HAL open science

Analyse et optimisation du procédé de découpe de plaques de silicium

Pierre Rouault de Coligny

To cite this version:

Pierre Rouault de Coligny. Analyse et optimisation du procédé de découpe de plaques de silicium. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2002. Français. NNT : . tel-00006493

HAL Id: tel-00006493

https://pastel.hal.science/tel-00006493

Submitted on 19 Jul 2004

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.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

T H E S E

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Ecole des Mines de Paris

Spécialité Sciences et Génie des Matériaux

par

Pierre Rouault de Coligny

ANALYSE ET OPTIMISATION DU PROCEDE DE DECOUPE DE PLAQUES DE SILICIUM

Directeur de thèse : Eric FELDER

Soutenue publiquement le 23 septembre 2002 devant le jury composé de :

Messieurs	Gérard Béranger	Président
	Pierre Gilormini	Rapporteur
	Jean-Pierre Michel	Rapporteur
	André Claverie	Examinateur
	Eric Felder	Examinateur
	Dominique Sarti	Examinateur
	Quang Nam Le	Invité

INTRODUCTION GENERALE 6

A) GENERALITES 6

B) LES PANNEAUX PHOTOVOLTAÏQUES 7

C) LE PROCEDE DE SCIAGE A FIL 10

D) LES OBJECTIFS DE LA THESE 12

E) DEMARCHE DE L'ETUDE 13

CHAPITRE 1 : L'USINAGE PAR ABRASION DU SILICIUM 16

1.1. DESCRIPTION DES PARAMETRES ET CONDITIONS DU SCIAGE A FIL 16

1.2. INFORMATIONS APPORTEES PAR LA LITTERATURE 17

1.3. L'ENLEVEMENT DE MATIERE PAR ABRASION 19
1.3.1. Les deux types d'abrasion 19
1.3.2. Les interprétations de l'abrasion par des abrasifs libres 21
1.3.3. Les modèles d'abrasion 25

1.4. LE MODE D'ENLEVEMENT DE MATIERE 27
1.4.1. Etude de la fissuration par l'indentation 27
1.4.2. La plasticité des matériaux fragiles 30
1.4.3. Les origines possibles de cette plasticité 36

1.5. LES MECANISMES DE DECOUPE DU SILICIUM PAR SCIAGE A FIL 37

1.6. CONCLUSION PARTIELLE 40

CHAPITRE 2 : IDENTIFICATION DES PHENOMENES ET MECANISMES 42

2.1. L'INFLUENCE DU COMPORTEMENT DU *SLURRY* 42
2.1.1. Estimation du débit de slurry 43
2.1.2. La rugosimétrie par palpage mécanique 45
2.1.3. Les stries régulières 46
2.1.4. Les copeaux de silicium 51

2.2. ETUDE DE LA ZONE ENDOMMAGEE PAR LA DECOUPE PAR DES ATTAQUES CHIMIQUES 52
2.2.1. Dispositifs expérimentaux 53
2.2.2. Résultats 54
2.2.3. Mécanisme de dissolution du silicium 57
2.2.4. Rugosimétrie 58
2.2.5. Etude de la résistance mécanique des plaques par des essais de flexion 60

2.3. ETUDES THERMIQUES DU PROCEDE DE SCIAGE A FIL 62
2.3.1. Mesures de températures 62
2.3.2. Constantes physiques des différents composants du système 65
2.3.3. Effet de l'échauffement du fil sur sa tension 66
2.3.4. Evolution de la température du fil entrant dans le bloc 66
2.3.5. Capacités d'évacuation de la chaleur 68

2.4. CONCLUSION PARTIELLE 69

CHAPITRE 3 : ETUDE DES LIMITES DU PROCEDE 72

3.1. LE MATERIAU : DEFAUTS STRUCTURAUX ET LIES AU SCIAGE 72
3.1.1. Le silicium multicristallin : POLIX® 72
3.1.2. Les inclusions 75
3.1.3. Les principaux défauts de sciage 78
3.1.4. Les défauts créés au cours des étapes ultérieures 81

3.2. LE FIL : RESISTANCE, USURE ET LIMITES 81
3.2.1. Mesures de résistance par des essais de traction 82
3.2.2. Calcul de l'usure du fil 83

3.3. ETUDE DE L'ABRASIF 84
3.3.1. Généralités 84
3.3.2. Caractéristiques de l'abrasif neuf 85
3.3.3. Evolution de l'abrasif à l'usage 86
3.3.4. Etude par tribométrie de l'efficacité de l'abrasif 87
3.3.5. Influence de l'évolution de l'abrasif sur l'usure du fil 87

3.4. LE *BACK & FORTH* : AVANTAGES, INCONVENIENTS ET LIMITES 88
3.4.1. Les motivations de ce régime 89
3.4.2. Les inconvénients du back & forth 89
3.4.3. Les limites de cette technique 90

3.5. DECOUPE EXPERIMENTALE DE PLAQUES ULTRA-MINCES 91
3.5.1. Conditions de découpe et résultats 91
3.5.2. Influence des paramètres sur les états de surface 92
3.5.3. Analyse des difficultés rencontrées 93

3.6. CONCLUSION PARTIELLE 95

CHAPITRE 4 : SIMULATION EXPERIMENTALE ET THEORIQUE DU PROCEDE 96

4.1. LE DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE TRIBOMETRIE 96
4.1.1. Principe et différents types 96
4.1.2. Le tribomètre utilisé dans cette étude 98
4.1.3. La pression de contact 103
4.1.4. Frottement et usure des pièces antagonistes 106
4.1.5. Etude par tribométrie de l'abrasif 109
4.1.6. Mesures de constantes de vitesse d'usure de différents pions 110

4.2. LE MODELE MECANIQUE 112
4.2.1. Cas d'un assemblage en régime permanent 112
4.2.2. Approche simplifiée 117
4.2.3. Cas de deux assemblages en régime permanent 117
4.2.4. Etude du régime transitoire 118

4.3. EVOLUTION DE LA TENSION DU FIL DANS LA NAPPE 120
4.3.1. Tension d'un brin de fil 120
4.3.2. Condition d'indépendance des brins 121
4.3.3. Analyse d'un incident de sciage 122

4.4. SYNTHESE DES CONNAISSANCES ET PREDICTIONS POSSIBLES 124
4.4.1. Résumé des principales valeurs numériques connues 124
4.4.2. Explications et confirmations 125
4.4.3. Prédictions 125

4.5. CONCLUSION PARTIELLE 127

CHAPITRE 5 : SIMULATION NUMERIQUE MICROSCOPIQUE DE L'ABRASION 130

5.1. CONTEXTE, METHODE ET OUTIL UTILISES 130
5.1.1. Présentation théorique de l'enlèvement de matière modélisé 130
5.1.2. Différents régimes de frottement et d'usure 132
5.1.3. L'approche développée 134

5.2. LA DEMARCHE DE NOS SIMULATIONS 137
5.2.1. Le principe 137
5.2.2. Les paramètres et conditions des calculs 137
5.2.3. L'influence de la géométrie sur le mode d'écoulement ($\overline{m} = 0$) 140

5.3. L'INFLUENCE DU FROTTEMENT LOCAL 143
5.3.1. L'effet du frottement local sur le mode d'écoulement 143
5.3.2. L'effet du frottement local sur le frottement apparent 145

5.4. CONSEQUENCES PRATIQUES DE CES SIMULATIONS 146
5.4.1. Estimation des constantes de vitesse d'usure engendrées par chacun des cas 146
5.4.2. Etendue et valeurs des contraintes 148

5.5. CONCLUSION PARTIELLE 150

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES **152**

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES **158**

ANNEXE 1 : SURFACES DE PLAQUES ATTAQUEES **166**

ANNEXE 2 : PRECISIONS SUR LES MESURES D'EFFORTS DE COUPE **168**

ANNEXE 3 : RESULTATS DES MESURES SIMS EFFECTUEES SUR LES INCLUSIONS **172**

ANNEXE 4 : EVALUATION DE LA REPARTITION DE L'ABRASIF DANS LE *SLURRY* **176**

ANNEXE 5 : DESCRIPTION DU TRIBOMETRE AVANT MODIFICATIONS **178**

ANNEXE 6 : VALEURS NUMERIQUES DEDUITES DES SIMULATIONS **180**

INTRODUCTION GENERALE

a) Généralités

Cette étude s'est déroulée dans le cadre d'un partenariat entre le Centre de Mise en Forme des Matériaux (Cemef), la société industrielle Photowatt International S.A. et l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME).

Le Cemef est l'un des 18 centres de recherche de L'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. Il est associé au CNRS (UMR 7635). Ses vocations sont la collaboration active avec l'industrie et la recherche appliquée sur des thèmes qui interviennent dans la compréhension et l'optimisation des procédés de mise en forme. Les groupes de recherche consacrent leurs activités à la mécanique des milieux continus et à la thermique, à la simulation numérique par éléments finis, à la physique et à la chimie des matériaux, à la rhéologie et à la tribologie. Ce travail de thèse s'est déroulé au sein du groupe de recherche Surfaces et Tribologie (SET) dont les compétences sont d'une part la mécanique du contact, qui traite des revêtements, de l'adhésion, de l'usure et sa modélisation numérique et d'autre part la détermination de la composition élémentaire et moléculaire des surfaces de matériaux.

La société Photowatt, créée en 1979, produit des modules solaires photovoltaïques à partir de déchets de silicium recyclés selon une filière complète allant de la fonderie au produit fini. Devenue le plus grand fabricant intégré de plaques, cellules et modules photovoltaïques en Europe, elle est présente sur les marchés mondiaux. Elle détient près de 8 % du marché et se situe en sixième position derrière BP-Solar, Kyocera, Sharp, Siemens SI et Astropower. Début 1997, la société Matrix Solar Technologies, filiale de la société canadienne ATS (Automation Tooling Systems), acquiert Photowatt International. D'importants investissements ont été réalisés, ils se poursuivront sur plusieurs années. L'objectif est d'équiper l'usine avec de nouvelles machines de pointe, fournies par ATS, leader nord-américain de la construction de chaînes de production automatisées. Le marché du Photovoltaïque croît en moyenne de 25 % par an depuis le début des années 90 et cette tendance de forte croissance, qui se confirme pour les 10 années à venir, tient en partie aux efforts constants de réduction des coûts : le prix des modules photovoltaïques a été divisé par 3 en 20 ans.

L'ADEME est un établissement public à caractère industriel et commercial placé sous la tutelle des ministères de l'Environnement, de l'Industrie et de la Recherche. Elle exerce notamment ses missions dans les domaines suivants : la maîtrise de l'énergie et l'économie des matières premières, la promotion des énergies renouvelables et la promotion des techniques propres et économes. Les programmes d'action de l'ADEME ont été conçus avec l'Etat et font l'objet d'un contrat d'objectifs. Son budget d'intervention photovoltaïque est de l'ordre de 9 millions d'euros par an. Ce budget public concerne deux volets d'action : le soutien à la recherche et au développement (55 %) et les mécanismes de subvention pour la diffusion des systèmes photovoltaïques (45 %) [ADEME-2000]. Pour la R&D, l'ADEME a mis en place avec ses partenaires industriels et publics de nouveaux projets sur les composants et les systèmes sur les thèmes suivants : nouveaux procédés de fabrication de cellules à base de couches minces, composants des systèmes photovoltaïques et matériaux et procédés pour la fabrication de cellules photovoltaïques au silicium multicristallin : c'est dans ce cadre que s'inscrit notre étude.

Tous ces partenaires ainsi que EDF mettent leurs efforts en commun dans le but de développer et de promouvoir les énergies renouvelables pour atteindre les différents objectifs fixés soit par le protocole de Kyoto concernant la maîtrise des émissions de gaz à effet de serre, soit par la Commission Européenne qui a fixé à 21 % la part de l'énergie consommée en France d'origine renouvelable à l'horizon 2010. Cette part est de 15 % aujourd'hui, essentiellement d'origine hydraulique. Or, la production directe d'électricité, ressource essentielle pour le développement, contribue de façon significative à la solution des problèmes environnementaux et constitue un atout pour limiter les émissions de gaz à effet de serre : de 1960 à 1990, la production d'électricité dans le monde a quadruplé, alors que les émissions de CO_2 dues à sa production ont augmenté de façon significativement plus faible [EDF-2000]. Le rythme de développement de la promotion et de l'utilisation d'énergies renouvelables observé actuellement permet de penser que l'on atteindra à cet horizon 2010, 35 TWh pour l'éolien, 4 TWh pour la petite hydraulique, 6 TWh pour la bio-électricité et 1 TWh pour la géothermie et le photovoltaïque.

En résumé, le contexte est actuellement très favorable : il existe un projet de directive européenne concernant la production de chaleur et d'électricité à partir d'énergies renouvelables. Les efforts de réduction des coûts doivent donc être poursuivis, la recherche et le développement sont ainsi encouragés, ce travail de thèse découle de cette situation.

b) Les panneaux photovoltaïques

L'énergie photovoltaïque résulte de la transformation directe de la lumière du soleil en énergie électrique au moyen de cellules généralement à base de silicium. Pour obtenir une puissance suffisante, les cellules sont reliées entre elles et constituent le module ou **panneau photovoltaïque** (figure I-1). En fonction de la puissance désirée, les panneaux eux-mêmes peuvent être assemblés pour constituer un "champ photovoltaïque". Relié au récepteur sans autre élément, le panneau photovoltaïque fonctionne "au fil du soleil", c'est-à-dire que la puissance électrique fournie au récepteur est fonction de la puissance d'ensoleillement. Elle est donc à son maximum lorsque le soleil est au zénith et nulle la nuit. On peut également stocker l'électricité produite dans des accumulateurs pour pouvoir l'utiliser la nuit ou l'injecter dans le réseau électrique traditionnel. Cette technique permet, sous certaines

conditions, d'amortir l'installation photovoltaïque et de couvrir tout ou partie des besoins électriques.

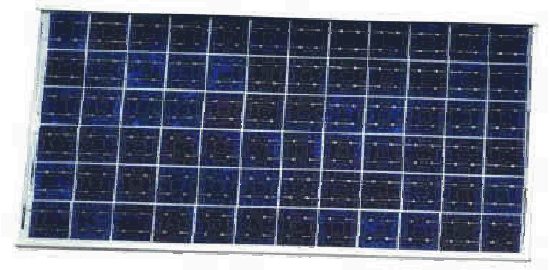


figure I-1 : panneau photovoltaïque

L'énergie photovoltaïque permet ainsi d'alimenter des dispositifs de signalisation placés sur des terrains isolés. Elle se présente donc comme une solution particulièrement avantageuse dans les projets de signalisation autoroutière et de balisage terrestre et maritime. Plus généralement, elle devient particulièrement intéressante pour alimenter les sites éloignés du réseau, les applications sont donc nombreuses.

✓ Les différents types de cellules

La base du système est donc la **cellule photovoltaïque**, et le matériau la constituant est généralement du silicium, pour de nombreuses raisons, notamment d'approvisionnement, de rapport qualité / prix, etc. On peut rencontrer les trois principaux types de cellules décrits ci-dessous :

- ***les cellules au silicium mono-cristallin*** : cette industrie utilise comme matériau initial du silicium à l'état solide qui est fondu, puis refroidi en un seul cristal. Ce procédé de fabrication, fort consommateur d'énergie, n'est plus tellement susceptible d'être amélioré. Cette technique de fabrication permet d'obtenir un rendement de conversion de 15 %. Il représente encore 60 % du marché photovoltaïque mondial (contre 75 % en 1984) et on estime que la part de marché de cette technologie va diminuer au profit des technologies au silicium multicristallin et des couches minces.
- ***Les couches minces*** : le silicium déposé sur du verre en phase gazeuse à basse température donne une structure amorphe. Ce silicium amorphe est utilisé sur des applications nécessitant une faible puissance (modules de puissance 10 W ou calculatrice solaire). Son rendement de conversion est de l'ordre de 6 %, 10% des applications PV mondiales utilisent des couches minces. D'autres technologies de couches minces sont encore en développement industriel, elles utilisent d'autres matériaux que le silicium.
- ***Le silicium multi-cristallin*** : c'est la technologie qu'a choisie Photowatt, car elle présente à l'heure actuelle le meilleur rapport rendement de conversion / coût de fabrication (inférieur à celui du silicium monocristallin), avec un fort potentiel d'amélioration. Photowatt a développé son propre procédé de fabrication de lingots multicristallins : le **Polix®**. Ce principe d'obtention du silicium multicristallin consiste, après fusion, à faire croître un lingot de façon directionnelle du bas vers le haut, lui donnant une structure colonnaire multicristalline à gros grains.

Caractérisé par son rendement énergétique et sa stabilité dans le temps, ce procédé permet de fabriquer une cellule multicristalline d'un rendement de conversion de 14 % à partir des plaques les plus minces de l'industrie photovoltaïque (figure I-2), la quantité de

matériau utilisée est donc réduite. Ce point est essentiel face aux besoins croissants de silicium de bonne qualité.

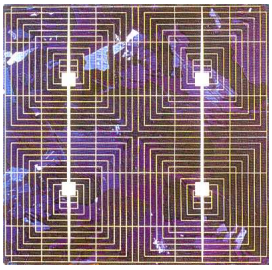


figure I-2 : cellule photovoltaïque en silicium multi-cristallin

✓ La conversion photovoltaïque

L'effet photovoltaïque a été découvert en 1839 par Alexandre-Edmond Becquerel, mais au début du 20è siècle, ses applications restent limitées à la mesure de la lumière, pour la photographie en particulier. C'est en 1954 que les laboratoires de la Bell Telephon mettent au point une cellule capable de convertir directement en électricité l'énergie solaire avec un rendement de 6 % [CHAPIN-1954].

Les cellules photovoltaïques ou photopiles sont fabriquées, comme les transistors ou les puces des ordinateurs, à partir de matériaux semi-conducteurs. Ces matériaux ont des propriétés de conduction électriques intermédiaires entre celles des métaux et des isolants mais ont surtout la propriété de convertir la lumière qu'ils reçoivent en charge électriques. On peut représenter ces cellules comme des diodes plates sensibles à la lumière. La figure I-3 représente la coupe transversale d'une photopile en silicium massif, c'est une plaquette ronde ou carrée d'une taille de l'ordre de 10 cm et de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur, elle est constituée par la jonction d'une couche mince (< 1 µm) de silicium de type négatif *n* (avec des électrons en excès) et d'une lame de silicium (quelques centaines de µm) de type positif *p* (avec un défaut d'électrons ou un excès de trous).

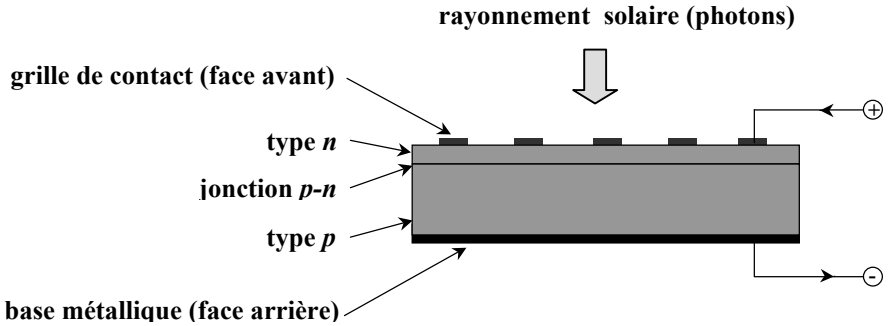


figure I-3 : photopile en coupe transversale

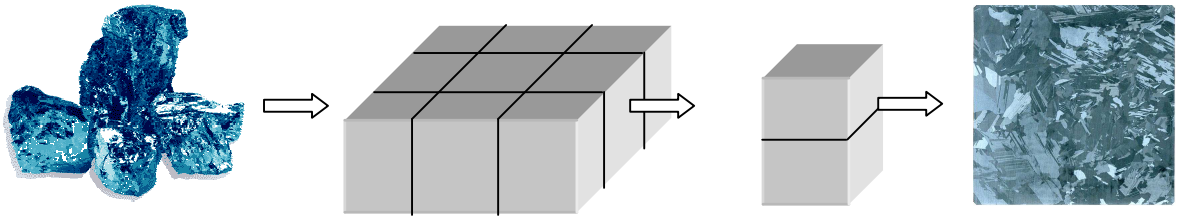
Lorsque leur énergie est suffisante, les photons du rayonnement solaire incident libèrent des électrons de la couche *p* qui rejoignent alors la couche *n* par le circuit placé aux bornes de la photopile, créant ainsi un courant électrique.

Comme nous l'avons vu précédemment, des réductions de coût seront nécessaires à la diffusion massive de cette technologie [DESSUS-1996]. Mais alors qu'en électronique, pour diminuer le coût du matériau, les circuits sont miniaturisés dans les trois directions, dans le cas du photovoltaïque, il s'agit de capter un flux d'énergie par définition proportionnel à la surface de captage. Pour diminuer le poids et donc le coût du matériau dans la photopile, on ne peut donc ajuster qu'un seul paramètre : **l'épaisseur**.

c) Le procédé de sciage à fil

Photowatt réalise toutes les étapes de la fabrication des panneaux photovoltaïques, à partir de déchets de silicium (figure I-4a) issus de la micro-électronique jusqu'au produit fini. L'industrie photovoltaïque est en effet légèrement moins exigeante en terme de pureté du matériau que celle de la micro-électronique. La technologie du silicium multicristallin choisie et développée par Photowatt produit donc des lingots parallélépipédiques d'environ 240 kg (figure I-4b) par refroidissement directionnel de bas en haut d'une masse de silicium en fusion dans un creuset. Cette technique permet d'obtenir une structure colonnaire à gros grains qui permet un bon compromis rendement / coût de fabrication.

