ce jusqu'à un déplacement imposé égal à 28 pixels au-delà duquel il y a décorrélation (fig. 4.28).

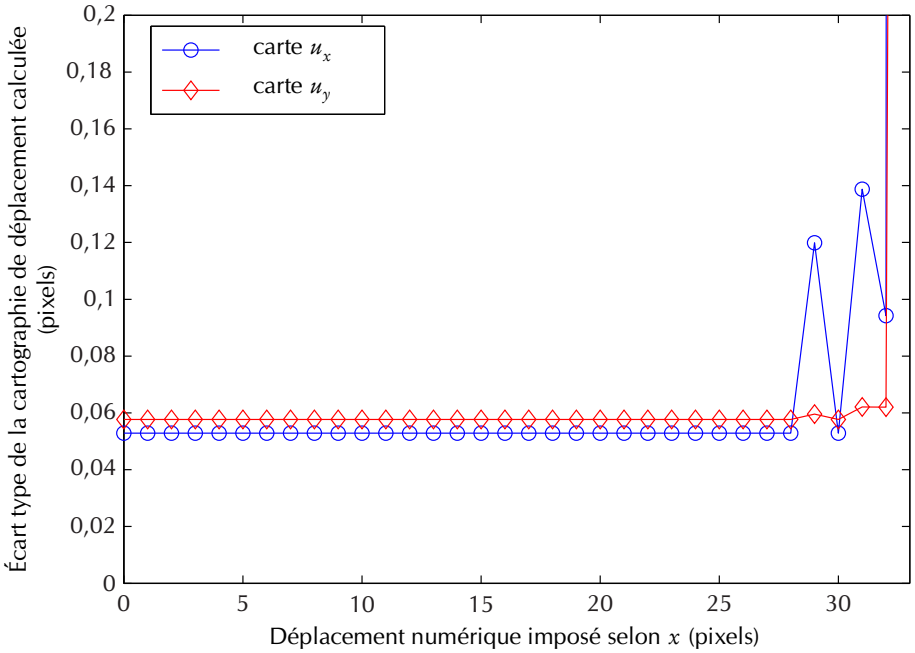
Ces valeurs d'écarts types, et donc de résolutions, sont à comparer avec les résultats obtenus avec la méthode de la grille. Dans les meilleures conditions, on obtient un écart type égal à 0,14 % du pas du réseau ce qui correspond, pour un échantillonnage à 12 pixels par période (ce qui a été utilisé pour les essais mécaniques à l'aide de l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5) à 0,02 pixels. Les performances de la méthode de la grille restent donc supérieures mais, cependant, cet écart type augmente très vite avec le déplacement de corps rigide ce qui a déjà été souligné à plusieurs reprises. En outre, les cartes de déplacements de corps rigide numériques issues de cette dernière méthode ne présentent pas un niveau de corrélation spatial du bruit notable tel que ce qui est observé avec la méthode de la grille (fig. 4.29).

Dans ce contexte, il serait intéressant dans la suite de ce projet de réaliser un essai mécanique en utilisant la corrélation d'images ce qui permettrait de comparer plus finement les performances respectives des deux approches et d'étudier une plus large gamme de déformations à condition de contenir les déplacements incrémentaux en deçà de la limite de décorrélation.

Néanmoins, telle qu'exploitée ici, la corrélation d'images numériques ne permet pas l'observation de la microstructure, la surface ne devant être ni polie ni attaquée chimiquement pour conserver un profil détectable et suffisamment aléatoire (les essais qui ont été réalisés avec une surface polie miroir ou une surface attaquée chimiquement ont abouti à des performances très faibles voire à une erreur de calcul renvoyée par l'algorithme de corrélation). Il n'est pas envisageable non plus d'effectuer une observation en temps différé comme réalisée dans ce travail, l'opération de polissage et d'attaque chimique nécessairement effectuée entre l'essai mécanique et l'observation de la microstructure pouvant conduire à une modification de la microstructure en surface (suppression des grains superficiels par le polissage). Ceci explique qu'à l'échelle micrométrique, la corrélation d'images numériques nécessite également

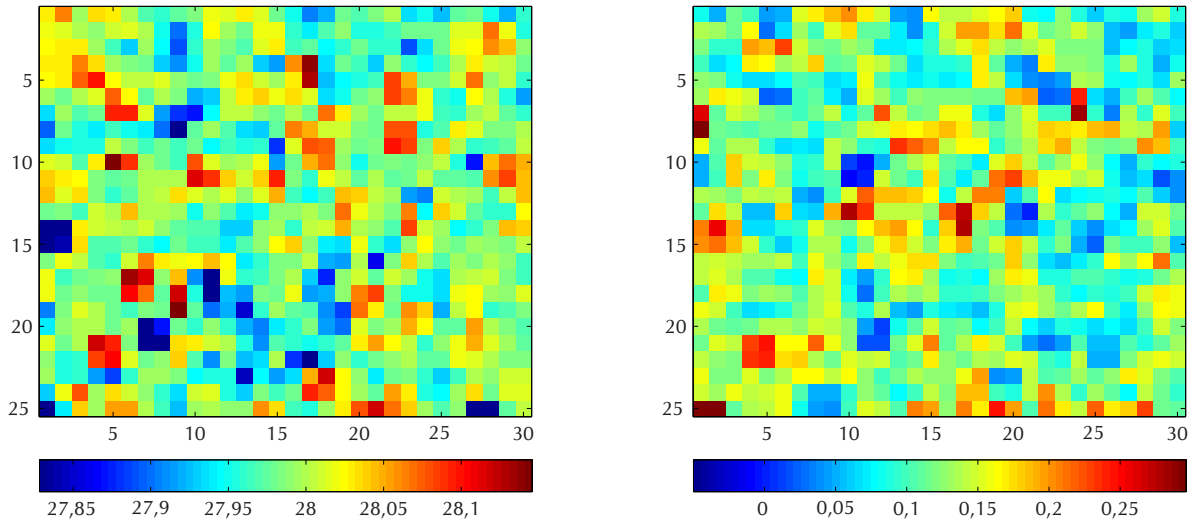


(a) Vue d'ensemble



(b) Vue de détail

FIG. 4.28 : Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un motif aléatoire traité par corrélation d'images numériques en fonction du déplacement numérique imposé selon x.



(a) Carte u_x (b) Carte u_y

FIG. 4.29 : Cartes de déplacements issues de la corrélation d'images numériques pour un déplacement de corps rigide imposé selon x de 28 pixels.

l'utilisation de réseaux ; ces réseaux sont constitués de traits, suffisamment fins pour laisser visible la microstructure, sur lesquels s'effectue la corrélation [46, 57].

4.4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, une première application mécanique de la présente méthode de mesure de champs cinématiques à l'échelle micrométrique a été proposée. Il s'agit d'un essai de traction sur une éprouvette en acier ferritique. Celui-ci a permis de mettre en évidence un certain nombre de problèmes expérimentaux et de raffiner la méthode (élimination des mouvements de corps rigide aboutissant à l'obtention d'une très bonne résolution, observation de la microstructure de la zone étudiée). L'une des limitations majeures de la méthode, à savoir, le faible champ d'observation, a été dépassée grace à la mise au point d'une méthode de recollement d'images adaptée au calcul des cartes de déformations. Celle-ci permet en effet d'augmenter le champ de mesure de manière très flexible et potentiellement illimitée. Cette dernière étape a permis une première approche expérimentale de la notion de volume élémentaire représentatif.

Un problème de taille, auquel il faudra s'atteler dans la suite de ce projet, subsiste, à savoir, la limitation de la gamme d'étude des déformations à une valeur maximale pour ε_{xx} d'environ 1,5 % du fait de l'apparition de fissures au niveau de la résine pour ce niveau. Plusieurs pistes ont été envisagées qui devront être exploitées prochainement.

Malgré tout, la méthode proposée est validée puisqu'elle permet de mesurer avec une bonne résolution des champs de déformation à l'échelle micrométrique et d'en identifier à partir d'un certain seuil les phénomènes locaux.

Conclusion et perspectives

Dans ce travail a été présenté le développement d'une méthode de mesure de champs de déformation à l'échelle micrométrique. Après une revue de l'état de l'art, il a été choisi d'adapter la *méthode de la grille*, bien connue à l'échelle macroscopique, associée à une numérisation par un microscope interférométrique en lumière blanche. À cette fin, des réseaux doivent être réalisés sur la surface de l'éprouvette à tester. La technique de *photolithographie interférentielle directe* a été appliquée. Pour cela, un banc optique de réalisation des réseaux micrométriques a été mis en place. Les paramètres gouvernant l'obtention des réseaux ont été optimisés afin d'obtenir un profil de ceux-ci le plus sinusoïdal possible en vue de maximiser les performances de la méthode en terme de résolution en déplacement. Il a été constaté une augmentation du niveau de bruit avec le déplacement de corps rigide ainsi qu'une corrélation spatiale de ce bruit. L'origine de ce phénomène n'a pas été clairement déterminée. Cependant, il est apparu nécessaire de contenir le déplacement de corps rigide lors d'un essai mécanique dans des limites très serrées afin de réaliser une mesure avec suffisamment de résolution pour pouvoir mettre en évidence les phénomènes de localisation qu'on se propose d'étudier. Une machine de traction miniature a alors été conçue et fabriquée pour réaliser les essais mécaniques *in situ*. Sa chaîne cinématique symétrique a permis en partie de limiter les déplacements de corps rigide (ceux qui pouvaient subsister ont été corrigés à chaque incrément de charge). Les premiers essais mécaniques ont enfin été réalisés. La technique de microextensométrie présentée dans ce travail a alors montré sa capacité à étudier les phénomènes locaux mis en jeu au sein de matériaux micro-hétérogènes tel que peut l'être un alliage métallique polycristallin. Son principal atout est de permettre une étude quantitative des déformations planes d'une surface d'intérêt pouvant être de grande taille (grâce à la technique de recollement d'images qui a été développée et mise en œuvre) avec une résolution en déformation allant de 10^{-3} à 2×10^{-3} pour une résolution spatiale d'environ 20 μm. En outre, il a été montré qu'avec un minimum de soin et de rigueur apporté à la réalisation des essais mécaniques *in situ* à l'aide du microscope interférométrique en lumière blanche, il est possible d'observer la microstructure de l'acier étudié une fois l'essai mécanique réalisé et de

la faire finalement apparaître sur les cartographies de déformations afin de pouvoir corréler les phénomènes de localisation à la répartition des grains du polycristal.