Ces lingots (d'environ 70 cm de côté et 25 de haut) sont ensuite débités à l'aide de scies à ruban diamantées en briques (figure I-4c) dont la section sera la future taille des plaques (125 x 125 mm ou 101,5 x 101,5 mm). On élimine alors les bouts des briques avec des scies annulaires (ou scies ID pour Inner Diameter). Les quatre faces sont rectifiées et leurs arêtes sont chanfreinées. Ce sont ces briques, de dimensions maintenant connues dans les trois directions, qui vont être collées sur des supports pour être découpées en fines plaques. Cette étape de la fabrication est décisive, puisque l'on doit découper des milliers de plaques minces (quelques centaines de microns) avec un bon état de surface (figure I-4d).



I-4a **I-4b** **I-4c** **I-4d**

figure I-4 : principales étapes de la fabrication des plaques minces de silicium multi-cristallin

Les semi-conducteurs comme le silicium étant des matériaux ayant des propriétés mécaniques différentes de celles des matériaux courants tels les métaux et alliages du fait de la nature même de leurs liaisons inter-atomiques (covalentes), leur usinage sera lui aussi souvent particulier et fera plutôt appel à des techniques utilisées pour les matériaux de très grandes dureté et fragilité comme les céramiques. De plus, ces matériaux étant souvent chers, on cherchera à minimiser les pertes de matière, liées par exemple à l'épaisseur du trait de découpe dans le cas qui nous intéresse.

Nous allons exposer les deux méthodes principales de sciage de semi-conducteurs utilisées industriellement, l'une antérieure et en voie de disparition, l'autre toujours en développement et qui est l'objet de notre étude [WELLS-1987].

✓ Le sciage annulaire

La technique la plus ancienne utilisée industriellement est le sciage par scie annulaire, ou ID (Inner Diameter) dont le principe est présenté sur la figure I-5. Les plaques de silicium sont, dans ce procédé, découpées une à une. La scie est composée d'une fine lame d'acier annulaire revêtue d'abrasif (diamant) sur le tranchant interne et maintenue à sa périphérie par un dispositif permettant de l'entraîner en rotation. Ce dispositif permet également de mettre la lame sous tension, ce qui permet d'augmenter sa raideur. Le bloc de silicium à découper est

alors placé au centre de la lame et remonte à une faible vitesse, la lame découpe ainsi une plaque.

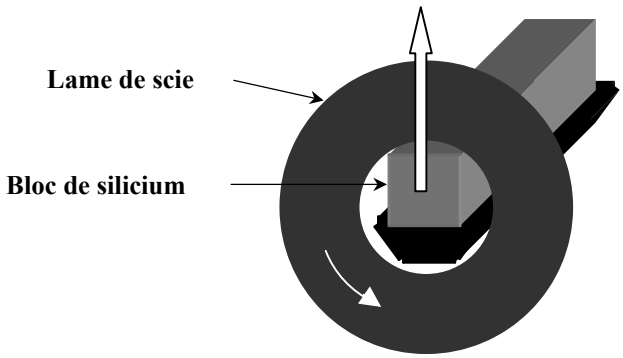


figure I-5 : schéma de principe d'une scie ID

Ce procédé permet d'obtenir des plaques de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur avec un état de surface très correct et des problèmes de casse assez rares. En revanche, les plaques sont découpées une à une : les évolutions possibles de cette technique resteront donc très limitées, notamment en termes de diminution d'épaisseur de plaques et de productivité.

✓ Le sciage à fil

En raison des inconvénients liés au sciage par scie ID, des industriels comme Photowatt se sont tournés vers une autre technique moins connue mais plus prometteuse : **le sciage à fil**. Photowatt a ainsi activement participé au développement du sciage à fil adapté à la découpe de plaques destinées à la fabrication de cellules photovoltaïques avec son partenaire industriel HCT. Le principe de cette technique consiste à utiliser un fil d'acier de diamètre de l'ordre de 0,2 mm fourni par une bobine émettrice enroulé plusieurs centaines de fois sur quatre guides-fil formant ainsi une nappe. Ce fil, entraîné à une vitesse d'une dizaine de mètres par seconde sert de véhicule à un mélange d'huile et d'abrasif (appelé « *slurry* ») déversé sur la nappe qui coupe et rode le bloc de silicium qui traverse la nappe. La figure I-6 illustre le principe du procédé, montrant les quatre guide-fil supportant la nappe, les bobines émettrice et réceptrice de fil, et une brique de silicium traversant cette nappe.

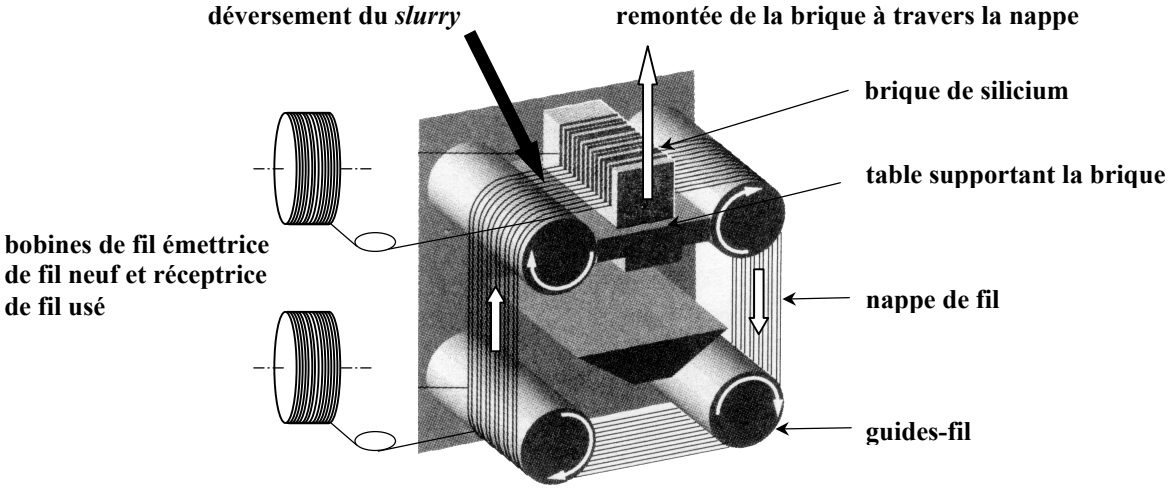


figure I-6: schéma de principe d'une scie à fil

Les grains d'abrasif (carbure de silicium) sont emprisonnés entre le fil et le bloc de silicium, ils enlèvent ainsi des fragments de matière par divers mécanismes, fragments évacués ensuite par le *slurry*. L'épaisseur des plaques est déterminée par le pas des fils de la nappe.

Le schéma de la figure I-6 montre uniquement le principe de fonctionnement de cette technique. Certaines scies à fil ne comportent en effet que trois guide-fil. Les scies développées par Photowatt et HCT aujourd'hui découpent quatre assemblages de briques pouvant aller jusqu'à 500 mm de long, deux dans la partie haute de la nappe et deux dans la partie basse. De plus, la découpe s'effectue de haut en bas et non de bas en haut comme présenté sur la figure I-6. Le principe de fonctionnement reste toutefois le même.

Ce procédé permet d'obtenir des centaines, voire des milliers de plaques en une seule opération avec un très bon état de surface et une perte de matière due aux traits de découpe minimisée. Il présente néanmoins des problèmes de casse de fil ou de plaques ou de divers défauts dont les origines ne sont pas toujours parfaitement identifiées. En effet, peu d'équipes de recherche ou d'industriels travaillent sur la connaissance scientifique des mécanismes d'enlèvement de matière mis en cause dans ce procédé et peu de choses sont donc connues à ce propos, même s'il semble intéresser de plus en plus d'équipes. De même, plusieurs importants industriels de l'énergie photovoltaïque autres que Photowatt (Bayer, Eurosolare, BP-Solarex notamment) l'utilisent de manière industrielle depuis un certain temps ; on peut donc penser qu'ils ont une certaine activité de recherche même s'ils publient très peu.

Le principe du sciage à fil est utilisé dans de nombreuses applications : c'est en effet un des rares moyens de découper des matériaux très durs ou très fragiles, comme les verres ou les céramiques. Il existe ainsi de nombreuses scies à fil, généralement de petites dimensions et de tous les types. Ces scies fonctionnent souvent avec un fil diamanté, c'est à dire avec des abrasifs fixés sur le fil, ce qui simplifie considérablement les mécanismes. En revanche, l'application photovoltaïque nécessite des scies de grandes dimensions, des bobines de fil de plusieurs centaines de kilomètres, une régulation des principaux éléments en température et des débits de *slurry* très importants pour assurer la présence d'abrasifs à l'endroit de la découpe à chaque instant. Toutes les évolutions de cette technique ont été réalisées essentiellement de manière empirique : optimisation des différents paramètres, choix des abrasifs (nature et taille), de l'huile, etc.

Photowatt et HCT ont ainsi réussi à développer des machines et des procédés qui donnaient de bons résultats, mais une barrière devait être franchie pour continuer à progresser : celle de la connaissance scientifique des divers mécanismes mis en jeu au cours du sciage à fil.

d) Les objectifs de la thèse

Les différents objectifs définis au début de cette étude étaient les suivants : une analyse détaillée du procédé afin de réunir les informations nécessaires pour dépasser l'empirisme et fiabiliser la production. La compréhension des nombreux mécanismes microscopiques et macroscopiques mis en jeu lors du sciage à fil : le mode d'enlèvement de matière par les grains d'abrasifs, l'évacuation des copeaux, l'entraînement du *slurry* par le fil, l'évolution des propriétés du fil et de l'abrasif, les différents ordres de grandeurs de frottement, de pressions de contact, de température, etc. Tout ceci était inconnu et empêchait la poursuite du développement de cette technologie.

La raison principale qui motive cette étude réside dans le coût du matériau silicium et dans les difficultés d'approvisionnement à venir compte tenu de la forte expansion des secteurs consommateurs (micro-électronique, photovoltaïque, etc.). Il est donc nécessaire d'économiser le silicium en continuant à réduire l'épaisseur des plaques, la largeur du trait de scie et en cherchant en permanence à diminuer la présence d'incidents de découpe et de défauts sur les plaques.

Il existe par ailleurs deux raisons techniques majeures incitant à réduire l'épaisseur des plaques : d'une part une épaisseur plus faible augmente le rendement photovoltaïque par une diminution du risque de recombinaison des électrons. L'épaisseur idéale du point de vue du rendement est toujours en débat, mais pourrait être de l'ordre de 50 µm et en tous cas bien inférieure à l'épaisseur actuelle. D'autre part, les contraintes engendrées dans une plaque plus mince étant plus faibles, le risque de rupture et la probabilité de rencontrer un défaut sont également plus faibles.

Il s'agit ainsi d'identifier les différentes limites du procédé afin de déterminer le rayon d'action dont on dispose pour atteindre ces objectifs.

e) Démarche de l'étude

La démarche que nous avons retenue repose sur une analyse qualitative et quantitative d'un certain nombre d'aspects du procédé. Cette analyse se fera de manière expérimentale et théorique aux deux échelles microscopique et macroscopique à base notamment d'observations et de simulations.

Nous voyons tout d'abord dans un premier chapitre que bien que les publications soient rares sur le sciage à fil, nous pouvons faire des analogies pour trouver des informations dans la littérature : nous avons affaire à un problème d'usinage par abrasifs libres, technique similaire au polissage (très répandu), notre matériau (silicium) présente bien des similitudes avec d'autres types de matériaux comme des verres ou des céramiques : ce sont des matériaux fragiles et leurs problèmes d'usure en général sont très étudiés depuis une cinquantaine d'années.

Les deux chapitres suivants développent une analyse du procédé en deux temps : le chapitre deux est en effet centré sur l'identification des différents phénomènes ayant lieu dans ce procédé : comportement et circulation de *slurry*, formation et évacuation de copeaux, endommagement dû à la découpe, étude thermique du procédé, soit en fait la compréhension des mécanismes du sciage à fil et de ses conséquences. Nous présentons ensuite dans le chapitre trois les limites du procédé : le régime de circulation ou l'évolution du fil par exemple, le rôle de l'abrasif ainsi que les différents types de défauts rencontrés soit au cours du sciage, soit à la surface des plaques. Ceci nous permet d'avancer un certain nombre de solutions à ces problèmes et de possibilités d'évolution du système.

Le chapitre quatre est dédié aux simulations expérimentales et théoriques du procédé : nous avons mis au point un essai d'usure nous permettant de reproduire fidèlement l'usure du silicium par les abrasifs, cet essai nous permettra de quantifier la capacité du matériau à s'user dans différentes conditions. Nous avons également mis en place un modèle mécanique qui, à partir des résultats expérimentaux, relie la géométrie de la nappe de fil et la pression de

contact aux différents paramètres de la découpe : il fournit notamment la courbure et la hauteur de la nappe en régimes transitoire et permanent.

Nous verrons enfin dans le cinquième chapitre une approche très théorique mais néanmoins instructive de l'aspect microscopique de l'enlèvement de matière grâce à la simulation numérique des différentes interactions possibles entre un grain d'abrasif et la surface de silicium. L'étendue des contraintes générées par cette interaction nous renseignera sur l'étendue des contraintes résiduelles et des endommagements du matériau.

CHAPITRE 1 : L'USINAGE PAR ABRASION DU SILICIUM

Nous allons dans ce chapitre étudier de quelle manière les grains d'abrasif usinent le silicium, par quels mécanismes microscopiques, afin de mieux comprendre le rôle de chacun des antagonistes (silicium, huile, abrasif, fil) dans ce phénomène d'usure. Nous allons tout d'abord décrire les conditions précise du sciage, puis nous présenterons les informations que nous apporte la littérature sur ce sujet. Nous verrons alors les deux types d'usure possibles avec des abrasifs. Les deux modes d'enlèvement de matière seront exposés, nous verrons qu'il peut y avoir une transition entre les deux. Tout ceci nous permettra de définir précisément les modes d'action de l'abrasif sur le silicium.

1.1. Description des paramètres et conditions du sciage à fil

Afin de comprendre de quelle manière se produit la découpe, le déroulement d'une procédure de sciage ainsi que les principaux paramètres doivent être introduits.

Les briques de silicium décrites plus haut (de section 101,5 x 101,5 ou 125 x 125 mm) issues des lingots sont collées sur des plaques de verre les unes contre les autres pour réaliser des assemblages d'une longueur acceptable pour la scie à fil (généralement 400 mm). Ce sont ces assemblages qui, une fois fixés sur leur support, sont introduits dans la scie. L'intérêt de la plaque de verre est que la découpe se terminera dans ce matériau, dont les caractéristiques sont assez proches de celles du silicium. On évitera ainsi les risques d'une casse du fil tout en s'assurant que la totalité du silicium est découpée. La procédure utilisée actuellement est la découpe de quatre assemblages simultanément et « inversée », c'est à dire de haut en bas, les assemblages descendent à travers la nappe de fil.

Le régime de déroulement du fil est particulier : il se déroule alternativement en avant et en arrière, avec une longueur « avant » supérieure à la longueur « arrière ». Ce régime est appelé ***back and forth***. Le fil est ainsi entraîné par deux des quatre guides-fil sur 300 mètres en avant, puis sur environ 150 mètres en arrière, rappelant le mouvement alternatif d'une scie à main. La distance arrière est ajustée en fonction de la largeur des assemblages (101,5 ou 125 mm) puisque la longueur de silicium découpée sera différente. L'utilité de ce régime est d'une part une optimisation de l'usure du fil, puisque la longueur de silicium découpée est calculée

en fonction de l'usure acceptable du fil et d'autre part une uniformisation de l'épaisseur des plaques, Photowatt avait en effet constaté qu'une découpe en continu générait des plaques plus épaisses d'un côté que de l'autre. Nous verrons au chapitre 3 que les motivations de l'adoption de ce régime de *back & forth* ne sont pas si évidentes et que son utilisation peut être remise en cause.

Le fil est tendu à environ 25 N, il se déroule d'une bobine émettrice pour s'enrouler sur les guides-fil et former la nappe avant de terminer sur une bobine réceptrice une fois usé. Les guides-fil (pièces cylindriques en acier) sont revêtus d'une couche de polyuréthane d'environ 5 mm d'épaisseur dans laquelle sont gravées des gorges dont l'espacement détermine l'écart entre les fils de la nappe et donc l'épaisseur des plaques découpées.

Le ***slurry*** (mélange abrasif composé d'huile minérale de coupe et de grains de carbure de silicium) est alors déversé sur la nappe de fil en abondance (son débit est de l'ordre de 75 kg/min) par l'intermédiaire de six buses disposées de part et d'autre des assemblages. Le grade de l'abrasif est F500, ce qui correspond à une taille moyenne des particules de l'ordre de 12 à 13 µm.

Les deux tables sur lesquelles sont fixés les assemblages descendent alors à une vitesse de 310 µm/min et le mélange abrasif entraîné par le fil découpe les plaques. La découpe dure environ 5h. Une fois terminée, les assemblages sont remontés puis sortis avec leurs supports, ils entrent alors dans les chaînes de nettoyage pour être décollées de ce support, et de séparation pour récupérer les plaques dans des casiers. A cette étape commencent les nombreux traitements nécessaires à l'obtention des cellules photovoltaïques.

Les grains d'abrasif sont donc entraînés dans la gorge (espace fil – silicium) par des mécanismes qui seront décrits plus en détail au chapitre 2. Nous allons en revanche nous intéresser maintenant à leur mode d'action sur le silicium.

1.2. Informations apportées par la littérature

Le sciage à fil étant avant tout un procédé industriel et dont le développement est relativement récent, toutes les recherches apparemment engagées sont appliquées, et menées dans un contexte de secret professionnel. On trouve ainsi très peu de publications récentes relatives à ce sujet dans la littérature.

Toutefois, une équipe américaine de l'Université de l'Etat de New-York s'est associée récemment à la société GT Equipment Technologies pour mener des recherches sur le sciage à fil. Un certain nombre de publications qui tentent d'expliquer les phénomènes mis en jeu dans ce procédé sont parues, elles sont souvent très théoriques, et parfois éloignées de la réalité. Nous retiendrons un article de Kao et al. [KAO-1998-a] qui tente de modéliser l'enlèvement de matière (silicium) par les grains d'abrasif (carbure de silicium). Les auteurs présentent le sciage à fil comme un procédé d'usinage par abrasifs libres (FAM : Free Abrasive Machining) qui est en fait l'abrasion trois corps, ou abrasion par des particules libres entre les deux surfaces. Nous aborderons ce sujet dans le paragraphe suivant. Leur but est de comprendre le processus fondamental du procédé de sciage à fil avec comme seul objectif de l'optimiser en vue d'augmenter l'efficacité et la productivité [Sahoo-1998] [Li-1998].

Pour ces auteurs, le processus d'abrasion trois corps est dominant. Il se traduit par le roulement des particules abrasives entre le fil et le silicium et par des indentations du silicium, ce mouvement de roulement-indentation générant les copeaux comme le montre la figure 1-1.

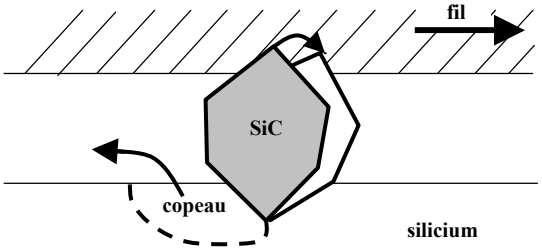


figure 1-1 : formation de copeau par roulement-indentation [KAO-1998-a]

La validation de cette explication suppose que la distance séparant le fil de la surface de silicium (ie l'épaisseur du film de *slurry*), soit inférieure à la taille moyenne des abrasifs puisque la particule doit indenter les deux surfaces ; nous verrons plus loin que si ce mécanisme existe bien, il est loin d'être prédominant. De plus, il est dit que le taux d'enlèvement de matière total est fonction de la concentration de l'abrasif dans le *slurry* et de la vitesse du fil. Ceci est valable pour le fil, mais en ce qui concerne la concentration d'abrasif, nous verrons plus loin que lorsqu'une certaine concentration est atteinte, le taux d'enlèvement de matière n'augmente plus.

Le second aspect abordé par ces auteurs concerne le mode de formation du copeau : ils présentent un mécanisme d'écaillage fragile dû à l'intersection des fissures radiales et médianes générées par l'indentation [KAO-1998-b]. Nous montrerons que ce mécanisme a bien lieu, mais dans une proportion largement minoritaire par rapport au mécanisme d'usinage ductile que l'on ne pensait pourtant pas rencontrer dans un matériau comme le silicium considéré généralement comme fragile.