La phase d'exploration et de développement de la méthode est donc maintenant achevée même s'il reste quelques améliorations à apporter en termes de résolution et de tenue des réseaux micrométriques. La phase d'applications peut maintenant commencer et, sur ce point, les perspectives sont nombreuses.

En premier lieu, cette technique pourra être prochainement mise en œuvre dans le cadre d'une étude des phénomènes régissant la fatigue à grand nombre de cycles, application pour laquelle elle avait été initialement développée. Pour cela, un nouveau travail de thèse débute au sein du laboratoire. Celui-ci vise à coupler l'étude thermique réalisée par ailleurs [70] avec les résultats micromécaniques de ce présent travail de thèse afin de pouvoir proposer un modèle thermomécanique robuste de l'endommagement des matériaux métalliques sous sollicitations cycliques.

D'autres applications sont également envisagées à moyen terme.

- Une étude du comportement de l'interface d'une éprouvette en alliage d'aluminium sur laquelle a été collée sur chaque face un composite carbone/époxyde unidirectionnel dans le cadre d'une collaboration avec le LaMI de l'université de Clermont-Ferrand. Pour cette application, il sera nécessaire de résoudre le problème de la tenue des réseaux, les déformations ayant lieu au niveau du joint de colle étant potentiellement importantes.
- Une étude de la tranche d'éprouvettes en acier présentant un gradient de propriétés microstructurales dans l'épaisseur (partenariat avec l'Université de Technologie de Troyes). Ce gradient de propriétés est obtenu soit par procédé SMAT (pour *surface mechanical attrition treatment* ou traitement de surface par attrition) soit par procédé SMAT couplé à un colaminage, la répartition des tailles de grains étant plus compliquée dans ce deuxième cas. La résolution spatiale souhaitée pour cette application étant plus faible, le microscope interférométrique en lumière blanche n'est plus adapté et il faudra envisager une autre méthode de numérisation comme, par exemple, le microscope à force atomique.
- L'étude des déformations de chemises de carters cylindre lors du procédé de rodage subi au cours de leur fabrication (collaboration avec la société allemande NAGEL, spécialisée dans les machines outils et produits abrasifs). Pour cette application, les réseaux gravés devront être utilisés, la résine photosensible ayant tendance à se décoller au cours de l'opération de rodage (ce qui a été démontré au lors d'une étude de faisabilité). Il sera donc nécessaire d'améliorer l'état de surface de la zone étudiée avant traitement de manière à réduire le bruit de mesure pour l'heure trop important avec les réseaux gravés.

Bibliographie

[1] R. D. RAJAONA et P. SULMONT : « A method of spectral analysis applied to periodic and pseudoperiodic signals ». *Journal of Computational Physics*, 61:186–193, 1985.

[2] F. BRÉMAND, J.C. DUPRÉ et A. LAGARDE : « Non-contact and non-disturbing local strain measurement methods. I. Principle ». *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 11:349–366, 1992.

[3] R. ROTINAT, R. TIÉ, V. VALLE et J.-C. DUPRÉ : « Three optical procedures for local large-strain measurement ». *Strain*, 37:89–98, 2001.

[4] I. AMIDROR : *The Theory of the Moiré Phenomenon*. Kluwer Academic Publishers, 1999.

[5] V.S. PARKS : Geometric moiré. In *Handbook on experimental mechanics*. A.S. Kobayashi, 1993. seconde édition, ISBN : 1-56081-640-6.

[6] D.T. READ, J.W. DALLY et M. SZANTO : « Scanning moiré at high magnification using optical methods ». *Experimental Mechanics*, 33:110–116, 1993.

[7] D.T. READ et J.W. DALLY : « Theory of electron beam moiré ». *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 101:47–61, 1996.

[8] J.W. DALLY et D.T. READ : « Electron beam moiré ». *Experimental Mechanics*, 33:270–277, 1993.

[9] H. XIE, B. LI, R. GEER, B. XU et J. CASTRACANE : « Focused ion beam moiré method ». *Optics and Lasers in Engineering*, 40:163–177, 2003.

[10] H. CHEN et D. LIU : « Advances in scanning electron microscope moiré ». *Experimental Mechanics*, 41:165–173, 2001.

[11] H. XIE, Z. LIU, D. FANG, F. DAI, H. GAO et Y. ZHAO : « A study on the digital nano-moiré method and its phase shifting technique ». *Measurement Science and Technology*, 15:1716–1721, 2004.

[12] S. KISHIMOTO, H. XIE et N. SHINYA : « Electron moiré method and its application to micro-deformation measurement ». *Optics and Laser in Engineering*, 34:1–14, 2000.

[13] H. XIE, S. KISHIMOTO, A. ASUNDI, C.G. BOAY, N. SHINYA, J. YU et B.K.A. NGOI : « In-plane deformation measurement using the atomic force microscope moiré method ». *Nanotechnology*, 11:24–29, 2000.

[14] Z.W. ZHONG et Y.G. LU : « An AFM scanning moiré technique for the inspection of surface deformations ». *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 23:462–466, 2004.

[15] H. XIE, A. ASUNDI, C.G. BOAY, L. YUNGUANG, J. YU, Z. ZHAOWEI et B.K.A. NGOI : « High resolution AFM scanning Moiré method and its application to the micro-deformation in the BGA electronic package ». *Microelectronics Reliability*, 42: 1219–1227, 2002.

[16] A. ASUNDI : « Computer Aided Moiré Methods ». *Optics and Lasers in Engineering*, 18:213–238, 1993.

[17] C.A. SCIAMMARELLA, F.M. SCIAMMARELLA et T. KIM : « Strain measurements in the nanometer range in a particulate composite using computer aided moiré ». *Experimental Mechanics*, 43:341–347, 2003.

[18] J.-P. PÉREZ : *Optique : Fondements et applications*. DUNOD, 2004. Septième édition, ISBN : 2-10-0048497-4.

[19] D. POST, B. HAN et P. IFJU : *High Sensitivity Moiré : Experimental analysis for mechanical and materials*. Springer-Verlag, 1994.

[20] F. LABBE et R. R. CORDERO : « Monitoring the plastic deformation progression of a specimen undergoing tensile deformation by moiré interferometry. ». *Measurement Science and Technology*, 16:1469–1476, 2005.

[21] X. QING, Y. QIN et F. DAI : « Experimental investigation of micromechanical behavior of advanced materials by moiré interferometry. ». *Optics and Lasers in Engineering*, 25:179–189, 1996.

[22] G. NICOLETTO : « On the visualization of heterogeneous plastic strains by moiré interferometry. ». *Optics and Lasers in Engineering*, 37:433–442, 2002.

[23] K.E. PERRY, P.E. LABOSSIERE et E. STEFFLER : « Measurement of deformation and strain in nitinol ». *Experimental Mechanics*, 47:373–380, 2007.

[24] K. CREATH : « Phase-shifting speckle interferometry ». *Applied Optics*, 24:3053–3058, 1985.

[25] Y. SURREL : « Design of algorithms for phase measurements by the use of phase-stepping ». *Applied Optics*, 35:51–60, 1996.

[26] Y. MORIMOTO et M. FUJISAWA : « Fringe pattern analysis by phase-shifting method using Fourier transform ». *Optical Engineering*, 33:3709–3714, 1994.

[27] Z. GUO, H. XIE, B. LIU, F. DAI, P. CHEN, Q. ZHANG et F. HUANG : « Study on deformation of polycrystalline aluminum alloy using moiré interferometry ». *Experimental Mechanics*, 46:699–711, 2006.

[28] E. ROBIN et V. VALLE : « Phase demodulation from a single fringe pattern based on a correlation technique ». *Applied Optics*, 43:4355–4361, 2004.

[29] E. ROBIN, V. VALLE et F. BRÉMAND : « Phase demodulation method from a single fringe pattern based on correlation with a polynomial form ». *Applied Optics*, 44:7261–7269, 2005.

[30] B. ZHAO et A. ASUNDI : « Microscopic grid method – resolution and sensitivity ». *Optics and Laser in Engineering*, 36:437–450, 2001.

[31] H. XIE, H. SHANG, F. DAI, B. LI et Y. XING : « Phase shifting SEM moiré method ». *Optics and Laser Technology*, 36:291–297, 2004.

[32] H. XIE, Z. LIU, D. FANG, F. DAI et H. SHANG : « Development nano-Moiré method with high-resolution microscopy at FML ». *Optics and Lasers in Engineering*, 43:904–918, 2005.

[33] J.A. LEENDERTZ : « Interferometric displacement measurement on scattering surfaces utilizing speckle effect ». *Journal of Physics E : Scientific Instruments*, 3:214–218, 1970.

[34] P. MEINLSCHMIDT, K.D. HINSCH et R.S. SIROHI : *Selected Papers on Electronic Speckle Pattern Interferometry : Principles and Practice*. 1996. ISBN : 0-8194-2376-9.

[35] X. Li, C. Wei et Y. Yang : « Full-field and microregion deformation measurement of thin films usind electronic speckle pattern interferometry and array microindentation marker method ». *Optics and Laser in Engineering*, 43:869–884, 2005.

[36] H. Miao, P. Gu, Z.T. Liu, X.P. Wu et Zhao J.H. : « Bulge deformation measurement and elastic modulus analysis of nanoporous alumina membrane using time sequence speckle interferometry ». *Optics and Laser in Engineering*, 43:885–894, 2005.