Nous pouvons également citer la publication de Huffstutler et al. qui en 1967 ont étudié les performances d'une scie à fil expérimentale [HUFFSTUTLER-1967]. Celle-ci consiste en un fil fermé tendu à 0,4 N environ enroulé sur deux poulies distantes de 26 cm et entraînées par un moteur. Un *slurry* (mélange de 20 g d'eau, 120 g de glycérol et 70 g de carbure de silicium) est déversé sur ce fil qui va pouvoir découper un échantillon de petite taille. Ils étudient alors l'influence sur la vitesse de coupe de divers paramètres tels que la vitesse du fil (de 100 à 600 cm/s), le rapport diamètre du fil sur taille de l'abrasif, la force normale et la dureté du matériau.

En se basant sur les travaux de Barwell concernant les conditions limites de lubrification hydrodynamique d'un cas équivalent, les auteurs postulent que ce régime n'est pas atteint dans le cas du sciage à fil [BARWELL-1956]. Ils observent en effet que l'épaisseur du film de *slurry* est conditionnée par la taille des abrasifs comme nous le montrerons également au paragraphe 1.5. Ils pensent que le taux d'enlèvement de matière dépend du nombre, de la vitesse et du chargement des particules abrasives. La viscosité dynamique du *slurry* exercerait alors un rôle dominant sur la vitesse relative des particules et du fil. Ils proposent la relation empirique suivante :

$$\textit{vitesse de coupe} \propto \textit{(vitesse du fil)} \,.\, \textit{(force normale)} \,.\, \textit{(viscosité)}$$

pour des particules d'environ 1/8 à 1/5 du diamètre du fil (soit 20 à 30 µm pour notre fil) dispersées dans approximativement 30 à 50 % en volume de fluide.

Les auteurs pensent qu'il y a toutefois un seuil de vitesse au delà duquel un régime hydrodynamique serait atteint, réduisant ainsi le taux d'abrasion. Plus généralement, Il existerait ainsi des paramètres et des combinaisons optimum qui permettraient d'obtenir des valeurs correctes de taux d'abrasion, mais qui ne sont pas précisées dans cette publication.

La faible quantité de publications relatives au sciage à fil nous pousse donc à dissocier les différentes parties de ce problème et à faire des analogies avec d'autres procédés ou d'autres études.

1.3. L'enlèvement de matière par abrasion

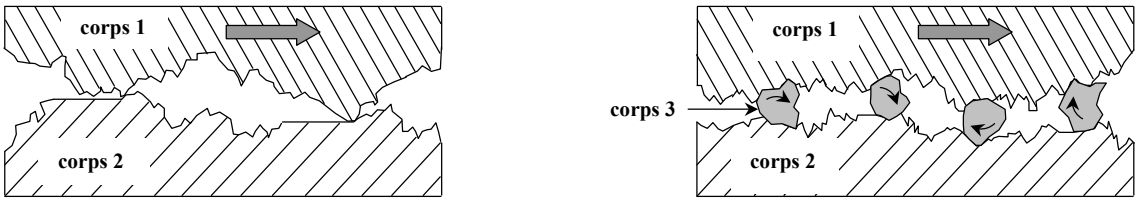
1.3.1. Les deux types d'abrasion

L'usure par abrasion d'un corps est provoquée par le glissement à sa surface d'un autre corps. Sous l'effet de la force normale appliquée entre ces deux corps, les « agents d'abrasion », qui peuvent être, soit des aspérités de l'autre corps, soit des particules plus ou moins libres engendrées par l'un des deux corps ou étrangères aux deux l'indentent et enlèvent des particules en se déplaçant [THORE-1984].

Ces agents d'abrasion peuvent être de diverses natures, et liés ou non à l'un des deux corps. Suivant les cas, on distinguera deux cas distincts [FINNIE-1981-a] :

- Si les particules dures qui constituent l'abrasif sont fixées à la surface du corps antagoniste et qu'elles se déplacent à la surface du corps étudié sans rouler, on parlera d'**abrasion deux corps**.
- Si maintenant ces particules sont indépendantes des deux surfaces en mouvement relatif et qu'elles sont libres d'indenter ces deux surfaces, animées d'un mouvement de translation et de rotation, c'est de l'**abrasion trois corps**.

La figure 1-2 présente ces deux types de mécanismes d'usure.



Abrasion deux corps **Abrasion trois corps**

figure 1-2 : mécanismes d'usure par abrasion [THORE-1984]

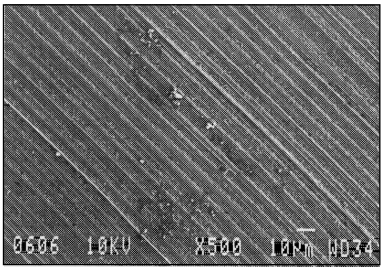
Malgré la différence de cinématique des aspérités ou particules responsables de l'abrasion, Misra et Finnie ont montré expérimentalement une grande similitude notamment de l'influence sur la vitesse d'abrasion de chacun des paramètres [FINNIE-1981-b]. De l'abrasion deux corps à l'abrasion trois corps, la vitesse d'usure diminue d'un ordre de grandeur, ceci venant du fait que dans le cas de l'abrasion trois corps, les particules ayant la possibilité de rouler provoquent une usure moindre.

Dans sa publication intitulée : « A review of two-body abrasive wear », Moore présente les mécanismes de base de l'abrasion deux corps, les propriétés des abrasifs, l'influence des variables de l'environnement abrasif et la relation entre l'usure abrasive (deux

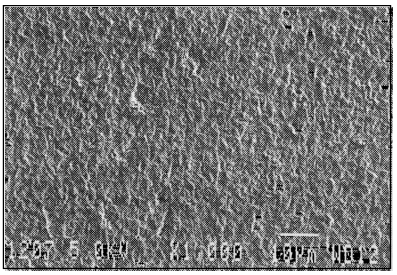
corps) et les propriétés mécaniques et métallurgiques [MOORE-1974]. Il met notamment en évidence l'effet de seuil de la taille de l'abrasif : le volume d'usure diminue brutalement lorsque la taille de l'abrasif devient inférieure à une centaine de microns. Concernant la forme de ces abrasifs, l'auteur cite les travaux de Goddard et Wilman qui ont calculé des coefficients de frottement lors de l'usure créée par des particules de formes diverses idéalisées [GODDARD-1962]. Si ce coefficient de frottement est relié à la déformation plastique lors de l'usure, la forme des particules doit alors contribuer au rapport de la quantité de matière évacuée par la quantité de matière qui s'écoule plastiquement.

Quel que soit le mécanisme par lequel une surface s'use, il provoque progressivement la modification de la microtopographie de cette surface. Le micro-relief final est bien souvent caractéristique du ou des mécanismes impliqués [QUANTIN-1986]. Chang et al. ont mis en évidence les différents états de surface générés par les différents mécanismes d'abrasion en étudiant le polissage de verres de silice par différentes tailles d'abrasifs en suspension dans de l'eau. L'observation de surfaces usées nous renseignera donc sur les mécanismes mis en jeu [CHANG-2000].

Trezona et al. [TREZONA-1999] ont également étudié la transition entre abrasion deux corps et trois corps. Ils ont pour cela réalisé des essais d'abrasion sphère-plan (test de cratérisation bille-plan), la bille étant en acier martensitique très dur (990 Hv) et le plan en acier à outil plus tendre (775 Hv). Ils ont intercalé entre la bille et le plan des *slurry* composés de carbure de silicium en suspension dans de l'eau distillée en quantités et concentrations différentes. Ils ont observé le type d'abrasion auquel ils avaient affaire dans chaque cas. Des images de surfaces ayant subi chacune un type d'abrasion sont reportées sur la figure 1-3. La première constatation en observant cette figure est que l'abrasion deux corps génère de nettes rayures sur la surface, parallèles à la direction de glissement. En revanche, l'abrasion trois corps forme une surface accidentée sans direction privilégiée puisque les particules sont libres de rouler dans une direction aléatoire et d'indenter cette surface en formant des cratères.



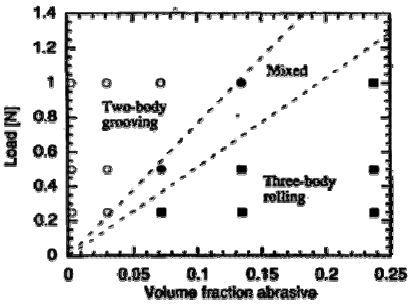
abrasion deux corps : stries



abrasion trois corps : cratères

figure 1-3 : surfaces abrasées [TREZONA-1999]

Cette étude montre donc que dans certaines conditions (de faible concentration en abrasif dans le *slurry* notamment) on peut obtenir un mécanisme d'abrasion deux corps bien que les grains d'abrasif qui ne soient pas fixés à la surface antagoniste. Une transition entre abrasion deux corps et trois corps a été identifiée pour un rapport critique de la force normale sur la concentration en abrasif du *slurry*. La figure 1-4a montre les différents régimes obtenus en fonction de la fraction volumique d'abrasifs. Les auteurs ont également constaté que le taux d'enlèvement de matière variait avec cette fraction volumique, avec un maximum à des concentrations de *slurry* intermédiaires (de l'ordre de 0,1) comme le montre la figure 1-4b. Les flèches montrent la transition entre l'abrasion trois corps à forte concentration et l'abrasion deux corps à faibles concentrations. Par exemple, pour une force normale de 0,5 N, la transition se produit pour une fraction volumique d'abrasif d'environ 8 %.



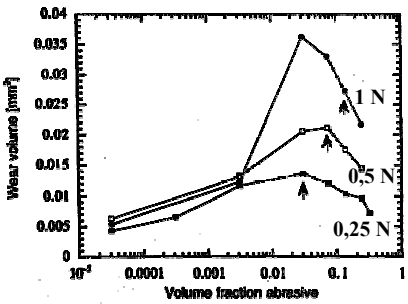


figure 1-4a : régimes d'abrasion en fonction de la fraction volumique d'abrasif

figure 1-4b : volume d'usure en fonction de la fraction volumique d'abrasif

figure 1-4 : influence de la concentration d'abrasif [TREZONA-1999]

A force normale importante ou faible concentration d'abrasif, et ce pour tous les abrasifs testés (diamant, carbure de silicium, alumine) le test produit ainsi un mécanisme d'abrasion deux corps. La transition entre les deux régimes d'abrasion a été trouvée pour un rapport de la force normale (exprimée en N) sur la fraction volumique de carbure de silicium (sans unité) égal environ à 7 N. Pour expliquer cette transition, Williams et Hyncica ont montré qu'une particule abrasive entre deux surfaces opère une transition de la rayure à la rotation lorsqu'une valeur critique du rapport de la plus grande longueur de la particule (D) sur la distance entre les deux surfaces (h) est atteinte comme le montre la figure 1-5 [WILLIAMS-1992].

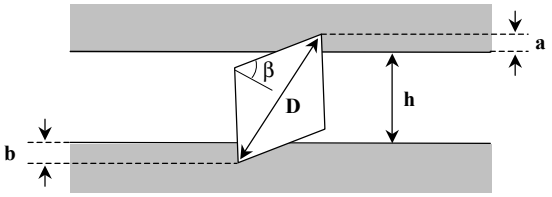


figure 1-5 : géométrie d'une particule abrasive entre deux surfaces [WILLIAMS-1992]

Ces auteurs ont déterminé la distance de séparation des surfaces (h) en supposant des conditions de lubrification hydrodynamique, comme l'avaient fait par ailleurs également les auteurs de l'université de New-York travaillant sur le sciage à fil [BHAGAVAT-2000]. Pour Trezona et al., les surfaces ne sont pas supportées par une pression hydrodynamique suffisante, (c'est également notre avis, qui sera détaillé plus bas), mais la séparation est déterminée par la force normale et le nombre de particules en contact, c'est à dire par la force normale par particule. En effet, si le contact contient beaucoup de particules sous un faible chargement, chaque particule indentera faiblement la surface et le rapport D / h sera ainsi proche de 1. Pour une géométrie de particule typique définie par $\beta = 55°$, le rapport critique de D / h est de 1,74 [WILLIAMS-1992] et à faibles chargements, on obtient alors de l'abrasion trois corps, avec roulement des particules. Si en revanche le contact contient peu de particules plus fortement chargées, elles indenteront les surfaces plus profondément, le rapport D / h sera alors supérieur à 1,74 et on obtiendra ainsi un mécanisme d'abrasion deux corps.

1.3.2. Les interprétations de l'abrasion par des abrasifs libres

Nous avons cité plus haut la nécessité de faire des analogies entre le sciage à fil et d'autres procédés, compte tenu du peu d'articles disponibles à son sujet. La première analogie que nous allons faire concerne le matériau : le silicium est un solide cristallin, à liaisons covalentes et fragile. Nous pouvons donc nous attendre à ce qu'il ait un comportement proche de celui d'un verre de silice, la seule différence étant la présence d'atomes d'oxygène et de

modificateurs, et la structure amorphe du verre. Le verre a été plus largement étudié que le silicium et surtout depuis plus longtemps. Ainsi, Buijs et al. traitent du polissage de matériaux fragiles comme le verre par abrasion trois corps [BUIJS-1993]. Ils utilisent pour cela un dispositif de polissage présenté sur la figure 1-6. Il consiste en un porte échantillons recevant des disques de verre tournant sur un plateau (en acier, en étain ou en cuivre) lui même entraîné en rotation. Entre ces deux surfaces est intercalé un *slurry* constitué de grains de carbure de silicium de cinq grades différents en suspension dans de l'eau déminéralisée.

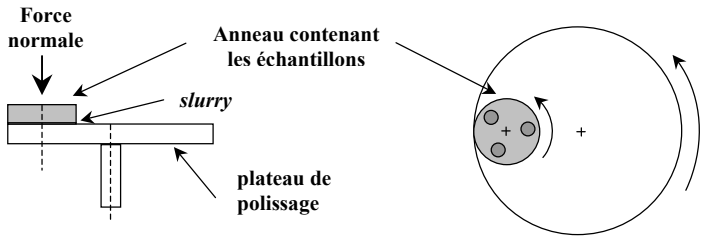


figure 1-6 : schéma du dispositif de polissage [BUIJS-1993]

Les auteurs rappellent que F.W. Preston fut l'un des premiers à étudier le polissage des verres par abrasion [PRESTON-1921]. Il observa deux faciès d'abrasion : l'un par stries, analogue à celui de l'abrasion deux corps, l'autre par cratères attribué à l'abrasion trois corps : la matière peut être en effet enlevée par des abrasifs coupants emprisonnés dans le plateau de polissage, ou par des particules roulantes qui laissent des traces d'indentations comme nous l'avons vu plus haut. Dans les deux cas, on peut avoir affaire à de la **déformation plastique** ou à de la **rupture fragile** si le chargement sur la particule abrasive dépasse le seuil de rupture du matériau, nous traiterons de cet aspect dans le paragraphe suivant.

Buijs et al. tentent de modéliser ce mécanisme d'abrasion. Le régime de déformation plastique est modélisé en appliquant les modèles dérivés de l'abrasion trois corps des métaux et en utilisant la théorie de l'indentation pour le régime de rupture fragile. Le but de cette approche est d'étudier l'influence sur le taux d'enlèvement de matière de grandeurs caractéristiques du matériau telles que la dureté, le module d'Young et la ténacité. Ils mesurent pour cela l'influence de la force normale, de la vitesse relative, de la dureté du plateau et de la taille des particules sur le taux d'enlèvement de matière, la rugosité de surface et la profondeur de la zone endommagée.

Ils observent que la vitesse d'enlèvement de matière dépend linéairement de la force normale appliquée et de la vitesse relative et que la rugosité et la profondeur de la zone endommagée en sont indépendantes. Ils font l'hypothèse que dans des conditions d'abrasion en état stationnaire, un nombre constant de particules abrasives est, à chaque instant, en contact simultanément avec l'échantillon et le plateau, et que chaque indentation enlève un copeau de l'échantillon de la taille d'une fissure latérale, donc selon un mécanisme de rupture fragile. La rugosité de surface est alors associée à la profondeur de ces fissures latérales et une expression est donnée en fonction de la force normale par particule en contact.

Ce modèle fournit donc, selon une démarche difficile à suivre, des expressions du taux d'enlèvement de matière, de la rugosité et de la profondeur d'endommagement en fonction des caractéristiques du matériau et permet de déterminer le chargement par particule. Parmi leurs conclusions, nous retiendrons que le chargement par particule abrasive, c'est à dire la force normale et ses conséquences, la rugosité et la profondeur de la zone endommagée sont indépendants du chargement total et de la vitesse relative. Le chargement effectif par particule

joue un rôle important, car il détermine si le seuil de rupture fragile est dépassé ou non (cf §1.4.), et donc si l'enlèvement de matière est **fragile** ou **ductile**.

Phillips et al. ont également réalisé des travaux intéressants et applicables à notre procédé sur l'enlèvement de matière au cours du polissage par abrasifs libres de verres et de silice fondue [PHILLIPS-1977]. Ils rapportent que l'usinage des céramiques dans des environnements chimiques autres que l'eau ont suscité de l'intérêt depuis que Rehbinder et Westwood ont remarqué de fortes augmentations de taux d'enlèvement de matière en utilisant des additifs chimiques dans le *slurry*. Plusieurs hypothèses avaient alors été avancées pour expliquer ces effets, elles sont toutes basées sur la manière avec laquelle l'additif modifie l'écoulement de la matière et les propriétés de rupture du matériau [REHBINDER-1948] [WESTWOOD-1974].

Phillips et al. pensent donc qu'il est essentiel de comprendre les mécanismes physiques de l'enlèvement de matière avant de pouvoir expliquer le rôle de l'environnement chimique. Partant du principe que l'usure générée par le perçage ou le polissage à la meule (mécanisme d'abrasion deux corps) se fait avec un taux d'enlèvement de matière qui varie avec le temps à cause de l'usure des outils, ils ont choisi d'étudier le polissage par abrasifs libres (abrasion trois corps). Un test d'abrasion plan-plan leur permet donc, en injectant un *slurry* neuf en continu, d'atteindre un état stationnaire avec un taux d'enlèvement de matière constant avec le temps.

Les auteurs font la même comparaison que Trezona et al. (figure 1-3), concernant la différence d'états de surface obtenus par de l'abrasion deux corps (rayures) ou trois corps (cratères sans direction privilégiée). Les particules abrasives libres ne sont attachées à aucune surface, mais sont libres de rouler. Les plus grandes sont parfois forcées de rouler selon le mécanisme de la figure 1-5. Au cours de cette rotation, les grains d'abrasif transmettent une partie de la force normale du plateau de polissage à l'échantillon, et sont contraints d'indenter les deux surfaces. Cette rotation permet aux particules d'indenter les surfaces mais pas de les rayer.

La figure 1-7a montre une surface de verre polie, puis abrasée un temps très court sur le test d'abrasion plan-plan mis au point pour cette étude, ceci pour observer une zone endommagée par une indentation, provoquée par un grain d'abrasif. La figure 1-7b est une indentation réalisée avec une pyramide Vickers sur la même surface.

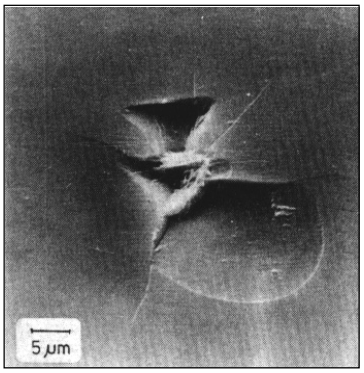


figure 1-7a : résultat de l'interaction entre la surface du verre et un grain d'abrasif

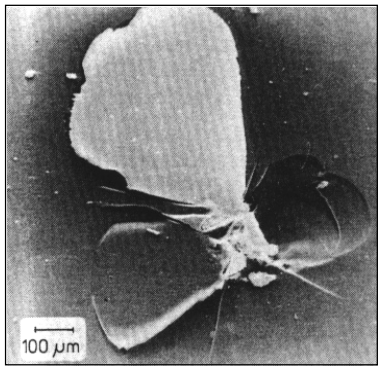


figure 1-7b : indentation Vickers de la surface du verre

figure 1-7 : images de microscopie électronique à balayage de surfaces de verre polies [PHILLIPS-1977]

L'interprétation par les auteurs de cette observation est que l'endommagement est de même nature dans les deux cas, que chaque indentation ôte de la matière et que les mécanismes d'intersections de fissures provenant d'indentations différentes sont minoritaires.

Ils ont donc construit un tribomètre linéaire plan-plan, qui leur permet de tester divers matériaux, avec diverses formulations de *slurry* et de mesurer l'épaisseur de ce lit de *slurry*, la force de frottement et le nombre d'interactions échantillon / abrasif par unité de temps. L'abrasif est du carbure de silicium de grades allant de 120 à 1000 (tailles de particules de 10 à 163 µm), le liquide formant le *slurry* est de l'eau ou des alcools.

Concernant l'effet de la force normale appliquée sur l'échantillon, les auteurs ont trouvé une épaisseur usée proportionnelle à cette force normale. Nous verrons au paragraphe suivant une formalisation de cette constatation. En revanche, la rugosité moyenne a été trouvée indépendante de la pression appliquée, mais diminue quand la taille moyenne de l'abrasif diminue.