[37] D. Amodio, G.B. Broggiato, F. Campana et G.M. Newaz : « Digital speckle correlation for strain measurement by image analysis ». *Experimental Mechanics*, 43: 396–402, 2003.

[38] Z. Sun, J.S. Lyons et S.R. McNeill : « Measuring microscopic deformations with digital image correlation ». *Optics and Laser in Engineering*, 27:409–428, 1997.

[39] D. Vogel, A. Gollhardt et B. Michel : « Micro- and nanomaterials characterization by image correlation methods ». *Sensors and Actuators – Part A*, 99:165–171, 2002.

[40] W.G. Knauss, I. Chasiotis et Y. Huang : « Mechanical measurements at the micron and nanometer scales ». *Mechanics of Materials*, 35:217–231, 2003.

[41] G. Vendroux et W.G. Knauss : « Submicron deformation field measurement : Part 1. Developping a digital scanning tunneling microscope ». *Experimental Mechanics*, 38:18–23, 1998.

[42] G. Vendroux, N. Schmidt et W.G. Knauss : « Submicron deformation field measurement : Part 3. Demonstration of deformation determinations ». *Experimental Mechanics*, 38:154–160, 1998.

[43] S.W. Cho et I. Chasiotis : « Elastic properties and representative volume element of polycrystalline silicon for MEMS ». *Experimental Mechanics*, 47:37–49, 2007.

[44] J. Chen, G. Xia, K. Zhou, G. Xia et Y. Qin : « Two-step digital image correlation for micro-region measurement ». *Optics and Laser in Engineering*, 43:836–846, 2005.

[45] G. Vendroux et W.G. Knauss : « Submicron deformation field measurement : Part 2. Improved digital image correlation ». *Experimental Mechanics*, 38:86–92, 1998.

[46] P. Doumalin : *Microextensométrie locale par correlation d'images numériques — Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, 2000.

[47] P. DOUMALIN et M. BORNERT : « Micromechanical applications of digital image correlation techniques ». In P. JACQUOT, éditeur : *Interferometry in Speckle Light*, 2000. Springer.

[48] C. CIBERT : *Fondamentaux d'optique et d'imagerie numérique à l'usage des microscopistes*. Cépaduès éditons, 2005. ISBN : 2-85428-664-2.

[49] J.C. WYANT : « White light interferometry ». In H.J. CAULFIELD, éditeur : *Holography : A Tribute to Yuri Denisyuk and Emmett Leith*, vol. SPIE 4737, 2002.

[50] Y. ADDA, J.-M. DUPOUY, J. PHILIBERT et Y. QUÉRÉ : *Techniques de laboratoire en science des matériaux*. CEA, INSTN, 1993.

[51] J.-L. MARTIN et A. GEORGE : *Traité des Matériaux Vol. 3 : Caractérisation expérimentale des matériaux II ;analyse par rayons X, électrons et neutrons*. Presses polytechniques et universitaires romandes, 1998. ISBN : 2-88074-364-8.

[52] C. BAI : *Scanning Tunneling Microscopy and its applications*. Springer, 2000. deuxième édition, ISBN : 3-540-65715-0.

[53] G. BINNING, C.F. QUATE et C. GERBER : « Atomic Force Microscopy ». *Physical Review Letters*, 56:930–933, 1986.

[54] D. VAN LABEKE : « Microscopie optique en champ proche ». In *Traité Analyse et Caractérisation*, vol. P1, P862. Techniques de l'ingénieur, 1998.

[55] G. ROBLIN : « Microscopie ». In *Traité Mesures et Contrôles*, vol. RD3, R6710. Techniques de l'ingénieur, 1998.

[56] C.-S. LI et L.J. ORLECKY : « Fiducial grid for measuring microdeformation ahead of fatigue crack tip near aluminium bicrystal interface ». *Experimental Mechanics*, 33:286–292, 1993.

[57] L. ALLAIS, M. BORNERT, T. BRETHEAU et D. CALDEMAISON : « Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material ». *Acta Metallurgica et Materialia*, 42, N°11:3865–3880, 1994.

[58] B.M. SCHROETER et D.L. MCDOWELL : « Measurement of deformation fields in polycrystalline OFHC copper ». *International Journal of Plasticity*, 19:1355–1376, 2003.

[59] M. MADOU : *Fundamentals of Microfabrication : The Science of Miniaturization*. CRC Press, 2002. deuxième édition, ISBN : 0-84930-826-7.

[60] D. M. MANOS et D. L. FLAMM, éditeurs. *Plasma etching*. Academic Press, 1989. ISBN : 0-124-69370-9.

[61] Y. PANNIER, S. AVRIL, R. ROTINAT et F. PIERRON : « Identification of elasto-plastic constitutive parameters from statically undetermined tests using the virtual fields method ». *Experimental Mechanics*, 46:735–755, 2006.

[62] R. MOULART, S. AVRIL et F. PIERRON : « Identification of the through-thickness rigidities of a thick laminated composite tube ». *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 37:326–336, 2006.

[63] J. BULHAK et Y. SURREL : « Mesure de déplacements et de déformations : quelle résolution spatiale ? ». In *Photomécanique 2001, Étude du comportement des matériaux et des structures*, 2001.

[64] Z. FENG et R. ROWLANDS : « Smoothing finite-element and experimental hybrid technique for stress analyzing composites ». *Computers and Structures*, 6:631–639, 1991.

[65] L.B. MENG, G.C. JIN et X.F. YAO : « Application of iteration and finite element smoothing technique for displacement and strain measurement of digital speckle correlation ». *Optics and Lasers in Engineering*, 45:57–63, 2007.

[66] S. AVRIL, P. FEISSEL, F. PIERRON et P. VILLON : « Calcul des déformations à partir de mesures de champs de déplacement bruitées : comparaison entre différentes approches ». In A. COMBESCURE, éditeur : *Huitième colloque national en calcul des structures*, 2007.

[67] B. NAYROLES, G. TOUZOT et P. VILLON : « La méthode des éléments diffus ». *Comptes rendus de l'Académie des Sciences, série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'Univers, Sciences de la Terre,*, 313:133–138, 1991.

[68] J.-L. BATOZ et G. DHATT : *Modélisation des structures par éléments finis — Vol. 1 : solides élastiques*. Hermes, 1990. ISBN : 2-86601-243-7.

[69] W. CLEVELAND et C. LOADER : « Smoothing by local regression : principles and methods ». In W. HAERDLE et M. G. SCHIMEK, éditeurs : *Statistical Theory and Computational Aspects of Smoothing*, pages 10–49. Springer, 1996.

[70] F. MAQUIN : *Méthodologie expérimentale d'étude du comportement thermo-mécanique des matériaux sous sollicitations cycliques*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2006.

[71] F. PIERRON, B. GREEN, M.R. WISNOM et S. HALLETT : « Full-field assessment of the damage process of laminated composite open-hole tensile specimens. Part II : Experimental results ». *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2007. sous presse, épreuve corrigée disponible en ligne.

Liste des publications relatives au travail de thèse

Articles dans des revues internationales à comité de lecture

R. MOULART, R. ROTINAT, F. PIERRON et G. LÉRONDEL : « On the realization of microscopic grids for local strain measurement by direct interferometric photolithography ». *Optics and Lasers in Engineering*, 45 :1131–1147, 2007.

Communications dans des congrès internationaux à comité de lecture avec actes

R. MOULART, R. ROTINAT, F. PIERRON, G. LÉRONDEL et P. ROYER : « Optical full-field measurement of strain at a microscopic scale with the grid method ». In P. SLANGEN et C. CERRUTI, éditeurs : *Speckles, from Grains to flowers*, vol. SPIE 6341, septembre 2006.

R. MOULART, R. ROTINAT, F. PIERRON et G. LÉRONDEL : « Development of a full-field microextensometric method : application to the study of strain fields of a steel sample under tensile stress ». In *ATEM '07*, Fukuoka, Japon, septembre 2007.

R. MOULART, R. ROTINAT, F. PIERRON et G. LÉRONDEL : « Development of a full-field displacement measurement technique at the microscale and application to the study of strain fields in a tensile steel specimen ». In *5th BSSM International Conference on Advances in Experimental Mechanics*, Manchester, Royaume-Uni, septembre 2007.

Communications dans des congrès internationaux à comité de lecture sans actes

R. MOULART, R. ROTINAT, F. PIERRON et G. LÉRONDEL : « Characterization of the mechanical behaviour of materials at a microscopic scale : development of a optical full-field measurement method ». In *Photomechanics 2006*, Clermont-Ferrand, France, juillet 2006.

Liste des tableaux

2.1 Épaisseur de la couche de résine Shipley Microposit S1813 en fonction de la vitesse de centrifugation. 46
2.2 Résolution spatiale et pente maximale mesurable pour différents objectifs. . . 57

4.1 Composition chimique (hormis le fer) d'un échantillon de tôle (moyenne sur trois mesures effectuées par analyse spectrométrique). 96
4.2 Épaisseur de la couche de résine Clariant AZ 4562 en fonction de la vitesse de centrifugation. 127

Table des figures

1.1 Principe du phénomène de moiré. 12
1.2 Interférences de deux ondes lumineuses. 15
1.3 Schéma de principe du moiré interférométrique. 16
1.4 Schéma de principe de l'interférométrie de speckle pour la mesure de déplacements hors-plan et plans. 25
1.5 Région d'intérêt d'un motif aléatoire repérée avant et après déformation (translation de corps rigide). 27
1.6 Schéma simplifié d'un microscope optique. 29
1.7 Schéma simplifié d'un microscope confocal. 31
1.8 Principe du microscope interférométrique en lumière blanche. 33
1.9 Principe du microscope électronique à balayage. 35
1.10 Schéma simplifié d'un microscope à effet tunnel. 37
1.11 Schéma simplifié d'un microscope à force atomique. 38
1.12 Comparatif des résolutions spatiales des différents microscope (d'après [55]). 40