La mesure de l'épaisseur de *slurry* séparant les deux surfaces a été réalisée avec un abrasif de taille moyenne 105 µm et dans une gamme de pression appliquée allant de 3.10^{-3} MPa à 3.10^{-2} MPa et avec trois systèmes matériaux / *slurry* différents. Jusqu'à environ 10^{-2} MPa, cette épaisseur de *slurry* diminue de 220 µm à 180 µm, puis reste égale approximativement à cette valeur quand on continue à augmenter la force normale. Les auteurs ne proposent aucune interprétation de ce résultat. Nous remarquons qu'il n'est pas cohérent avec le modèle qu'ils développent : leur hypothèse est que le mécanisme dominant résulte des indentations simultanées des deux surfaces par les grains d'abrasifs les plus nombreux. Or, la distance de séparation des surfaces est supérieure à la taille moyenne des grains, elle est du double jusqu'à une pression appliquée de 6.10^{-3} MPa, puis s'établit à une valeur légèrement supérieure à la taille maximale des grains. Notre hypothèse est donc que l'épaisseur de *slurry* est conditionnée par la taille des grains les plus grands, nous la présenterons plus en détail au paragraphe 1.5.

La force de frottement, c'est à dire la force qui résiste au mouvement de l'échantillon a également été mesurée en fonction de la force normale appliquée pour trois systèmes différents. Pour les trois cas, les auteurs obtiennent une bonne proportionnalité entre les deux forces, ce qui permet de définir un coefficient de frottement apparent que nous appellerons μ_0. Il est d'environ 0,15 pour l'abrasif le plus fin et augmente jusqu'à environ 0,2 quand la taille de l'abrasif augmente.

L'utilisation d'une méthode d'émission acoustique leur permet de détecter les impacts des particules abrasives à la surface de l'échantillon par unité de temps. Cet enregistrement du nombre d'indentations rapportées à la surface en fonction de la force normale appliquée montre que le nombre d'interactions augmente d'un facteur 10 entre 5.10^{-3} MPa et 4.10^{-2} MPa et est donc proportionnel à la force normale. Ce résultat est en accord avec les observations de Buijs pour lequel l'augmentation de force normale augmente de manière proportionnelle le nombre d'abrasifs actifs.

Les auteurs développent enfin un modèle basé sur leur interprétation du mode d'enlèvement de matière, qui leur permet de prédire la force normale appliquée à chaque particule et le taux d'enlèvement de matière. Leur hypothèse principale est que l'enlèvement de matière s'effectue selon un mode fragile par fissuration et écaillage générés par

l'indentation par les particules emprisonnées entre les deux surfaces. Le paragraphe 1.5. traitera de cette question.

1.3.3. Les modèles d'abrasion

La compréhension et la formalisation de l'usure par abrasion de surfaces en frottement a fait l'objet de nombreux travaux depuis une cinquantaine d'années. J.F. Archard en particulier a beaucoup travaillé sur l'usure non lubrifiée des métaux et a développé une loi d'usure applicable dans de nombreuses situations en s'appuyant sur des travaux antérieurs [ARCHARD-1953], [ARCHARD-1967].

Holm a posé une base logique pour estimer l'amplitude de l'usure : si on estime le taux d'usure comme le volume de matière enlevée par unité de longueur de glissement (soit la dimension d'une aire), la sévérité de ce taux d'usure peut être évaluée en le comparant à l'aire réelle de contact. En effet, deux surfaces en contact ne se touchent que par l'extrêmité de leurs aspérités les plus hautes et cette aire de contact est déterminée par la déformation du matériau dans ces régions sous l'effet de la force normale appliquée. L'aire réelle de contact résultante, qui est en général une petite part de l'aire apparente de contact, comprend alors une multitude de petites aires individuelles dont le nombre, la taille et la distance de séparation vont influencer certaines observations (la résistance électrique de contact par exemple) [HOLM-1946].

Pour Burwell et Strang, le taux d'usure est, en général, proportionnel à la force normale et indépendant de l'aire apparente de contact [BURWELL-1957]. Ils observent en revanche une déviation majeure à cette règle lorsque la pression appliquée sur l'aire apparente de contact approche le tiers de la dureté du matériau. Leur explication est que les régions situées sous la surface sont alors déformées plastiquement : elles peuvent alors se fondre avec les aspérités adjacentes, augmentant ainsi l'aire de contact. Archard et Hirst trouvent également **le taux d'usure indépendant de l'aire apparente de contact et proportionnel à la force normale** [ARCHARD-1956]. Ils classent alors l'usure des métaux en deux catégories : usures douce et sévère. Dans le premier cas, les surfaces restent peu attaquées et sont protégées par des couches d'oxyde de surface. Les débris font quelques dizaines de nanomètres. L'usure sévère en revanche est le résultat d'un contact plus marqué : les débris sont des particules métalliques d'une taille de l'ordre du millimètre. Rabinowicz complète cette classification en y ajoutant une usure minimale, qui représente le plus faible taux d'usure possible, l'usure se faisant à l'échelle moléculaire [RABINOWICZ-1984].

Rabinowicz et Tabor ont fait l'étude de l'usure par transfert de surfaces métalliques en frottement [RABINOWICZ-1951]. L'usure se fait alors par adhésion d'une aspérité sur l'autre surface, puis par détachement de cette aspérité rendu possible par l'échauffement important. Le volume de matière ainsi déplacé par unité de longueur de glissement est là encore proportionnel à la force normale. Cette étude montre qu'**un fort taux d'usure n'est pas nécessairement associé à une forte valeur du frottement**.

De toutes ces théories ressortent un certain nombre de points communs : quel que soit le mécanisme étudié, **le volume d'usure est proportionnel à la force normale appliquée et à la longueur de glissement**. De plus, toutes les théories partent du concept d'aire réelle de

contact : les surfaces s'usent là où elles sont en contact. Archard formalise ainsi ces constatations de la manière suivante : il relie le volume usé V sur une distance L à l'aire réelle de contact A [ARCHARD-1953]. Le principe est que lorsque deux aspérités (assimilées à des hémisphères) entrent en contact, celle de dureté la plus faible se cisaillera, générant une particule d'usure selon le schéma de la figure 1-8a. La figure 1-8b illustre la modélisation de l'abrasion deux corps réalisée par Rabinowicz [RABINOWICZ-1961]. Cette approche consiste à considérer que chaque particule est de forme conique et creuse un sillon dans le corps le plus mou sous une contrainte égale à la dureté Vickers du matériau (H_v). La surface de la rayure ainsi crée est proportionnelle à l'aire réelle de contact qui vaut W / H_v.

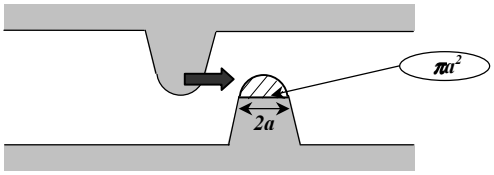


figure 1-8a : base de la formulation d'Archard

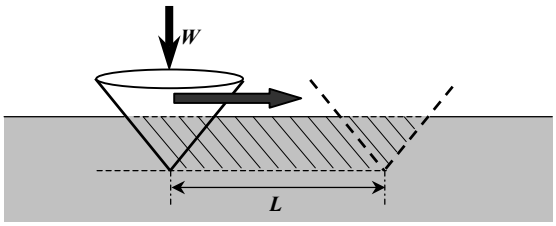


figure 1-8b : schématisation de Rabinowicz

figure 1-8 : principes d'établissement du modèle d'usure [ARCHARD-1953] [RABINOWICZ-1961]

Nous allons voir que ces deux schématisations sont en fait équivalentes, puisqu'elles reposent sur la notion d'aire réelle de contact qui est proportionnelle à W / H_v. Ainsi, dans l'approche d'Archard, l'aspérité va se cisailler sur une surface de rayon a, l'aire de cette surface est donc $\delta A = \pi a^2$. La profondeur de matière enlevée est proportionnelle à a, le volume δV du copeau est donc proportionnel à a^3. La distance de glissement $\delta L = 2a$ est donc proportionnelle à a. Le taux d'usure qui est le rapport du volume usé δV par unité de longueur de glissement δL est ainsi proportionnel à a^2 et donc à δA.

Nous allons le calculer : le volume du copeau est le volume de l'hémisphère : $\delta V = \frac{1}{2} \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot a^3$ et donc, $\frac{\delta V}{\delta L} = \frac{4\pi a^3}{2.3.2a} = \frac{\pi . a^2}{3} = \frac{\delta A}{3}$. Les valeurs totales du volume usé, de la longueur de glissement et de l'aire réelle de contact sont : $V = \sum \delta V$, $L = \sum \delta L$ et $A = \sum \delta A$. Le taux d'usure est donc : $\frac{V}{L} = \sum \frac{\delta V}{\delta L} = K . \sum \frac{\delta A}{3} = \frac{K.A}{3}$.

La constante *K* introduite à ce stade traduit le fait que toutes les aspérités ne donnent pas une particule d'usure. On peut interpréter K comme la probabilité que chaque événement donné produise une particule d'usure, ou encore la proportion des contacts qui participent à l'usure. Cette constante adimensionnelle résume en fait l'influence de tous les paramètres non pris en compte par ailleurs (géométrie des abrasifs, cinématique, etc.). Nous avons vu que $A = \frac{W}{H_v}$, donc $\frac{V}{L} = \frac{K.W}{3.H_v}$ et finalement :

$$\boxed{V = \frac{K}{3.H_v}.W.L}$$ **équation 1-1**

C'est la formulation classique de la **loi d'Archard**, elle traduit la proportionnalité du volume d'usure et de la longueur de glissement et de la force normale. Elle montre également que l'usure est indépendante de l'aire **apparente** de contact, mais proportionnelle à l'aire **réelle** de contact. Si cette aire de contact est formée par des déformations plastiques, l'usure est inversement proportionnelle à la dureté et l'aire réelle de contact est proportionnelle à la force normale. Cette loi s'applique dans bien des domaines, la difficulté résidant dans le choix

d'une valeur de *K* appropriée. La prédiction de l'usure d'un système donné passera en effet par une évaluation de cette constante de vitesse d'usure *K*. De nombreux travaux sont en effet consacrés à cette prédiction. Citons Rabinowicz qui regroupe dans deux tableaux les principales valeurs de *K* en fonction des différents types d'usure pour des contacts métal-métal et céramique-céramique [RABINOWICZ-1984]. Nous verrons au chapitre 4 que cette loi s'adapte à notre procédé.

1.4. Le mode d'enlèvement de matière

Après avoir vu les différents modes d'usure possibles, nous allons nous attacher à la manière avec laquelle la matière est arrachée de la surface. Nous savons pour cela que le silicium est un matériau considéré comme fragile, et que nous avons affaire à de l'abrasion par abrasifs libres de rouler et d'indenter la surface.

La nature des liaisons atomiques détermine le comportement d'un matériau et notamment sa dureté et son module d'élasticité. Elle détermine de plus généralement le mécanisme d'enlèvement de matière. Les métaux, caractérisés par des liaisons métalliques dans lesquelles les électrons de valence sont partagés librement entre les atomes de la structure, sont usinés typiquement en régime ductile, c'est à dire avec un écoulement plastique de la matière et la formation de copeaux.

En revanche, la faible densité et la faible mobilité des dislocations sont les raisons de la grande dureté des matériaux fragiles. L'usinage des verres, des céramiques et des matériaux fragiles caractérisés par des liaisons interatomiques covalentes, se fait en général en régime fragile, avec la formation de fissures verticales lors de l'application de l'effort de coupe et de fissures latérales lors du déchargement. La formation des fissures latérales provoque de l'**écaillage** lors de leur intersection avec la surface, ce qui représente le principal mode d'enlèvement de matière. C'est ce type d'enlèvement de matière qui est attendu pour le silicium. Nous allons voir que les mécanismes sont en fait plus compliqués.

1.4.1. Etude de la fissuration par l'indentation

Marshall et Lawn ont étudié les propriétés mécaniques des verres et des céramiques à l'aide des techniques d'indentation [MARSHALL-1986], le principe étant que le contact d'un indenteur fin en diamant avec la plupart des surfaces fragiles provoque une déformation permanente et laisse une empreinte résiduelle à partir de laquelle on peut obtenir une mesure de la dureté. L'élasticité du matériau aura également une part importante dans ce processus. Mais le fait le plus caractéristique de cette technique appliquée aux matériaux fragiles est l'apparition de fissures radiales partant des coins de l'empreinte. Un examen microscopique de la surface de l'empreinte pendant et après l'indentation donne des informations intéressantes sur la déformation et la fracture du matériau. Pour ces auteurs, l'indentation simule donc les évènement individuels des processus d'enlèvement de matière comme l'usure abrasive.

Les mécanismes de formation des différents types de fissures provoquées par l'indentation des matériaux fragiles sont maintenant bien connus [ANSTIS-1981], [DESA-1999], [QU-2000] et sont bien résumés par Sreejith et Ngoi sur la figure 1-9 [SREEJITH-2001].

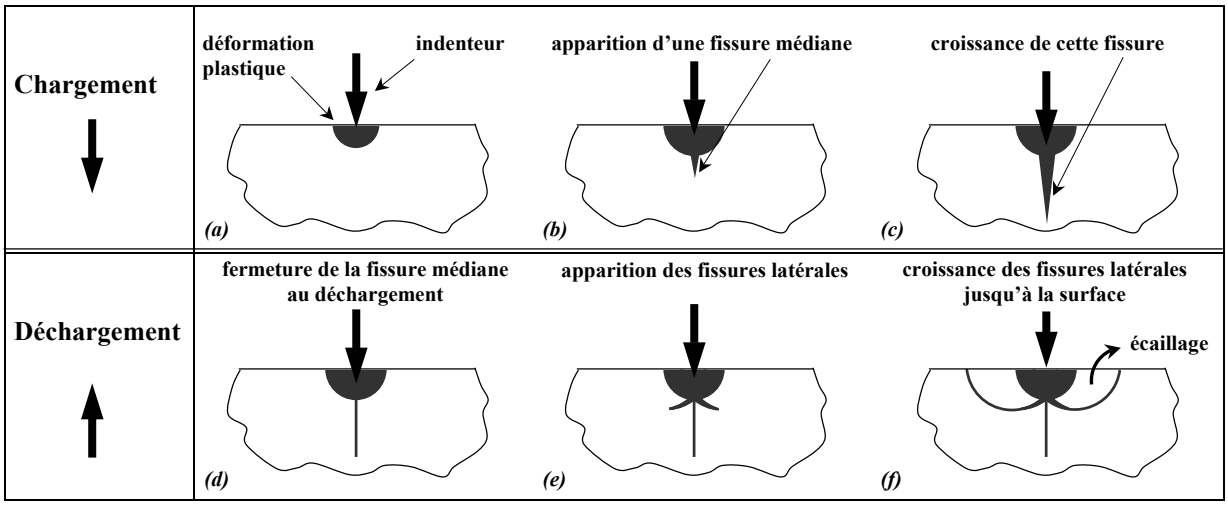
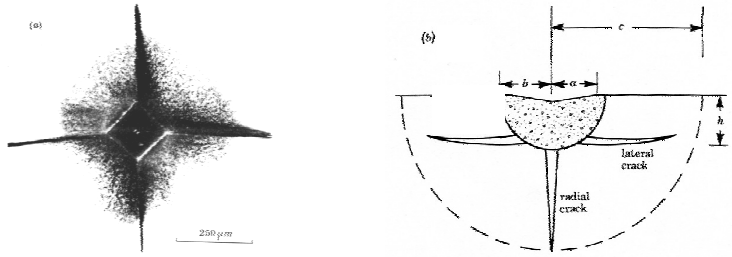


figure 1-9 : différentes étapes de l'indentation [SREEJITH-2001]

Lorsque l'indenteur commence à s'enfoncer dans le matériau, celui-ci est tout d'abord soumis à une forte pression hydrostatique qui génère une zone de **déformation plastique** (étape *a*). A l'étape *b*, une **fissure médiane**, créée par cette zone plastique, apparaît, elle va croître au fur et à mesure de l'enfoncement de l'indenteur comme le montre l'étape *c*. Au déchargement, la fissure médiane se referme (étape *d*), puis lorsque l'indenteur commence à quitter la matière, des amorces de fissures apparaissent à la base de la zone de déformation plastique (étape *e*) dans un plan presque parallèle à la surface de l'échantillon, elles sont dues à un champ de contraintes de tension résiduelles. Lorsque l'indenteur remonte pour sortir de l'échantillon (étape *f*), les **fissures latérales** croissent jusqu'à atteindre la surface. Elles sont ainsi responsables d'un **écaillage** de cette surface. Ce mécanisme est typiquement celui d'un enlèvement de matière fragile par écaillage.

L'explication de la différence de comportement observée entre le chargement et le déchargement est donnée par Marshall et al. : ces auteurs ont observé l'évolution des fissures d'un matériau optiquement transparent pendant l'indentation. Ils confirment ainsi que la configuration finale de la fissuration n'est atteinte qu'après le déchargement de l'indenteur [MARSHALL-1983]. Chaudhri a fait les mêmes constatations en étudiant les fissures générées par l'indentation Vickers de verres [CHAUDHRI-1990]. La figure 1-10 montre ainsi l'empreinte résiduelle laissée par un indenteur Vickers sur une surface fragile, ainsi que le motif des fissures résultantes ainsi que la zone de déformation plastique qui est assimilée à un volume hémisphérique pour une pyramide Vickers.



empreinte résiduelle d'indentation — **coupe schématique montrant la zone de déformation plastique et les fissures**

figure 1-10 : configuration finale des fissures d'indentation [CHAUDHRI-1990]

Leurs observations établissent que la propagation des fissures est rendue possible par la présence d'un champ de contraintes résiduel dû à la nature élasto-plastique de la déformation sous l'indenteur. L'existence de **contraintes résiduelles** est clairement démontrée par ces auteurs qui ont observé la propagation de fissures après enlèvement de l'indenteur. Banini et al. ont réalisé des mesures de ces contraintes résiduelles [BANINI-2001].

Lawn et al. proposent un modèle d'initiation de fissures sous un indenteur aigu [LAWN-1977-a]. En utilisant une approximation de la distribution des contraintes de tension, un calcul de mécanique de la rupture leur fournit les conditions nécessaires à la croissance de la fissure médiane à partir de défauts situés sous la surface. Cette analyse leur donne une relation entre la taille du défaut critique et la force normale à appliquer sur l'indenteur pour lui permettre de croître. Leur modèle ne tient en revanche pas compte de la nature des défauts initiaux, ni de leur taille minimale, qui n'est pas précisée

Le comportement des matériaux après déchargement peut être prédit grâce à un paramètre appelé index d'indentation X qui est fonction du module d'élasticité du matériau, de sa contrainte d'écoulement et du demi-angle de l'indenteur :

$$X = \frac{E}{\sigma_0}.\cot\theta \qquad \textbf{équation 1-2}$$

Cet indice permet de quantifier la part de l'élasticité lors de l'indentation, c'est un paramètre rhéologique [LAVAL-1995], [ANGELELIS-1998]. Il permet de distinguer classiquement les trois zones possibles de comportement des matériaux :

- si ***X* est inférieur à 1**, le comportement est **purement élastique**,
- pour ***X* compris entre 1 et 30**, le comportement est **élasto-plastique**, ce qui est le cas de la plupart des polymères, le matériau plonge alors sous l'indenteur,
- pour ***X* supérieur à 30**, le comportement est **parfaitement plastique**, c'est typiquement le cas des métaux, le matériau remonte alors en formant des bourrelets lors de l'enfoncement de l'indenteur. Ces bourrelets s'accentuent lors du déchargement.

Dans notre cas, pour le silicium, l'index d'indentation va être compris entre **10** et **30**. En effet, la valeur de module d'élasticité que nous retiendrons est $E=127GPa$, (mesure d'un laboratoire de Dresde sur du Polix®), la contrainte d'écoulement est déduite approximativement de la dureté Vickers qui est de $1100\ H_v$, soit $\sigma_0=4,4GPa$ et le demi-angle des grains d'abrasifs qui vont indenter la surface est compris approximativement entre 45 et 70°, soit un $\cot\ \theta$ compris entre 0,3 et 1. Nous voyons donc que le silicium aura a priori un comportement élasto-plastique. Nous aborderons plus en détail cet aspect au chapitre 5 lors de la simulation numérique d'essais de rayure.

Nous venons de voir que l'on peut s'attendre pour le silicium à un enlèvement de matière fragile par écaillage compte tenu de sa dureté et de sa fragilité, l'usinage de ces matériaux montre des comportement en fait plus compliqués que nous allons étudier maintenant.

1.4.2. La plasticité des matériaux fragiles

Scott et Danyluk ont examiné les copeaux obtenus par des essais de rayure d'une surface de silicium [SCOTT-1992]. Ils ont utilisé un appareil de rayure linéaire équipé d'une pyramide en diamant d'un angle de 90° et ont fait leurs essais sur du silicium monocristallin. Ils ont ainsi observé en microscopie électronique à balayage des **copeaux continus** tels qu'ils sont habituellement observés lors de l'usinage des métaux (ductiles). La plasticité qu'ils observent est inattendue puisque le silicium montre une mobilité réduite de ses dislocations en dessous de 650 °C. Leur étude montre ainsi que la micro-fissuration et l'écaillage ne seraient pas les mécanismes dominants lorsque la déformation est localisée dans un petit volume puisque la déformation observée montre une grande part de plasticité, même à température ambiante.