2.1 Différentes techniques de lithographie. 42
2.2 Montage de photolithographie interférentielle directe. 44
2.3 Vue 3D d'un réseau microscopique (pas de 5,3 μm) observé à l'AFM. 47
2.4 Courbe de contraste de la résine photosensible. 48
2.5 Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 300 mJ/cm^2. 48
2.6 Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 500 mJ/cm^2. 49
2.7 Comparaison des profils réel et théorique du réseau obtenu pour une intensité d'exposition de 1 J/cm^2. 49
2.8 Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 200 mJ/cm^2. 51

2.9 Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 1 J/cm². 52
2.10 Profils du réseau par microscopie optique par réflexion pour une intensité d'exposition = 500 mJ/cm². 52
2.11 Principe des différentes techniques de métallisation. 55
2.12 Réfléctivités de différents métaux dans le visible. 56
2.13 Abaque de dépôt du platine (pression d'argon : 1×10^{-1} mbar ; distance cible-échantillon : 30 mm). 56
2.14 Bruit de phase et pourcentage de points mesurés obtenus à l'aide du microscope interférométrique en lumière blanche tracés en fonction de l'intensité d'exposition. 58
2.15 Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 100 mJ/cm². 59
2.16 Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 400 mJ/cm². 59
2.17 Profils du réseau par microscopie interférométrique en lumière blanche pour une intensité d'exposition = 150 mJ/cm². 60

3.1 Evolution de l'écart type des cartographies de bruit en fonction de déplacement imposé selon x. 62
3.2 Cartes de bruit corrélé selon x (échelle de couleurs en pourcentage du pas). . 63
3.3 Cartes de bruit corrélé selon y (échelle de couleurs en pourcentage du pas). . 63
3.4 Image d'un réseau obtenu à l'aide de l'objectif ×20 défocalisé et profil extrait. 64
3.5 Image d'un réseau numérique à contraste variable et profil extrait. 66
3.6 Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau simulé à contraste variable. 67
3.7 Carte de bruit selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ pour un réseau simulé à contraste variable (échelle de couleurs en pourcentage du pas). 68
3.8 Image d'un réseau numérique à intensité moyenne variable et profil extrait. . 69
3.9 Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau simulé à intensité moyenne variable. 69
3.10 Carte de bruit selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ pour un réseau simulé à intensité moyenne variable (échelle de couleurs en pourcentage du pas). 70
3.11 Inclinaison de la tête optique et différence de hauteur engendrée au niveau de l'échantillon. 71

3.12 Inclinaison de la tête optique et nombre de franges (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5). 72
3.13 Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour deux inclinaisons de la tête optique. 73
3.14 Courbes superposées de l'évolution de l'écart type du bruit en fonction du déplacement imposé pour 10 mesures indépendantes. 74
3.15 Cartes de bruit corrélé selon x pour un déplacement imposé égal à $4p$ dans la direction x pour plusieurs images d'un même réseau (échelle de couleurs en pourcentage du pas). 75
3.16 Cartes de bruit corrélé selon x et y pour un déplacement imposé égal à $4p$ dans les directions x et y (échelle de couleurs en pourcentage du pas). 76
3.17 Élément triangulaire à trois nœuds. 79
3.18 Principe de l'approximation diffuse. 83
3.19 Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et de la taille de la maille pour l'approximation de type éléments finis pour l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5. 84
3.20 Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et du rayon critique pour l'approximation diffuse pour l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5. 85
3.21 Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation de type éléments finis avec une taille de maille de 4 périodes avec l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5. 87
3.22 Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5. 88
3.23 Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $0{,}5p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif ×50 couplé au zoom ×0,5. . . 89
3.24 Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et de la taille de maille pour l'approximation de type éléments finis pour l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5. 90
3.25 Évolution de la résolution en déformation en fonction du déplacement de corps rigide et du rayon critique pour l'approximation diffuse pour l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5. 91

3.26 Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation de type éléments finis avec une taille de maille de 4 périodes avec l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5. 92
3.27 Cartes de déformations obtenues pour un déplacement de corps rigide numérique dans la direction x de $4p$ à l'aide de l'approximation diffuse avec un rayon critique de 4 périodes avec l'objectif ×20 couplé au zoom ×0,5. 93

4.1 Micrographies de l'acier utilisé. 96
4.2 Courbes de traction de l'acier utilisé. 97
4.3 Plan et photographie de l'éprouvette. 98
4.4 Schéma technologique et photographie de la machine de traction miniature. 99
4.5 Courbes contraintes/déformations obtenues sur les deux faces d'une éprouvette testée sur la machine de traction miniature. 100
4.6 Vue optique de la zone observée avec le repère de recalage (en bas à droite). . 101
4.7 Cartes de déformation ε_{xx} pour une contrainte normale de 100 MPa et une déformation ε_{xx} moyenne de $5{,}3\times10^{-4}$ avec et sans correction des mouvements de corps rigide ($\times10^{-3}$). 102
4.8 Repérage de la zone observée de l'éprouvette. 103
4.9 Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type éléments finis). 104
4.10 Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 105
4.11 Résultats d'un essai mécanique sur acier recuit (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 108
4.12 Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui (objectif : ×20 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 110
4.13 Exemple de stitching du logiciel commercial. 112
4.14 Principe du stitching sur les phases. 113
4.15 Résultats d'un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 115
4.16 Cartes des déformations principales (ε_I et ε_{II}) et de l'orientation du repère principal pour un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 117
4.17 Principe du calcul de $\varepsilon_{\text{non linéaire}}$ pour une courbe contrainte/déformation 1D. 118