Nous avons vu au paragraphe précédent qu'en indentation statique des surfaces fragiles, rupture fragile et déformation plastique se produisent à des échelles comparables. Lamy, dans ses travaux sur la rayure de surfaces fragiles, utilise le rapport de la dureté H sur la ténacité K_c comme index de fragilité [LAMY-1984], proposé également par Lawn et al. [LAWN-1977-b]. Cette approche est en effet pertinente car la dureté est une mesure de la résistance à la déformation plastique et la ténacité, une mesure de la résistance à la rupture fragile. De plus, H et K_c ayant des dimensions différentes, le rapport H/K_c a la dimension d'une distance à la puissance $(-1/2)$, et donc, $(K_c/H)^2$ a la dimension d'une longueur. Une analyse de mécanique de la rupture de la fissuration en indentation donne l'expression de la force normale critique P_c nécessaire à la nucléation de fissures et de la dimension minimale des fissures correspondantes C [MARSHALL-1986] :

$$P_c = \lambda_0 K_c \left(\frac{K_c}{H}\right)^3 \qquad C = \mu_0 \left(\frac{K_c}{H}\right)^2 \qquad \textbf{équation 1-3}$$

λ_0 est une constante géométrique, μ_0 est proportionnelle à E/H. Ainsi, le mécanisme d'initiation de la rupture suggère un effet de taille inhérent au matériau.

Ainsi, si P est la force normale appliquée sur l'indenteur, trois régimes distincts peuvent être identifiés :

- si $P < P_c$, l'endommagement est totalement contrôlé par la déformation plastique (figure 1-11b),

- si $P > P_c$, la fissuration et l'écaillages sont prédominants (figure 1-11a),

- si $P \approx P_c$, la fissuration et la déformation plastique opèrent à des échelles comparables, la longueur $(K_c/H)^2$ devient le paramètre important. Le facteur K_c/H est en effet ce qui gouverne la nature ductile ou fragile du contact. La quantité inverse H/K_c est ainsi un **« index de fragilité »** pertinent.

Ces observations lui permettent alors, à l'aide d'un essai de rayure pendulaire de tester différents matériaux. Il observe également une **transition de la profondeur de rayure *h* caractéristique d'une transition de type d'abrasion ductile à fragile**. Le taux d'enlèvement de matière augmente considérablement (d'un facteur 10) au cours du passage au comportement fragile. Les résultats de ces essais sont réunis dans le tableau 1-1.

	silicium	quartz	alumine	Verre à vitre
dureté ($GN.m^{-2}$)	9	14	11,8	5,3
ténacité ($MN.m^{-3/2}$)	4,8	5,4	4,3	1,3
h (µm) (expérimental)	11	8	7	4
C (µm) (théorique)	8 - 12	4 – 7	4 - 6	2 - 3
P_c (N) (théorique)	0,6 - 16	0,27 - 6,8	0,18 – 4,6	0,017 – 0,42

tableau 1-1 : résultats expérimentaux et théoriques pour quatre matériaux

Ces résultats montrent clairement la nature semi-fragile de ces quatre matériaux : rupture fragile et déformation plastique se produisent bien à une échelle comparable. Nous remarquons également une bonne corrélation des résultats expérimentaux (h) et calculés (C). Toutefois, selon les théories, la valeur de la force critique varie d'un ordre de grandeur.

La figure 1-11 montre les deux types de comportements que nous avons décrits. Le comportement fragile est caractérisé par la présence de nombreuses écailles (en noir sur la photo). Nous avons vu que différents types de fissures peuvent apparaître: médianes ou latérales. Pour le silicium multi-cristallin étudié, seules les fissures latérales conduisent au phénomène d'écaillage comme précisé dans l'étude de Buijs et al.. La morphologie des fissures fragiles latérales dépend en effet de la taille des grains et de la cohésion intergranulaire.

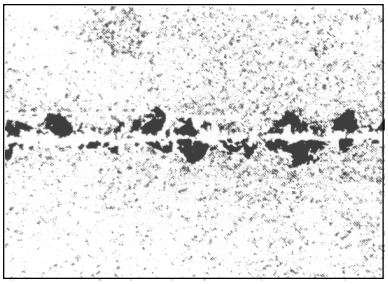


figure 1-11a : rayure fragile

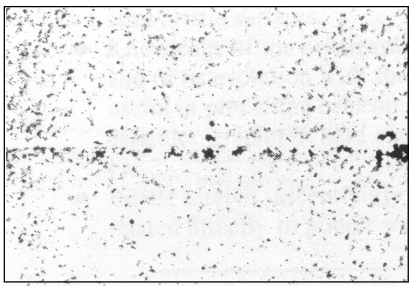


figure 1-11b : rayure ductile

figure 1-11 : les deux types de rayures [SCOTT-1992]

L'index de fragilité semble donc être un paramètre pertinent pour déterminer la nature du processus de rayure, particulièrement pour les matériaux semi-fragiles (comme le silicium), c'est-à-dire ceux qui ont une ténacité inférieure à 8 $MN.m^{-3/2}$ et une dureté supérieure à 8 $GN.m^{-2}$. Ainsi, la connaissance des paramètres rhéologiques H, K_c et H/K_c et de leur variation avec la vitesse peuvent conduirent à la compréhension et à la prédiction du comportement des matériaux semi-fragiles dans des environnements abrasifs.

Dans leur étude de l'usure abrasive des matériaux fragiles, Moore et King confirment que fissuration et déformation plastique contribuent tous les deux à l'enlèvement de matière des matériaux fragiles [MOORE-1980]. Le mécanisme prédominant dépendra alors clairement de l'échelle de l'indentation et de la forme des particules abrasives. La déformation plastique sera ainsi favorisée par des particules d'angles d'attaque assez ouvert ou par des forces normales appliquées faibles. La profondeur critique d'indentation $(K_c/H)^2$ au delà de laquelle la fissuration débute est alors aussi importante que les valeurs absolues de K_c et de H pour déterminer les mécanismes. Puisque le taux d'enlèvement de matière par fissuration et écaillage est d'environ un ordre de grandeur supérieur à celui de la déformation plastique, l'usure des matériaux fragiles varie dans une large gamme. A cause de cette combinaison de déformation plastique et de rupture fragile, il n'y a pas de relation simple entre l'usure et les propriétés mécaniques des matériaux fragiles.

Ces constatations faites, l'exploitation de la plasticité des matériaux fragiles est devenue un important sujet d'étude. En effet, on trouve dans cette classe de matériaux les céramiques, de plus en plus utilisées pour leur très bonne résistance à l'usure notamment. La tendance est d'aller vers une précision toujours plus grande, une réduction des jeux et donc un usinage toujours plus précis et plus contrôlé. L'autre grande famille de matériaux fragile à laquelle on attache le plus grand intérêt aujourd'hui est celle des semi-conducteurs. La fabrication de micro-processeurs de plus en plus petits pose en effet de nombreux problèmes de rectification et de polissage. Des travaux sont ainsi réalisés sur les mécanismes d'enlèvement de matière générant des profondeurs d'endommagement de plus en plus faibles, et des états de surface toujours meilleurs [KRULEVITCH-2001].

Ainsi, Bifano et al. ont étudié la rectification en régime ductile [BIFANO-1991]. Ils ont ainsi construit une rectifieuse permettant d'usiner des échantillons de 6 x 6 x 18 mm à l'aide d'une meule de 100 mm de diamètre tournant à 5000 tr/min. Leur but était alors de mettre en évidence cette transition ductile-fragile.

Ces auteurs rappellent que des copeaux peuvent être formés plastiquement lors de l'usinage de matériaux fragiles si la profondeur de coupe est faible : inférieure à 1 µm et que ce phénomène de formation de copeaux a été observé lors du micro-usinage d'une grande variété de matériaux, céramiques, verres et cristaux. Ceci suggère que le mécanisme de formation de copeau ductile serait indépendant de la nature du matériau (fragile ou ductile, dur ou tendre, cristallin ou amorphe, etc).

La transition de l'enlèvement de matière ductile à fragile à de faibles profondeurs de coupe peut être envisagée à l'aide de considérations d'énergie d'enlèvement de matière : en dessous du seuil de la transition, l'énergie nécessaire à la propagation des fissures est supérieure à celle nécessaire à la déformation plastique : la plasticité devient alors le mécanisme prédominant.

L'existence de cette transition de profondeur de passe a été mise en évidence grâce à leur rectifieuse sur de la silice en faisant varier la profondeur de passe. La figure 1-12 présente le pourcentage de fractures de surface en fonction de cette profondeur de passe (1-12b) et des images de microscopie électronique à balayage des états de surfaces obtenus en régime ductile (1-12a), fragile (1-12d) et intermédiaire (1-12c).

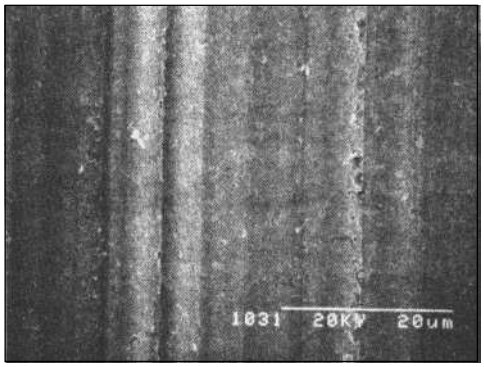


figure 1-12a

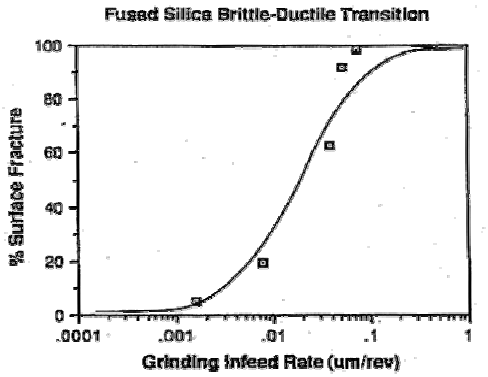
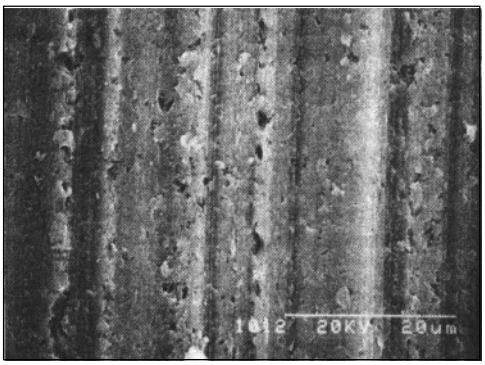


figure 1-12b



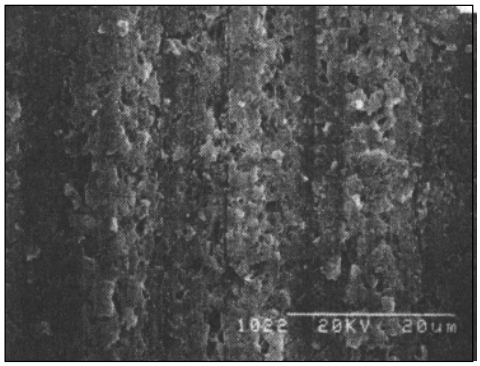


figure 1-12c **figure 1-12d**

figure 1-12 : mise en évidence de la transition ductile fragile par rectification d'une surface de silice [BIFANO-1991]

Cette étude montre qu'une variation de la profondeur de passe de 2nm/rev à 75 nm/rev provoque un passage de 5 % à 99 % de fracture de surface. Les auteurs en déduisent que la théorie de la transition ductile-fragile est confirmée.

Reprenant les travaux de Marshall et al. présentés plus haut, les auteurs proposent une formulation de la profondeur de passe critique [MARSHALL-1986]. Ils mesurent ainsi la profondeur de transition, c'est à dire la profondeur de passe qui produit 10 % de fracture de surface et calculent pour les dix matériaux qu'ils ont testés la quantité $\left(\frac{E}{H}\right)\cdot\left(\frac{K_c}{H}\right)^2$. Les résultats de ces calculs et mesures sont regroupés sur la figure 1-13.

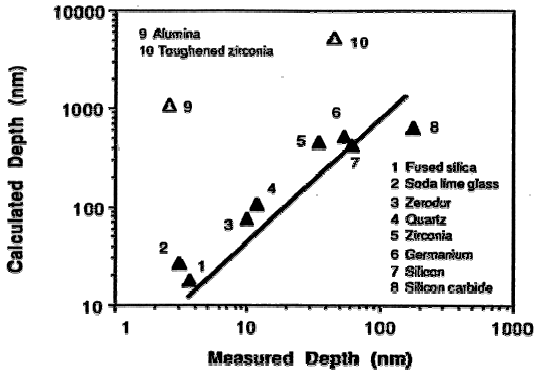


figure 1-13 : profondeur de transition mesurée pour les dix matériaux testés en fonction de la grandeur $\left(\frac{E}{H}\right)\cdot\left(\frac{K_c}{H}\right)^2$ [BIFANO-1991]

Ils observent ainsi une bonne corrélation entre les valeurs mesurées et calculées et en déduisent un coefficient de proportionnalité de 0,15, leur permettant de donner l'expression de la profondeur critique (cf équation 1-3) :

$$\boxed{d_c = 0{,}15\cdot\left(\frac{E}{H}\right)\cdot\left(\frac{K_c}{H}\right)^2} \qquad \textbf{équation 1-4}$$

Les auteurs précisent que seuls les matériaux (alumine, zircone stabilisée) montrant des variations significatives de K_c en fonction de la profondeur d'indentation ne sont pas représentés par cette expression. En effet, les propriétés de rupture de ces matériaux varient avec la profondeur d'indentation et ce phénomène est particulièrement gênant pour la mesure de K_c. Des effets d'échelle peuvent conduire à une dépendance de K_c avec la taille des fissures qui peut avoir un effet très important sur certains matériaux. Pour ces matériaux, des

estimations du comportement de K_c avec de faibles indentations peuvent être utilisées pour modifier l'expression de la profondeur critique.

Nous observons sur la figure 1-13 la valeur déterminée pour le silicium : environ 60 nm. Cette valeur est 20 fois inférieure à celle déterminée par Lamy [LAMY-1984]. Notons l'importance de l'angle de la particule qui génère l'enlèvement de matière : Lamy a utilisé un appareil de rayure pendulaire possédant un angle au sommet de 90° alors que Bifano et al. utilisent une meule tournant à 5000 tr/min, donc une vitesse très largement supérieure à celle produite par l'essai de rayure pendulaire et dont on ne connaît pas les caractéristiques, notamment la taille, l'angle, la dureté des particules.

La nature du silicium (mono ou multi-cristallin) n'est de plus mentionnée dans aucun des deux cas, pas plus que les valeurs de dureté, tenacité et module d'élasticité pour l'étude de Bifano et al.. Or le module d'Young par exemple du silicium monocristallin dépend fortement de l'orientation cristallographique : les auteurs rapportent des valeurs allant de **125 GPa** dans la direction <100> à **190 GPa** dans la direction <111> [KLOCKE-2000], [CHEN-2000]. On peut ainsi imaginer également des différences pour les autres grandeurs physiques, et la connaissance précise des conditions expérimentales et des valeurs retenues pour les calculs deviennent ainsi primordiales pour toute comparaison.

Leung et al. ont utilisé un tour de précision pour étudier l'influence de la profondeur de passe avec un outil en diamant sur la nature des mécanismes d'enlèvement de matière du silicium [LEUNG-1998]. Leur objectif est de déterminer les conditions permettant l'usinage ductile et donc de mettre en évidence la transition ductile-fragile. Ils augmentent donc la profondeur de passe à chaque test et concluent grâce à des mesures de rugosité et des observations au microscope électronique à balayage des surfaces tournées. Ils observent différentes profondeurs de passe critiques en fonction de l'avance de l'outil : avec une avance faible (10 mm/min), la transition de produit à 10 µm environ et lorsque l'avance augmente, cette transition chute jusqu'à quelques microns. Ils trouvent également une dépendance de la profondeur de transition en fonction de l'orientation cristallographique, mais qui n'est pas clairement chiffrée. Ils concluent qu'il existe une profondeur de passe critique qui dépend des conditions opératoires et des propriétés de l'outil et du matériau. Une interprétation toutefois intéressante de ces variations est qu'il ne serait pas nécessaire que tout le copeau soit déformé plastiquement, seule la région proche de la surface finie le serait et l'intérieur du copeau pourrait être fissuré. Le même type d'étude a été réalisé par Blackley et al. sur du germanium avec un dispositif expérimental similaire [BLACKLEY-1991]. Ils ont constaté une augmentation de la profondeur de transition lorsque l'angle d'attaque de l'outil est diminué, ce qui est en accord avec l'idée **qu'un angle d'attaque faible génère une forte pression hydrostatique favorable à la ductilité**.

La revue réalisée par Sreejith et al. concernant le micro-usinage de matériaux fragiles nous informe plus précisément sur notre cas [SREEJITH-2001]. En effet, partant du fait que les technologies avancées recherchent toujours plus de précision et de matériaux fragiles pour leurs excellentes propriétés, l'usinage par abrasifs libres (FAM) a connu un fort développement [BLAKE-1990].

Nous avons vu que dans certaines conditions, il est possible d'usiner ces matériaux fragiles de telle manière que l'enlèvement de matière se fasse de manière ductile, laissant une surface exempte de fissures. Ce procédé, appelé « usinage en régime ductile » (**« ductile regime machining »**) est exposé sur la figure 1-14.

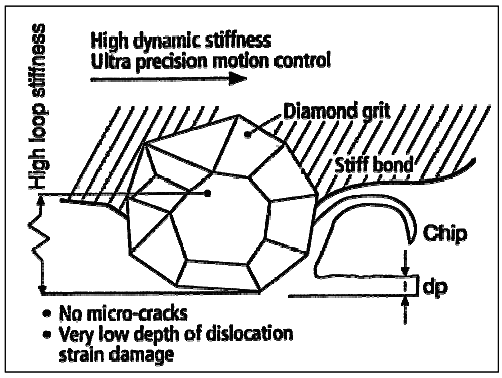
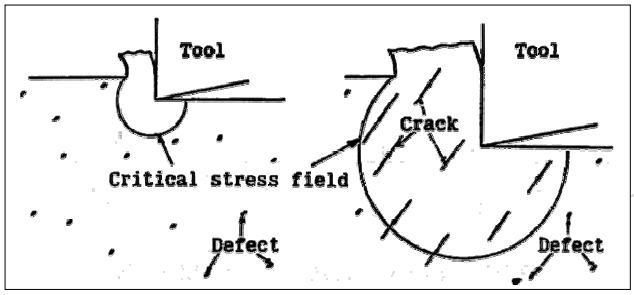


figure 1-14 : mécanisme de polissage ductile de matériaux fragiles [SREEJITH-2001]

Cette figure montre un mécanisme de rectification par des abrasifs fixés sur un support (abrasion deux corps), mais les auteurs traitent des deux cas de manière similaire, puisqu'ils présentent également un mécanisme de polissage par des abrasifs libres (abrasion trois corps). L'usinage en régime ductile vient, comme nous l'avons vu précédemment, du fait que tous les matériaux peuvent se déformer plastiquement s'ils sont sollicités dans un volume suffisamment petit, que cette sollicitation soit réalisée par un abrasif fixe ou libre. Les auteurs donnent la même expression de la profondeur de transition entre les deux régimes que celle que nous avons vue plus haut. Zhao et al. ont également montré cette possibilité de déformer plastiquement un petit volume de silicium [ZHAO-1998].

Ils donnent toutefois une autre interprétation possible du comportement ductile possible des matériaux fragiles basée sur la présence de défauts. Ils estiment en effet que la possibilité de fracture ou de déformation plastique est affectée par la présence de défauts ou de dislocations dans le matériau. Puisque la densité de défauts n'est pas très importante dans les matériaux fragiles, la limite de la fracture dépendrait alors de l'étendue du champ de contrainte. La figure 1-15 montre ainsi l'importance de l'effet d'échelle au cours de la formation d'un copeau avec une profondeur de passe plus ou moins grande : à forte pénétration, la présence de nombreux défauts dans la zone du champ de contrainte critique peut permettre l'amorce, puis la croissance de fissures, et donc la fracture.



faible profondeur de passe **forte profondeur de passe**

figure 1-15 : modèle de formation de copeaux avec effet d'échelle [SREEJITH-2001]

Toutefois, leur explication la plus convaincante est que lorsque les grains attaquent la surface du matériau à faible profondeur, la concentration de chaleur sur l'aire de contact, la forte pression hydrostatique générées et le fait que la déformation plastique soit énergétiquement plus favorable que la propagation de fissures, sont suffisants pour causer une ductilité locale.

1.4.3. Les origines possibles de cette plasticité

Morris et Callahan [MORRIS-1994] tentent de fournir une explication au phénomène de plasticité significative observé à température ambiante sur le silicium à l'aide d'essais de rayure à faible chargement. Leur explication repose sur l'existence d'une **transition de phase** du silicium provoquée par l'augmentation de pression sous l'indenteur. En effet, Minomura et al. [MINOMURA-1962] rapportent que le silicium massif présente une importante chute de résistivité électrique à haute pression. Plus précisément, sous une contrainte de compression de l'ordre de 20 GPa, la résistivité du silicium chute de cinq ordres de grandeur. Ils fournissent comme explication de cette chute, une transition de phase semi-conducteur / métal induite par la pression. Des études de diffraction de rayons X ont montré que la phase haute pression, qui était responsable de cette augmentation de conductivité, était, structurellement, la phase tétragonale β de l'étain. Cette phase apparaît à 16 GPa dans le silicium.