4.18 Cartes d'écart à la linéarité de ε_{xx} pour un essai mécanique sur acier écroui avec stitching 2×2 (objectif : ×50 ; zoom : ×0,5 ; dérivation de type approximation diffuse). 119
4.19 Courbes contrainte/déformation moyenne pour une taille de sous-région de 225×170 μm^2). 121
4.20 Courbes contrainte/déformation moyenne pour une taille de sous-région de 113×85 μm^2). 121
4.21 Valeurs des déformations moyennes des sous-régions de taille 225×170 μm^2 pour la dernière étape de chargement. 122
4.22 Valeurs des déformations moyennes des sous-régions de taille 113×85 μm^2 pour la dernière étape de chargement. 122
4.23 Images d'un réseau déformé pour différentes étapes du chargement. 124
4.24 Profils issus d'un réseau déformé pour différentes étapes du chargement. . . . 125
4.25 Carte u_x incrémentale correspondant à une déformation globale de 1,5 % et profil extrait. 126
4.26 Réseau gravé observé au microscope interférométrique en lumière blanche (Objectif : ×50 ; zoom : ×0,5). 127
4.27 Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un réseau gravé en fonction du déplacement numérique imposé selon x. 128
4.28 Évolution de l'écart type des cartographies de bruit pour un motif aléatoire traité par corrélation d'images numériques en fonction du déplacement numérique imposé selon x. 130
4.29 Cartes de déplacements issues de la corrélation d'images numériques pour un déplacement de corps rigide imposé selon x de 28 pixels. 131

DÉVELOPPEMENT ET MISE EN ŒUVRE D'UNE MÉTHODE DE MESURE DE CHAMPS DE DÉFORMATION À L'ÉCHELLE MICROMÉTRIQUE

RÉSUMÉ : Ce travail de thèse présente la mise au point d'une méthodologie de mesure de champs de déformations planes à l'échelle micrométrique. La mesure cinématique est faite par une méthode de grille qui analyse les déformations d'un réseau périodique attaché à la surface à étudier. Les grilles ont été réalisées par photolithographie interférentielle directe. Pour l'observation et la numérisation des réseaux, le choix s'est porté sur la microscopie interférométrique en lumière blanche qui donne accès à la topographie 3D de la surface d'intérêt. Une étude de bruit à permis d'optimiser la réalisation des réseaux pour l'application mécanique auxquels ils étaient destinés. Par ailleurs, l'application de déplacements de corps rigide a permis de mettre en évidence un problème de corrélation spatiale de ce bruit qui ne pouvait être ignoré. Ainsi, et en apportant un soin particulier sur la réalisation expérimentale des essais mécaniques, la résolution en déformation obtenue est de l'ordre de 1 à 2×10^{-3} pour une résolution spatiale d'environ 20 μm. Une première application concernant l'étude des déformations élasto-plastiques d'un acier ferritique a permis de valider la présente méthode, de l'étendre à l'étude de régions d'intérêt de plus grandes tailles et d'en souligner les points forts mais aussi les limites.

Mots-clés : *mesure de champs de déformation, échelle micrométrique, photolithographie interférentielle, microscopie interférométrique en lumière blanche, élasto-plasticité locale*

DEVELOPMENT AND IMPLEMENTATION OF A FULL-FIELD STRAIN MEASUREMENT METHOD AT THE MICROMETRIC SCALE

ABSTRACT : This work deals with the development of a full-field measurement method of plane strain at the micrometric scale. The kinematic measurement is done thanks to the so called « *grid method* » that analyzes the deformation of a periodic pattern deposited onto the surface to study. To produce gratings, the direct interferential photolithography is used. To observe and digitize these gratings, the choice has been to use a white-light interferometric microscope which allows to get the 3D topography of the surface of interest. A noise study has been carried out in order to optimize the making of gratings regarding their mechanical application. Moreover, the application of rigid body motions has pointed a spatial correlation of the noise that cannot be ignored. Thus, and by paying a particular attention to the experimental realization of the mechanical tests, the strain resolution obtained is from 1 to 2×10^{-3} for a spatial resolution about 20 μm. A first application concerning the study of elasto-plastic strains of a ferritic steel coupon has permitted to validate the current approach, to fit it to the study of larger regions of interest and to underline its advantages but also its limitations.

Key-words : *full-field strain measurement, micrometric scale, interferential photolithography, white-light interferometric microscopy, local elasto-plasticity*

ARTS ET MÉTIERS ParisTech