Morris et al. réalisèrent donc des essais de rayure sur du silicium monocristallin et les observèrent en microscopie électronique en transmission et en diffraction de rayons X afin d'examiner ces nouvelles phases, les dislocations et les fissures présentes. Ils confirmèrent cette transformation de phase. A proximité de la zone transformée, on trouve des dislocations et surtout la caractéristique la plus notable : une fissure médiane qui est le seul type de fissure qui ait été trouvé dans ces essais. La zone de transformation en vue plane est apparemment égale à l'aire de contact et cette zone s'étend à une profondeur de 150 à 200 nm sous la surface, fonction du chargement appliqué. Des dislocations et des fissures médianes se forment sous cette zone de transformation, dues au changement de volume de la zone ayant subi la transformation de phase. Lorsque la pression est relâchée, le matériau se retransforme en une phase amorphe. La microstructure de ces rayures est quasiment identique à celle produite par de l'indentation statique.

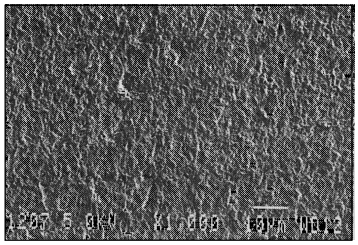
D'autres auteurs confirment cette modification structurale : pour Clarke et al., le silicium et le germanium monocristallins sont transformés en un état amorphe immédiatement sous une indentation Vickers ou Knoop à température ambiante [CLARKE-1988]. Zarudi et al. ont également mis en évidence grace à des essais de micro-rayure la formation d'une couche amorphe dont l'épaisseur dépend du chargement appliqué et de l'étendue de la réaction chimique : l'oxygène pénètre dans la couche amorphe, change les liaisons atomiques du silicium et modifie le seuil de la transformation de phase [ZARUDI-1998].

Ces conclusions sont confirmées par Weppelmann et al. [WEPPELMANN-1995] qui ont également constaté des transformations de phase du silicium induites par la pression d'un indenteur sphérique. A une pression légèrement plus faible que Morris, 11 à 13 GPa, la forme cubique du silicium (appelée *silicium I*) se transforme en la structure β de l'étain (*silicium II*). Cette transition s'accompagne d'une réduction de volume de 22 %. Au cours du déchargement, ce *silicium II* se transforme à nouveau en une structure cubique à face centrée connue comme du *silicium III* ayant une densité intermédiaire entre les deux autres formes. Seule la dernière transformation diffère pour les deux équipes. Cette première transition est confirmée par les travaux de Yoshino et al. qui précisent que la dureté du silicium est supérieure à la pression requise pour le transformer en une phase cristalline (ou amorphe) plus dense [YOSHINO-2001]. Ainsi, une transformation de phase réversible induite par la pression se produit lors de l'indentation. Ceci provoque une augmentation brutale de la conductivité électrique appelées **transition *Mott***.

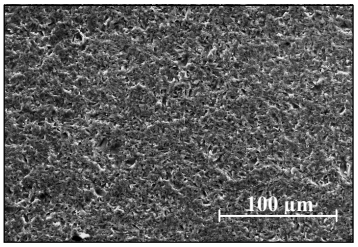
En conclusion, ces travaux montrent que l'indentation du silicium produit une transformation de phase du matériau. Elle joue donc manifestement un certain rôle dans le mécanisme de déformation plastique du silicium. Toutefois, ces transformations de phases restent extrêmement localisées sous la pointe de l'indenteur. De plus, la théorie de la **transition fragile-ductile** et l'existence de **dislocations** dans le silicium expliquent très bien la possibilité de déformer sans le fissurer un petit volume de silicium à une échelle semble-t-il plus proche de notre cas.

1.5. Les mécanismes de découpe du silicium par sciage à fil

Nous avons vu les différents types d'usure et d'enlèvement de matière possibles pour les matériaux fragiles dans un environnement abrasif, nous allons maintenant appliquer ces connaissances à notre procédé de sciage à fil. La figure 1-16a rappelle le faciès d'une surface ayant subi une abrasion trois corps (étude de [TREZONA-1999], rappel de la figure 1-3), et la figure 1-16b présente la surface d'une plaque de silicium découpée par sciage à fil en production chez Photowatt (les deux figures sont des images de microscopie électronique à balayage à des grossissements équivalents).



1-16a : faciès typique d'abrasion trois corps



1-16b : surface d'une plaque de silicium

figure 1-16 : faciès d'abrasion [TREZONA-1999]

Cette image, comme toutes celles que nous avons pu observer des surfaces de silicium découpées par sciage à fil, montre clairement que ce procédé génère de l'**abrasion trois corps**. Aucune rayure de grande longueur n'a pu être observée, l'abrasion deux corps n'a jamais lieu.

La figure 1-17 présente les différents antagonistes de notre procédé : elle représente la coupe transversale interrompue d'un bloc de silicium, et plus précisément un trait de découpe poli puis observé à la loupe binoculaire. Les trois images de la surface du fil usé, de la surface du silicium découpé et des abrasifs sont des images de microscopie électronique à balayage. Nous voyons de part et d'autre du trait de scie deux plaques en cours de découpe.

Cette figure montre que l'épaisseur du trait de scie est d'environ 200 µm, nous reviendrons sur cette valeur plus en détails au chapitre 2, mais nous voyons d'ores et déjà que compte tenu du diamètre du fil (160 µm neuf), l'épaisseur du film de *slurry* qui s'intercale entre le fil et le silicium est de l'ordre de 20 µm.

L'abrasif est du carbure de silicium de grade F500, c'est à dire que la plupart de ses grains ont une taille de l'ordre de 13 µm, l'étude précise de cet abrasif et de sa modification à l'usage sera faite au chapitre 3. Ceci nous montre que l'épaisseur du film de *slurry* est de l'ordre du **double de la taille des grains d'abrasifs**.

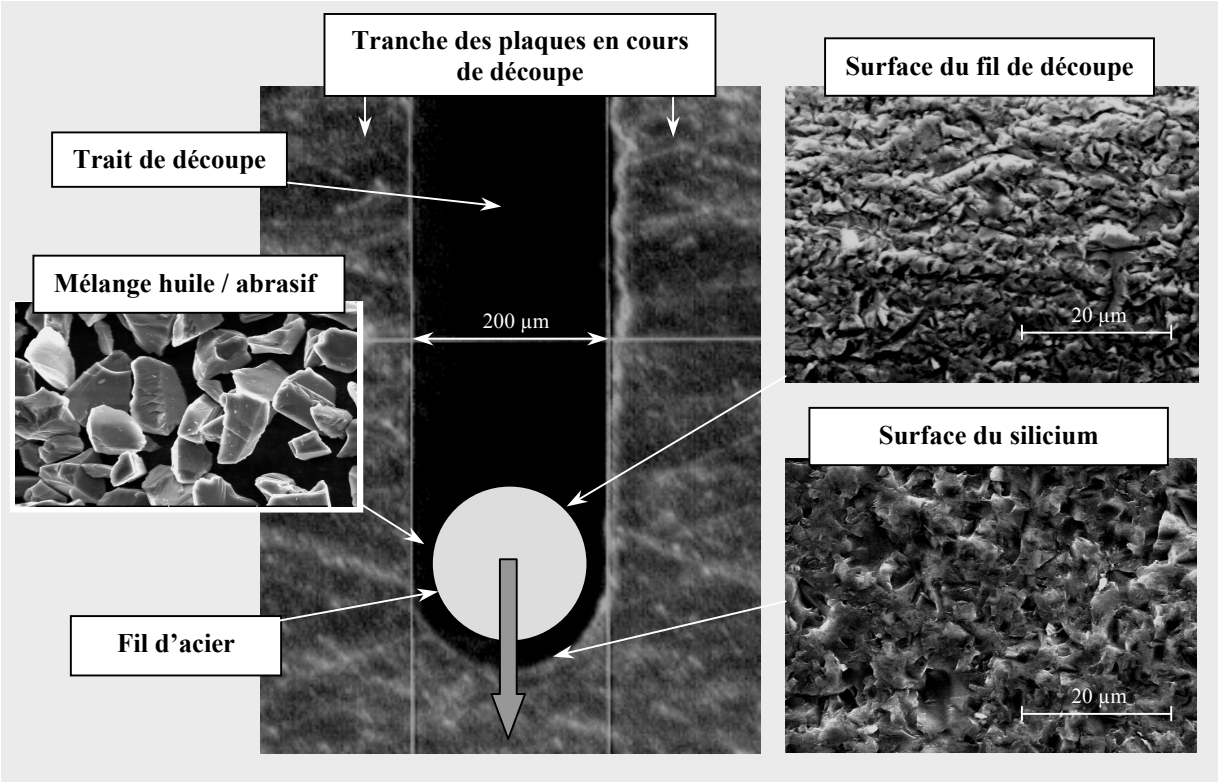


figure 1-17 : les différents protagonistes du sciage à fil et les surfaces qu'ils génèrent

Phillips et al. ont mesuré cette épaisseur de *slurry* contenue entre leurs deux antagonistes et l'ont aussi trouvée égale environ au double de la taille moyenne de l'abrasif [PHILLIPS-1977]. Cette première constatation est importante puisqu'elle élimine le mécanisme de roulement-indentation avancé par Kao et al. [KAO-1998-a] et par Williams et al. [WILLIAMS-1992] notamment comme mécanisme dominant, puisque les grains sont en majeure partie trop petits pour indenter les deux surfaces en même temps.

En revanche, nous pouvons considérer que cette épaisseur de *slurry* est conditionnée par la taille des grains les plus gros, ils sont en effet 10 % à avoir une taille supérieure à 20 µm. Ces grains indentent donc les surfaces de fil et de silicium avec des forces significatives, puisqu'elles sont transmises directement du fil à la surface selon le mécanisme présenté à la figure 1-18 et montrant la présence des grains de différentes tailles.

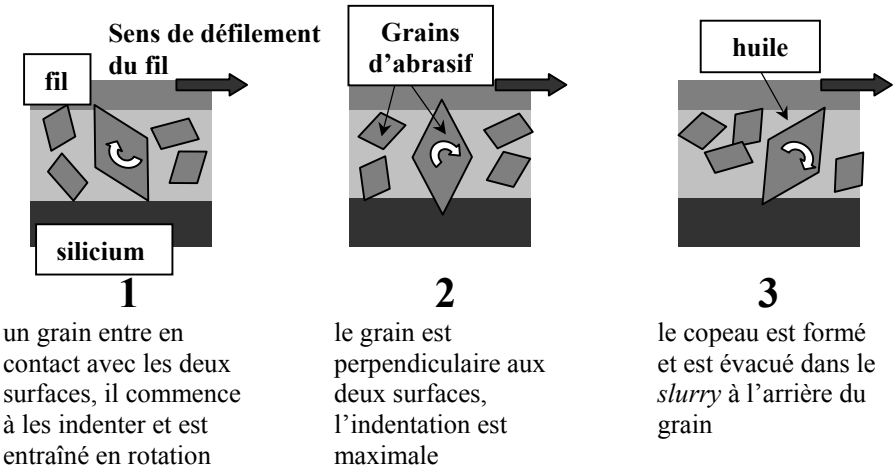
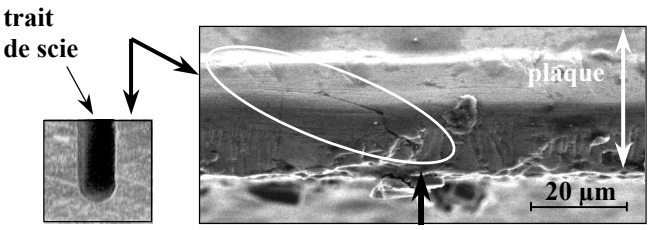
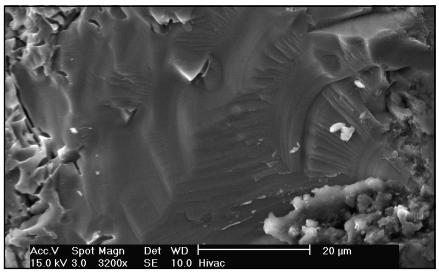


figure 1-18 : mécanisme de roulement-indentation

Ce mécanisme de roulement-indentation est donc présent, mais on peut approximativement estimer sa part dans l'enlèvement de matière à **10 %**, chiffre éventuellement à relever puisque le copeau formé par ce mécanisme est certainement plus gros vu que l'indentation se fait avec une force plus importante. Ceci est cohérent avec le fait que le roulement-indentation ne génèrerait pas à lui seul le très bon état de surface des plaques. Les images MEB de la figure 1-19 présentent le résultat d'une indentation de la figure 1-18 : l'indentation profonde a généré des fissures (la figure 1-19a présente la coupe transversale d'une plaque provenant d'une découpe interrompue), puis un écaillage comme nous l'avons montré plus haut, figure 1-19b.





1-19a : fissure médiane sur la tranche d'une plaque **1-19b : écaillage à la surface d'une plaque**
figure 1-19 : résultat d'une indentation provoquée par un gros grain indentant les deux surfaces

La majorité des grains (d'une taille de l'ordre de 13 µm) sont également présentés sur la figure 1-18. Ces grains, qui ne peuvent en aucun cas indenter les deux surfaces en même temps, attaquent la surface de silicium avec des forces bien plus faibles, puisqu'elles ne sont pas transmises directement du fil à la surface. Un calcul approximatif détaillé en annexe 1 montre que les particules abrasives ne sont espacées que de quelques microns dans le *slurry*, ce qui explique leur entraînement et la transmission des forces essentiellement par **contacts** entre elles et non plus directement par le fil. Le phénomène n'est donc pas le même, il n'y a pas a priori de roulement, mais simplement **indentations et micro-rayures**. C'est ce mécanisme, qui forme de petits copeaux [TREZONA-1999], qui est ainsi responsable du très bon état de surface (Ra ≈ 0,5µm) et de la très faible profondeur de zone endommagée que nous étudierons au chapitre 2.

Les travaux de Moore et King résument parfaitement ces mécanismes [MOORE-1980], de compétition entre écaillage et formation de micro-copeaux. Ainsi, l'écaillage présenté sur la figure 1-19b est le résultat d'une indentation fragile avec fissuration (visible sur la figure 1-19a), alors que la figure 1-20 montre les micro-rayures résultant de la formation ductile de micro-copeaux.

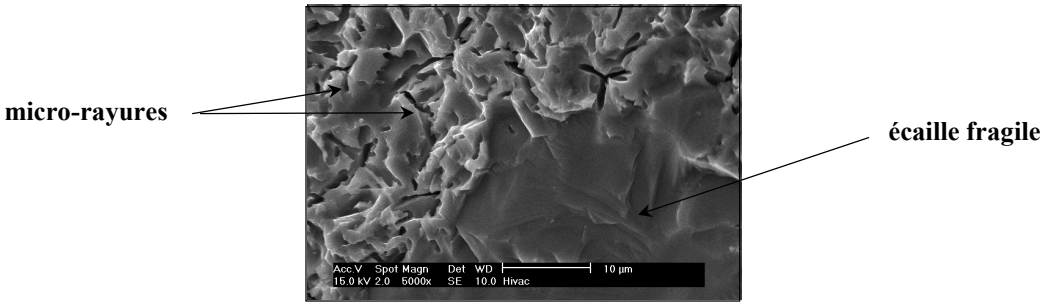


figure 1-20 : microfissures créées par les grains d'abrasifs
les plus nombreux : mécanisme dominant

Cette figure montre également la différence d'étendue entre une écaille et une microrayure : Moore et al. avancent que l'écaillage fragile provoque un taux d'enlèvement de matière dix fois supérieur à celui de la formation de copeaux ductile. Les figures 1-19b et 1-

20 présentent une écaille s'étendant sur une cinquantaine de microns, alors que les microfissures ont une longueur de l'ordre de quelques microns.

Les écailles des figures 1-19b et 1-20 sont très rarement présentes à la surface des plaques finies. En effet, si elles se produisent au fond de la gorge, sous le fil, elles auront les plus grandes chances d'être « effacées » par le mécanisme ductile puisque le fil avance. Pour être visibles à la surface d'une plaque, un des gros grains qui les provoque doit donc être le dernier à attaquer cette zone.

1.6. Conclusion partielle

Après avoir introduit précisément les conditions opératoires du sciage à fil, nous avons présenté les principales informations que nous fournit la littérature. Les rares publications disponibles ne nous ont pas permis de conclure quant à la nature des mécanismes d'enlèvement de matière. En revanche, des analogies sont raisonnables avec d'autres procédés d'enlèvement de matière par abrasion de matériaux fragiles. Nous avons ainsi pu montrer que nous avons affaire à un mécanisme d'**abrasion trois corps** par roulements et indentations des particules abrasives.

La formulation classique de la **loi d'Archard** a été présentée, elle traduit la proportionnalité entre volume d'usure longueur de glissement et force normale, nous verrons au chapitre 4 qu'elle décrit bien notre procédé.

Nous avons ensuite étudié la nature des mécanismes d'enlèvement de matière. Les matériaux comme le silicium ou les verres ont généralement un comportement fragile : l'indentation provoque la formation de fissures médianes, radiales et latérales conduisant à la formation d'écailles. Nous avons vu que ces mécanismes sont en fait plus compliqués : un index d'indentation X permet de quantifier les parts d'élasticité et de plasticité résultant d'une indentation, il nous montre que le silicium aura un **comportement élasto-plastique**.

L'étude de la plasticité des matériaux fragiles nous a montré que tous les matériaux peuvent se déformer plastiquement si la déformation est localisée dans un volume suffisamment petit. Il existe alors une profondeur d'indentation, ou de rayure, à laquelle se produit une **transition** entre mécanismes **ductile** (écoulement de la matière et formation de copeaux) et **fragile** (fissuration et écaillage). cette profondeur est de l'ordre de **10 µm** pour le silicium, ce qui, compte tenu de la taille des abrasifs (≈ 13 µm), nous montre que l'enlèvement de matière se fait plastiquement par formation de micro-copeaux dans le sciage à fil.

Cette plasticité a priori inattendue peut être expliquée par une **transformation de phase** du silicium sous l'effet de la forte pression hydrostatique générée par l'indentation, par la présence de dislocations dans le silicium et par la théorie de la transition ductile-fragile.

Ces avancées nous ont permis d'observer que l'épaisseur du film de *slurry* contenu entre le fil et le silicium est de l'ordre du **double de la taille moyenne de l'abrasif**, ce qui montre que la majorité des grains n'est pas en contact simultanément avec les deux surfaces. Cette épaisseur du film est conditionnée par la taille des grains les plus grands.

CHAPITRE 2 : IDENTIFICATION DES PHENOMENES ET MECANISMES

Nous avons analysé comment le silicium est enlevé par les grains de carbure de silicium à l'échelle microscopique, nous allons dans ce chapitre étudier les phénomènes à une échelle plus globale, l'échelle du procédé, de la scie.

Lorsque l'on prend une plaque brute de découpe nettoyée, on observe une surface mate et légèrement striée, ou rayée, parallèlement à la direction de défilement du fil. Nous allons voir que cet aspect de surface est lié au comportement du *slurry*. Nous verrons dans un premier temps comment se comporte ce *slurry* et quelles influences il peut avoir, puis nous étudierons la zone endommagée par la découpe et la thermique du procédé. Nous présenterons enfin les découpes expérimentales de plaques ultra-minces qui se sont révélées très instructives.

2.1. L'influence du comportement du *slurry*

Le mélange abrasif utilisé pour le sciage à fil et appelé *slurry* est donc constitué de grains de carbure de silicium d'une taille moyenne d'environ 13 µm en suspension dans une huile minérale de coupe classique. La formulation de ce *slurry* est très importante, puisqu'il doit remplir un certain nombre de conditions : il doit notamment s'infiltrer correctement dans le trait de scie, tout en mouillant correctement le fil afin d'être entraîné à une vitesse correcte pour permettre la découpe. Les plaques doivent être ensuite nettoyées sans utiliser de produits chimiques dont le retraitement serait trop coûteux. Ces raisons font que le liquide est actuellement une huile minérale classique.

Le schéma représenté sur la figure 2-1 montre le haut de la scie : les deux guides-fil supérieurs, la nappe en coupe, les deux assemblages de silicium en cours de découpe et les buses d'alimentation de *slurry*. La partie basse de la scie est identique, six buses au total déversent donc le *slurry* en permanence à cause du défilement alternatif du fil (*back & forth*) : la nappe de fil doit être alimentée en *slurry* juste avant d'entrer dans l'assemblage de silicium pour que, malgré le ruissellement, de l'abrasif soit présent sur toute la largeur du bloc.

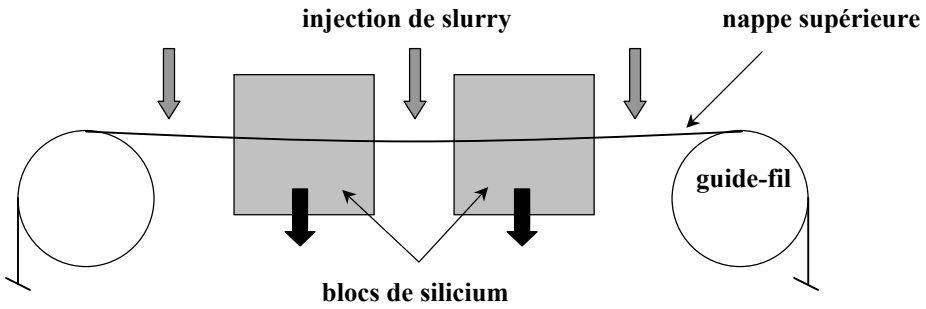


figure 2-1 : schéma de l'injection de *slurry*

A l'occasion d'une réduction d'épaisseur des plaques découpées de 350 µm à 300 µm en mars 2001, nous avons observé des plaques provenant de deux découpes réalisées sur la scie n° 10 ayant pour seule différence le débit de *slurry*. Ce débit avait été réduit afin d'en observer les conséquences. Le tableau 2-1 résume de plus les anciens paramètres de découpe et ceux expérimentés au moment de ce changement d'épaisseur et qui ont été conservés depuis. Les scies n° 15 et 16 sont plus récentes, donc plus puissantes et ont ainsi des performances supérieures.

	HCT 10	**HCT 15 et 16**	**Anciens paramètres**
Vitesse du fil	9 m/s	9 m/s	8 m/s
Vitesse de la table	390 µm/s	420 µm/s	310 µm/s
Tension du fil	25 N	25 N	23 N
Distance aller	300 m	300 m	300 m
Distance retour	40 m	40 m	150 m
Température *slurry*	25 °C	25 °C	30 °C
Débit de *slurry*	65 kg/min	100 kg/min	65 kg/min

tableau 2-1 : anciens et nouveaux paramètres de découpe

Avec un débit de 65 kg/min, on observe à la surface des plaques la présence de fortes stries irrégulières. Ces stries sont bien plus profondes du côté de l'assemblage où le fil entre en aller qu'en retour. Une autre découpe s'est effectuée avec un débit de *slurry* de 50 kg/min, on observe des **stries profondes et régulières** sur toute la surface des plaques, la découpe est mauvaise. Ces deux découpes, effectuées sur la même scie, dans les mêmes conditions excepté le débit de *slurry*, nous montrent donc la forte influence de ce débit. On observe que la qualité des découpes augmente avec le débit de *slurry*.

2.1.1. Estimation du débit de *slurry*

Nous venons de voir expérimentalement le rôle important du *slurry* et de son débit, il faut maintenant comprendre comment il se répartit sur la nappe, et de quelle manière il circule. Supposons donc que ce *slurry* se répartisse uniformément autour des fils avec une épaisseur *e* (figure 2-2) et calculons cette épaisseur.

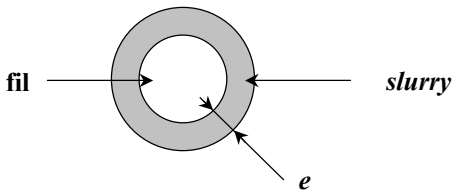


figure 2-2 : disposition du *slurry* autour des fils

Le débit q ramené à une buse et en m^3/s est égal au produit du nombre de fils de la nappe par le volume de la partie grisée et la vitesse du fil :

$$\frac{q}{3.60.\rho} = n.2\pi.r.e.u \qquad \text{et} \qquad e = \frac{q}{3\times 60\times n.\rho.2\pi.r.u} \quad \text{avec :}$$

- q : débit de *slurry* = 65 kg/min,
- ρ : masse volumique du *slurry* = 1570 kg/m^3,
- r : rayon du fil = 80 µm,
- u : vitesse du fil = 8 m/s,
- n : nombre d'intervalles remplis = 800.

Ce calcul donne une épaisseur de 71 µm et nous constatons que cette épaisseur est très supérieure à celle déduite de l'épaisseur du trait de découpe (200 µm) se décomposant ainsi : 160 µm de fil et 20 µm de *slurry* de chaque côté du fil environ (cf §1.5.). Il y a donc une surépaisseur de 50 µm et l'on peut en déduire que l'alimentation en *slurry* est bien supérieure à la quantité nécessaire au sens strict à la découpe du silicium.

Nous savons par l'observation de la nappe que la viscosité du *slurry* et sa tension superficielle lui permettent de se loger entre les fils et nous venons de voir que ce n'est pas le mécanisme de la figure 2-2 qui se produit. Supposons maintenant que le *slurry* s'intercale totalement entre les fils de la nappe. Nous allons considérer qu'il remplit simplement ces espaces comme le montre la figure 2-3.

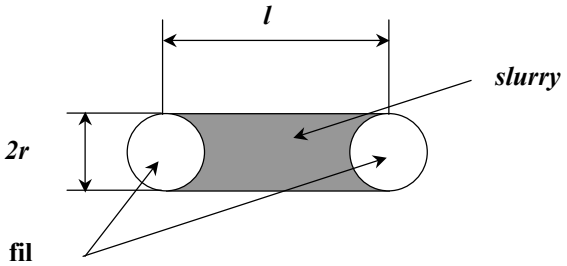


figure 2-3 : disposition du *slurry* entre les fils

Nous pouvons donc calculer le volume de *slurry* occupant la partie grisée et l'exprimer en terme de débit :

$$q = \left(l\times 2r - \pi r^2\right).\rho.u.n$$

l est la distance entre deux fils (ou pas des guides-fil) = 550 µm

Nous obtenons un débit : q = 41 kg/min, pour chacune des trois buses, soit un débit total de **123 kg/min**. La découpe réalisée avec un débit de 50 kg/min ne pouvait donc pas se dérouler correctement. Cette valeur est de plus nécessairement minorée par rapport à la réalité puisque la densité augmente au cours de la découpe au fur et à mesure que le *slurry* se charge en débris de silicium et que l'on n'a pas considéré l'épaisseur de *slurry* présente à la surface du fil.

Il y a donc une corrélation entre le débit de *slurry* et sa répartition sur la nappe qui indique que ce débit doit être au moins de **120 kg/min** pour que la découpe se passe correctement. Ceci est d'ailleurs confirmé par des essais réalisés chez Meyer & Burger au cours desquels le débit était de 120 kg/min et donnait un parfait état de surface.

Une explication possible serait que la constitution de ce « matelas » intermédiaire limiterait les vibrations du fil. Par ailleurs, ce mécanisme faciliterait l'entrée des abrasifs dans le trait de découpe : selon la relation de Bernouilli de l'hydrodynamique, la pression d'arrêt p_a du *slurry* sur l'assemblage, résultante de son inertie serait :

$$p_a = \frac{\rho . u^2}{2} = 50200\ Pa \qquad \textbf{équation 2-1}$$

Nous obtenons une pression d'arrêt d'environ **0,05 MPa.** Nous verrons plus bas que cette pression est la même que la pression de contact exercée par le fil sur le silicium, ce qui tend à valider ce mécanisme. Nous remarquons également que cette pression est reliée au carré de la vitesse du fil et chute donc très vite dès que la vitesse diminue. La pression est donc bien plus faible durant les phases d'inversion du sens de défilement du fil (*back & forth*).

L'étude de la surface des plaques par la rugosimétrie par palpage mécanique va nous renseigner sur la corrélation : *slurry* / état de surface. Nous allons présenter cette technique d'analyse de surface que nous aurons l'occasion de réutiliser à plusieurs reprises dans cette étude : elle est en effet particulièrement adaptée à l'échelle de ce que l'on veut examiner généralement sur nos plaques de silicium

2.1.2. La rugosimétrie par palpage mécanique

Le principe de cette technique est celui d'une tête de lecture de tourne-disque : une pointe en diamant, généralement conique, suit les irrégularités de la surface suivant une ligne et traduit ses oscillations verticales en un signal électrique. L'extrêmité de la pointe est arrondie : elle présente un rayon de courbure variant généralement de 0,1 µm à une dizaine de microns. Les pointes de forte courbure sont utilisées pour les mesures de fines rugosités, alors que les pointes de courbure plus faible le sont pour des mesures de marches, ou de profilométrie. Le capteur est monté sur un bras, et le palpage se fait par déplacement du bras ou de l'échantillon. Les tracés obtenus sont toujours, pour des raisons de commodité, beaucoup plus amplifiés suivant l'axe vertical que suivant l'axe horizontal. Ceci induit une déformation dont il faut se méfier : les pics paraissent bien plus pointus et les vallées plus fermées qu'ils ne le sont en réalité.

Le rugosimètre tri-dimensionnel que nous avons utilisé a été développé en majeure partie au Cemef par Quantin [QUANTIN-1986]. Le déplacement relatif palpeur-échantillon est assuré suivant deux directions perpendiculaires par deux platines micrométriques commandées par des moteurs pas-à-pas, permettant au palpeur de balayer la surface. La prise de l'information se fait au moyen d'un palpeur ayant un rayon de pointe de 5 µm et une gamme de mesure de ± 100 µm, la figure 2-5 montre une image MEB de son extrêmité. Cette information est enregistrée sous la forme d'un fichier texte, puis est traitée à l'aide d'un logiciel spécifique, qui nous permet de

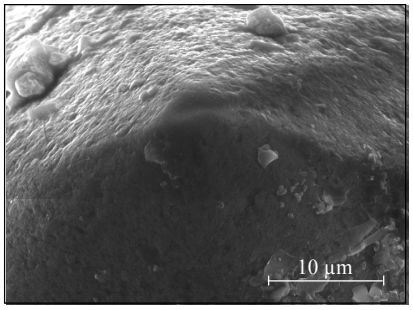


figure 2-5 : pointe du palpeur

représenter des surfaces, d'extraire des profils, de faire des agrandissements et de calculer tous les paramètres de rugosités et d'analyse de surfaces dont nous pourrons avoir besoin.

2.1.3. Les stries régulières

Lorsque l'on observe la surface d'une plaque découpée en production avec les paramètres classiques décrits au tableau 2-1, on voit, à l'œil nu, à la surface, des **stries** parallèles au sens de défilement du fil.

Elles sont périodiques, peu profondes, et surtout, toujours présentes. La figure 2-4 montre la surface d'une plaque observée à la loupe binoculaire. Ces stries y sont bien visibles, comme des rayures régulièrement espacées.

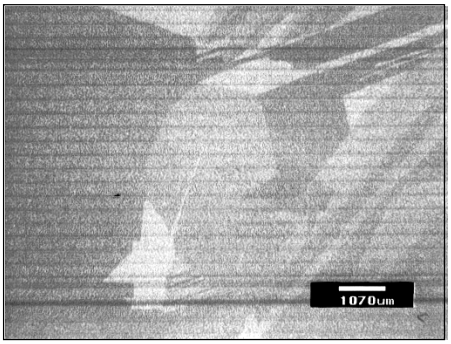


figure 2-4 : exemple de stries régulières

Nous avons voulu déterminer la nature et l'origine de ces stries et nous avons pour cela utilisé une technique assez classique.

Nous avons donc effectué des relevés de profils (figure 2-6) afin d'étudier la régularité de ces stries. La figure 2-6a montre ici sur 14 mm une parfaite régularité et un zoom nous renseigne sur leur période et leur profondeur (figure 2-6b). Ce relevé a été effectué à 5 mm du bord de la plaque.

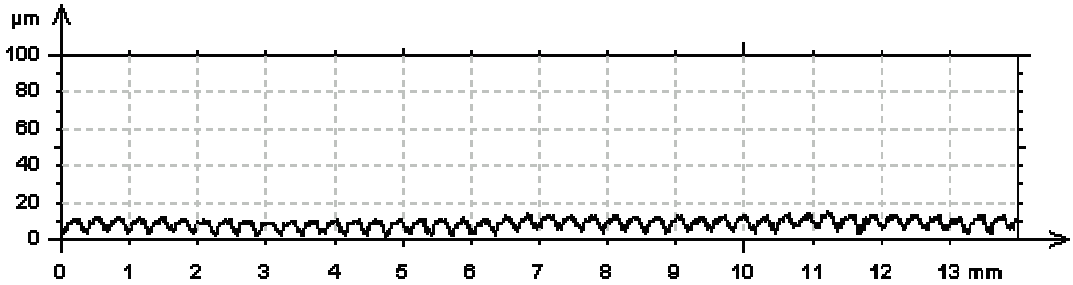


figure 2-6a : relevé de profil sur 14 mm

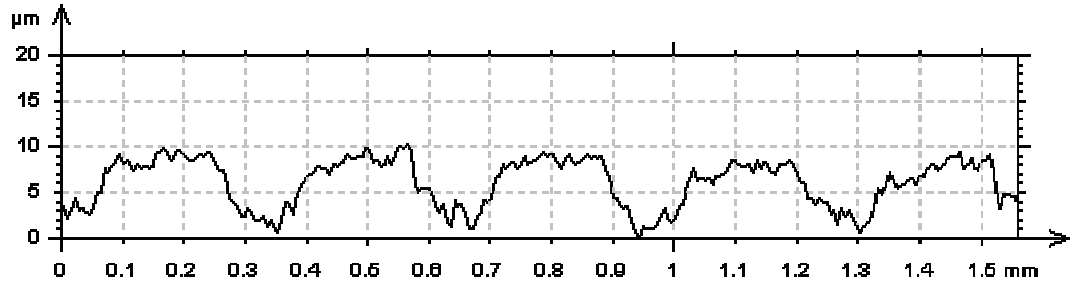


figure 2-6b : zoom de la figure 2-6a

figure 2-6 : profil de rugosité à 5 mm du bord de la plaque : stries régulières

Nous avons également observé que ces stries, bien que visibles sur toute la surface de la plaque semblaient bien moins profondes dans la zone centrale. Nous avons donc également relevé la rugosité dans le sens de la découpe, au centre de la plaque, ce profil est représenté sur la figure 2-7.

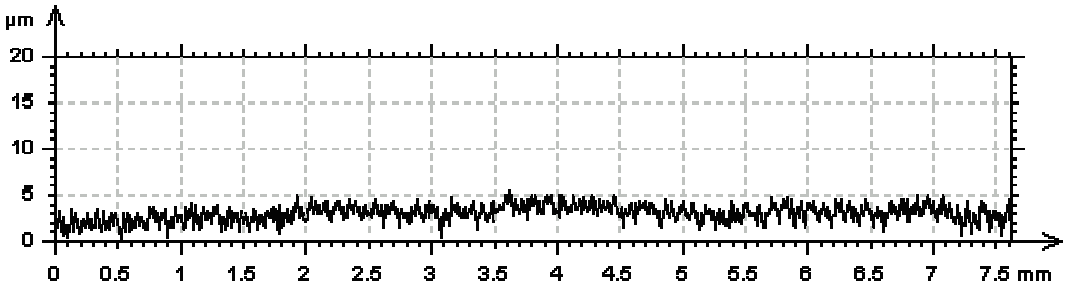


figure 2-7 : profil de rugosité au centre des plaques : pas de stries

Nous remarquons que les stries régulières visibles sur les bords des plaques n'apparaissent pas au centre de celles-ci, on ne distingue aucune périodicité, mais uniquement la rugosité.

La période des stries présentes au bord des plaques est de 300 µm, et leur profondeur est de 10 µm. Nous avons cherché à savoir si sur la plaque voisine de celle-ci, les stries sont de même nature et si elles sont alignées ou décalées, c'est à dire en phase ou en opposition de phase par rapport au trait de découpe. Nous avons pour ce faire réalisé des enregistrements de profils sur deux plaques consécutives, en utilisant le bord de la plaque comme repère. La figure 2-8 reconstitue les deux côtés du trait de découpe, avec des échelles évidemment très différentes en abscisse et en ordonnée.

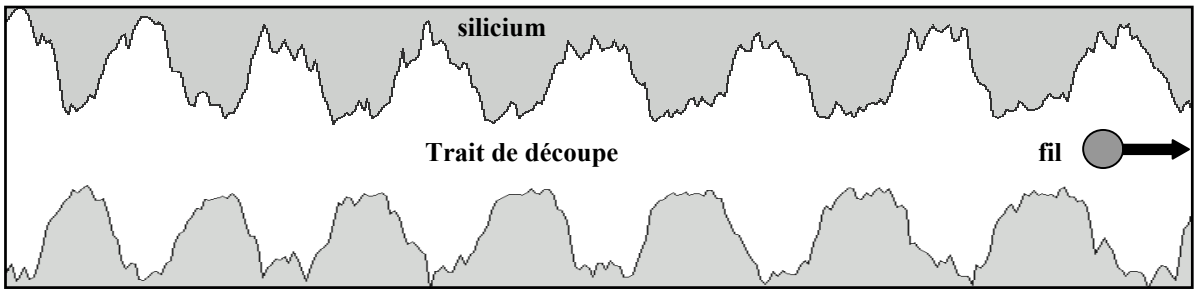


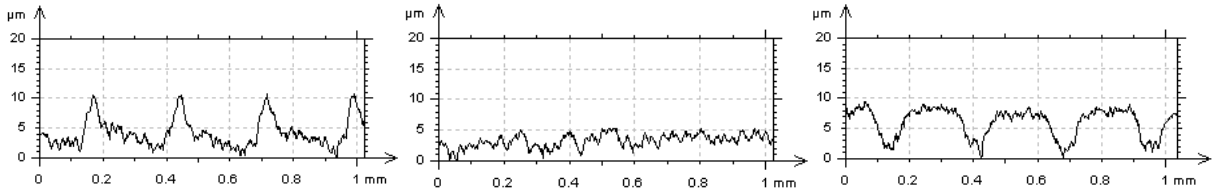
figure 2-8 : profils en vis à vis de deux plaques consécutives près du bord

Nous voyons ici environ 1,6 mm de deux plaques consécutives et il apparaît clairement que **les stries sont en vis à vis**. Sachant que leur profondeur est d'environ **10 µm**, l'épaisseur du trait de découpe varie ainsi de plus ou moins 20 µm aux entrées et sorties du fil et l'épaisseur de plaque mesurée (par exemple au palmer) ne tient pas compte de ces réductions régulières, de **20 µm**.

L'origine de ces stries est certainement à chercher dans leur régularité. En effet, leur période de 300 µm correspond à un temps d'avancée du fil d'une minute puisque la vitesse de descente de la table à travers la nappe de fil est de 310 µm par minute. Le fil a un régime d'aller et retour, à 8 m/s, et parcourt 300 m en avant (37 s) et 150 m en arrière (19 s), soit un cycle d'environ une minute. On peut donc imaginer un lien entre ces deux cycles. Ces stries pourraient être causées par une vibration du fil qui ne se produirait qu'à une certaine fréquence, correspondant à l'une des mises en régime du fil (accélération du fil en avant, en arrière) ou à l'un des deux régimes permanents. Mais l'alimentation en *slurry* est également non stationnaire puisqu'il est entraîné par le fil à l'intérieur de l'assemblage. On pourrait donc imaginer que la quantité de *slurry* enrobant le fil décroît quand on va vers le centre de l'assemblage.

Nous avons par ailleurs remarqué que les profils relevés dans le sens de la découpe pouvaient être classés en trois familles différentes suivant qu'ils étaient symétriques ou

décalés vers le haut ou vers le bas par rapport à la ligne moyenne. La figure 2-9 montre un exemple de chacun de ces trois types de profils.



2-9a S_k>0 **2-9b S_k≈0** **2-9c S_k<0**

figure 2-9 : distribution décalée vers le bas, symétrique, décalée vers le haut

Un paramètre permet de quantifier cette asymétrie des profils : le coefficient de Fischer, que l'on appelle aussi **Skewness** (S_k) qui est le moment d'ordre 3 de la distribution centrée des hauteurs du profil [QUANTIN-1986]. Lorsque S_k est positif, cela signifie que la distribution est décalée vers le bas (figure 2-9a), lorsqu'il est négatif, elle est décalée vers le haut (figure 2-9c). Lorsque S_k est proche de zéro, la distribution est symétrique (figure 2-9b). Plusieurs profils peuvent ainsi avoir la même rugosité moyenne (R_a) et des S_k différents.

Le décalage des distributions vers le haut ou vers le bas avait été observé fortuitement et imputé empiriquement à l'alimentation en *slurry* et au régime d'aller et retour du fil (*back & forth*). Nous avons mené par la suite une investigation systématique afin de comprendre par quels mécanismes les profils des plaques pouvaient être rendus asymétriques.

Cette campagne de mesures a consisté à prélever des plaques sur chacun des quatre assemblages d'une même découpe (une au centre et une à chacune des extrêmités de l'assemblage) et à faire un relevé de 10 mm dans le sens de la découpe de chaque côté de la plaque, à 5 mm du bord comme le montre la figure 2-10.

Nous disposons ainsi de 12 plaques provenant de la même découpe (n°111727), découpées avec un régime de *back & forth* de 300 m en avant et de 85 m en arrière, avec un débit de *slurry* de 65 kg/min, et un bain de *slurry* en sixième utilisation, c'est à dire aux deux tiers de sa durée de vie. Nous avons ainsi pu faire 24 relevés de profils qui correspondent tous à des conditions de découpe différentes : fil neuf au fond ou usé devant (puisque le fil entre dans la nappe par le fond et ressort par l'avant, après avoir découpé le silicium en s'usant), droite ou gauche de la plaque étant l'entrée « aller » (300 m) ou « retour » (85 m) du fil.

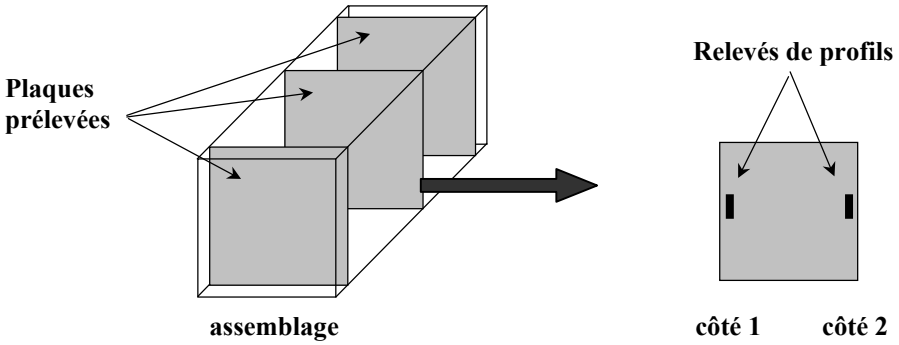


figure 2-10 : prélèvement des plaques et emplacement des relevés

Nous avons étudié la variation de S_k, puisque c'est à l'asymétrie des profils que nous nous intéressons, ceux-ci ayant sensiblement la même rugosité moyenne. La première observation est que certaines plaques présentent un S_k positif d'un côté et négatif de l'autre. Nous avons montré plus haut que les stries régulières présentes de part et d'autre du trait de

découpe étaient en regard. La figure 2-11 présente l'allure du trait de scie de part et d'autre d'un assemblage haut gauche ou bas droite.

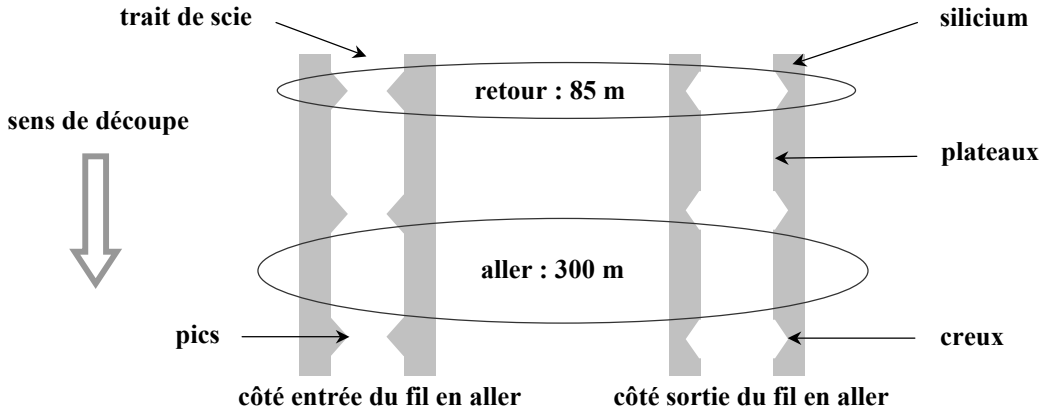
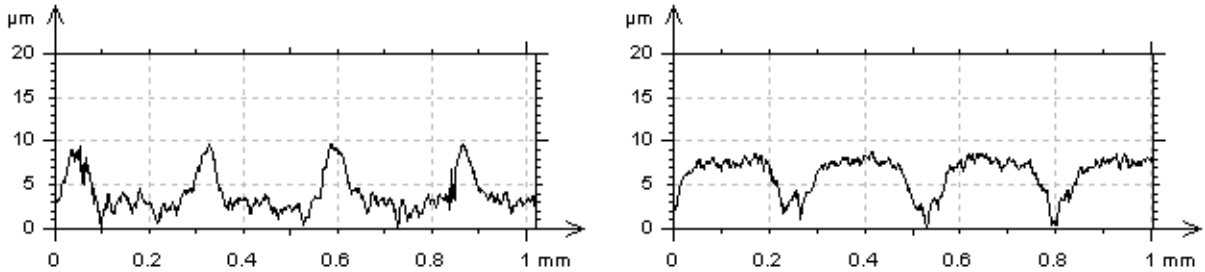


figure 2-11 : représentation schématique des traits de scie des deux côtés d'une plaque haut gauche ou bas droite

Les plateaux (de longueur plus du double des pics ou des creux) correspondent donc au défilement aller du fil (300 m) et les pics et les creux au défilement retour (85 m).

L'intérêt d'effectuer deux relevés sur chacune des douze plaques, sur les mêmes faces, est ainsi de déterminer si l'entrée du fil chargé de *slurry* dans le silicium crée un trait de découpe plus épais ou plus fin, c'est-à-dire si l'élargissement du trait de découpe est le fait du *slurry* ou d'une éventuelle vibration du fil. Les relevés effectués sur la plaque du fond de l'assemblage du haut à gauche nous renseignent sur ce point, la figure 2-12 nous montre un zoom des deux relevés effectués sur cette plaque.



2-12a : $S_k > 0$ **2-12b : $S_k < 0$**

figure 2-12 : profil de rugosité à gauche et à droite de la plaque prélevée au fond de l'assemblage haut-gauche

La figure 2-12a correspond ainsi à l'entrée du fil dans l'assemblage en régime « aller » (chargé fraîchement de *slurry*), la figure 2-12b, à la sortie du régime « aller » (fil « essuyé de son *slurry* »). On observe ainsi que c'est l'entrée du fil fraîchement chargé de *slurry* dans l'assemblage qui crée l'élargissement du trait de découpe à gauche (plateaux), et son rétrécissement à droite. Au contraire en régime « retour », un élargissement est logiquement créé sur la partie droite (creux), et un rétrécissement sur la partie gauche (pics).

Examinons maintenant les résultats complets de ces mesures. Nous savons que les plaques prélevées au fond sont découpées avec du fil neuf (entrée du fil dans la nappe). Les axes de symétrie sont obliques, puisque c'est dans l'assemblage du haut à gauche et celui du bas à droite qu'entre le fil sortant d'un guide-fil en régime « aller », les deux autres assemblages dans ce sens de défilement recevant le *slurry* des buses centrales. On s'attend donc à retrouver cette symétrie sur les plaques, dans la mesure où par exemple les distances des buses aux assemblages sont différentes.

La figure 2-13 présente les quatre assemblages de la découpe, ainsi que les trois plaques (en grisé) prélevées sur chacun d'entre eux. Chaque flèche pointe sur la zone sur laquelle a été fait le relevé de profil, et indique si la distribution est décalée vers le bas ($S_k > 0$), symétrique ($S_k \approx 0$) ou vers le haut ($S_k < 0$). En dessous de S_k est indiquée approximativement la hauteur des pics (p) ou la profondeur des creux (c) en microns.

Nous observons bien les asymétries de profil exposées plus haut : la partie gauche des plaques haut-gauche et la partie droite des plaques bas-droite présentent des S_k et des hauteurs de pics similaires (en noir sur fond gris sur la figure 2-13). De même, la partie droite des plaques haut-droite et la partie gauche des plaques bas-gauche présentent les mêmes S_k négatifs (en blanc sur fond noir). Toutes ces zones sont découpées par le fil sortant d'un guide-fil en aller.

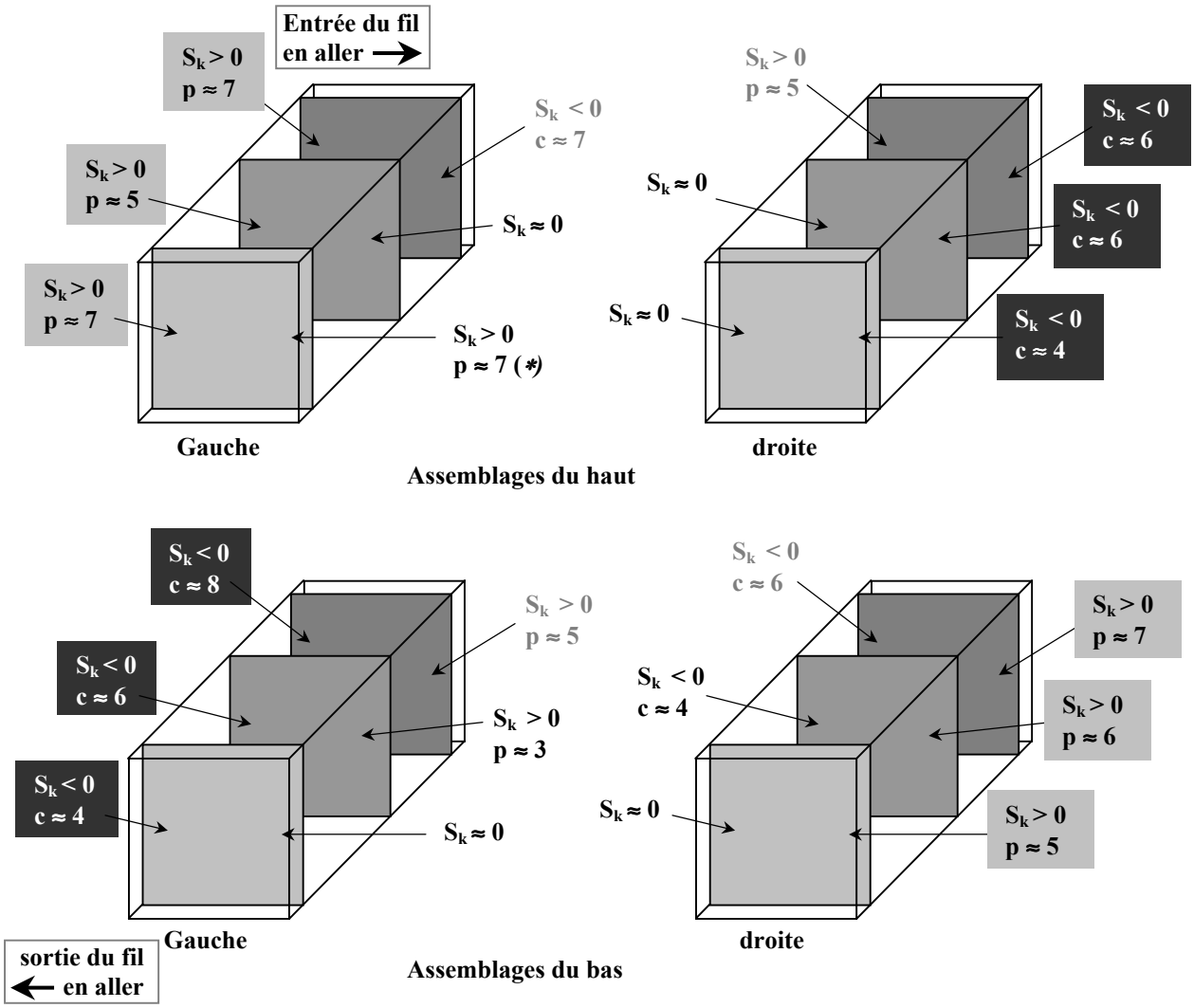


figure 2-13 : résultats des relevés de rugosité (∗ : profil particulier)

La zone centrale a un comportement sensiblement différent. Sur les quatre plaques du fond (découpe effectuée avec le fil neuf), les valeurs de S_k sont en accord avec ce qui est décrit précédemment, les hauteurs de pics et de creux également (en gris sur fond blanc sur la figure 2-13). En revanche, sur les assemblages du bas, S_k diminue, jusqu'à s'annuler (profil symétrique) sur les plaques de devant, découpées avec du fil usé. On remarque en effet sur les assemblages du bas que toutes les hauteurs de pics et profondeurs de creux diminuent lorsque l'on va du fond vers l'avant, c'est-à-dire des plaques découpées avec le fil neuf aux plaques découpées avec le fil usé.

Le mécanisme d'élargissement du trait de découpe par entraînement du *slurry* décrit plus haut semble donc très marqué avec du fil neuf et fortement atténué avec le fil usé. Sur les assemblages du haut, on retrouve les mêmes tendances de symétrisation des profils en allant vers l'avant des assemblages, on a même au centre des profils symétriques dès les plaques du milieu, seule la plaque de devant de l'assemblage haut-gauche présente des profils fortement décalés vers le bas des deux côtés (cette anomalie n'est pas expliquée). Les valeurs de la rugosité moyenne (R_a) qui sont de l'ordre de 2 µm sur les plaques du fond ont toutes tendance à diminuer lorsque l'on va vers les plaques de devant et à atteindre des valeurs de l'ordre de 1 µm : le fil usé donne de meilleurs états de surface (R_a) que le fil neuf.

Nous pouvons donc conclure que le profil des stries est bien lié à l'alimentation en *slurry* et à l'amincissement progressif du trait de découpe de l'entrée vers la sortie de la plaque, l'état du fil ayant une certaine influence sur ces phénomènes : son usure atténue l'asymétrie des profils et l'effet de l'aller-retour.

Après avoir vu de quelle manière se comporte le *slurry* dans le trait de scie et avoir vu dans le chapitre 1 de quelle manière sont formés les copeaux de silicium, nous allons observer ces débris plus en détail.

2.1.4. Les copeaux de silicium

Nous avons montré que l'enlèvement de matière se fait principalement de manière ductile dans les conditions actuelles de découpe. Un grain d'abrasif (SiC) indente donc la surface de silicium à une profondeur de quelques microns maximum et forme par une micro-rayure ductile un **copeau** qui est évacué dans le *slurry*.

Deux considérations confirment cette approche à travers la détermination de la taille des copeaux : d'une part, les observations en microscopie électronique à balayage de *slurry* usagé (donc contenant des copeaux de silicium) nous montrent que ces copeaux ont une taille de **l'ordre du micron** comme nous pouvons le voir sur la figure 2-14 représentant des grains de carbure de silicium (de taille environ 13 µm) recouverts de petits copeaux de silicium. L'analyse de spectrométrie EDX (Energy Dispersive X-ray spectrometry) nous a permis de les identifier clairement, mais ne nous a pas montré de copeaux d'acier du fil, ce qui n'est pas étonnant compte tenu de leur faible quantité.

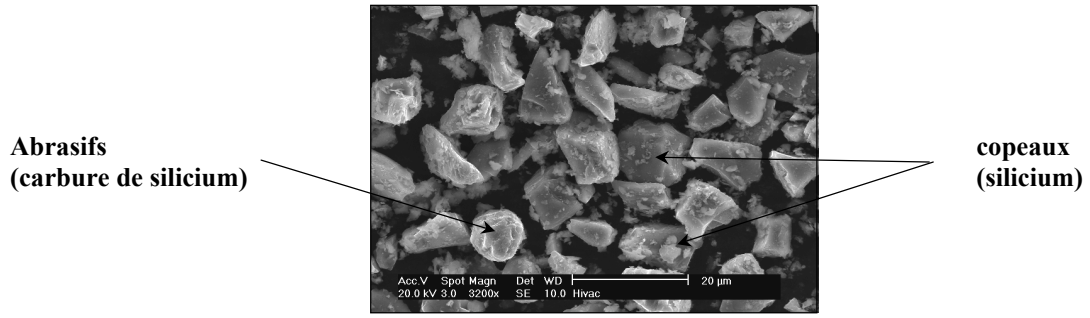


figure 2-14 : grains de SiC et copeaux de silicium

D'autre part, un calcul d'interprétation du débit de *slurry* injecté dans la machine, donc de grains d'abrasifs, et supposant que tous les grains prennent part au mécanisme en enlevant chacun un copeau permet d'estimer leur taille. Cette approche consiste à raisonner en débits. Nous allons calculer le débit de silicium enlevé, puis le débit de *slurry* injecté, le

nombre de grains d'abrasif injectés par seconde, puis rapprocher ces deux quantités : quantité de silicium enlevée par seconde par un certain nombre de grains par seconde, nous obtiendrons la taille moyenne des copeaux de silicium. Nous faisons l'hypothèse dans ce calcul que tous les grains de carbure de silicium sont actifs et qu'ils enlèvent chacun un copeau de silicium. Nous pensons que cette hypothèse est raisonnable, dans la mesure où si un certain nombre de grains n'entrent pas dans le trait de scie et sont donc perdus, d'autres en revanche peuvent avoir plusieurs interactions avec la surface.

Calculons le débit de silicium usé Q : c'est la surface de tous les traits de scie du bloc multipliée par la vitesse de descente de la table (5.10^{-6} m/s) : on obtient bien le volume de silicium érodé par seconde :

$$Q = (800 \times 0{,}1 \times 2.10^{-4}) \times 5.10^{-6} = 8.10^{-8}\ m^3.s^{-1}$$

Le débit de *slurry* injecté sur la nappe dépend de chaque machine, prenons un débit moyen de 75 kg/min. Le *slurry* est un mélange de 50 kg de SiC pour 32 kg d'huile. On a donc un débit de *slurry* Q' = 1,25 kg/s, et un débit de SiC q' de :

$$q' = \frac{50}{82} \times 1{,}25 = 0{,}76\ kg/s$$

La densité du carbure de silicium est de $3{,}21.10^3$ kg/m^3. On a donc un débit de SiC :

$$q = 2{,}37.10^{-4}\ m^3/s$$

La taille moyenne des grains est de **13 µm**, nous les supposons sphériques, calculons le volume d'un grain d'abrasif :

$$v = \frac{4}{3}\pi.r^3 = \frac{4}{3}\pi.(6{,}5.10^{-6})^3 = 1{,}15.10^{-15}\ m^3$$

Le nombre de grains de SiC injectés par seconde est donc le rapport de leur débit par leur volume, soit $2{,}1.10^{11}$ grains par seconde injectés et en divisant, pour une seconde, la quantité de silicium enlevée par le nombre de grains injectés, on obtient finalement le volume de silicium arraché par grain : $3{,}8.10^{-19}$ m^3, soit 0,38 µm^3. Si l'on suppose les copeaux sphériques, on obtient une taille de copeau de 0 ,9 µm.

Ces observations concernant la taille des copeaux plaident donc également pour un **micro-usinage ductile du silicium** par les grains d'abrasifs. Une dernière approche va nous permettre de conclure définitivement sur ce mécanisme, elle concerne l'étude de la profondeur de la **zone endommagée** par la découpe qui doit, par ce mécanisme être **faible**, comparée à l'étendue des fissures médianes générées par un usinage fragile par écaillage.

2.2. Etude de la zone endommagée par la découpe par des attaques chimiques

Au cours de la fabrication des cellules, les plaques brutes de sciage sont attaquées dans une solution de soude pour modifier leur état de surface dans le but de capter un maximum de lumière. Cette étape a lieu juste après les phases de nettoyage et de séchage. Nous avons reproduit en laboratoire ces attaques afin de comprendre leur influence sur la tenue mécanique des plaques notamment. En effet, la surface des plaques est endommagée par la découpe par sciage à fil (micro-fissures) sur une certaine profondeur qui reste mal connue ; elle est

pourtant très importante puisqu'elle dépend des mécanismes d'enlèvement de matière se produisant au cours de la découpe et qu'elle influence directement le tenue en flexion des plaques ou plus généralement leur résistance mécanique. On peut donc supposer que cette zone perturbée par la découpe est enlevée totalement ou partiellement par l'attaque chimique et que le comportement de la zone endommagée et du matériau massif sont différents à l'attaque. Nous avons donc attaqué un certain nombre de plaques avec des temps d'immersion différents afin d'apprécier ces différents comportements et d'estimer la profondeur de la zone affectée par la découpe.

2.2.1. Dispositifs expérimentaux

2.2.1.a. Les plaques

Nous avions besoin pour ces essais d'un certain nombre de plaques brutes de sciage, ne présentant pas de défaut majeur. Puisque nous ne pouvions pas disposer de bonnes plaques pour des raisons évidentes de coût, nous avons utilisé des plaques présentant un défaut mineur : le grit (nombre important de grains plus petits sur toute ou partie de la plaque) dont l'effet est sans doute faible devant celui de l'endommagement dû a la découpe.

La première campagne a eu lieu sur cinquante plaques de 101,5 x 101,5 mm et de 300 µm d'épaisseur nominale.

2.2.1.b. La mesure d'épaisseur

L'épaisseur de silicium enlevée par l'attaque est a priori faible, il faut donc disposer d'un moyen de mesure fiable et précis. Le palmer numérique a une assez bonne précision (1 µm « annoncé ») mais il ne prend pas en compte les variations d'épaisseur à moins d'effectuer un nombre très important de mesures sur la plaque, il n'est pas pratique pour les mesures au centre, et il ne permet pas de tenir compte de la présence des stries régulières (profondeur moyenne 10 µm) puisque l'on mesure nécessairement de crête à crête.

Nous avons donc choisi la **pesée**, puisque c'est en fait le volume de silicium moyen enlevé qui nous intéresse. Les plaques ont donc été pesées avant et après attaque (elles ont une masse de l'ordre de **7 g**) sur une balance de précision 0,1 mg. Nous pouvons donc déterminer à l'aide de la densité (2328 kg/m^3) une épaisseur moyenne par plaque et estimer l'épaisseur moyenne ôtée par attaque (en négligeant la variation d'épaisseur des tranches) . Nous avons ainsi une précision très largement inférieure au micron : l'enlèvement d'une couche d'épaisseur 1 µm sur une face produit une variation de masse de 24 mg environ.

2.2.1.c. L'attaque chimique

Dans le procédé industriel, les plaques sont plongées dans une solution de soude à 2 % chauffée à 85 °C pendant 20 minutes. Nous avons reproduit ce dispositif en diluant 20 g de cristaux de soude dans 1 l d'eau distillée dans un bécher de 2 l placé sur une platine chauffante permettant de réguler la température à 85 °C. Un thermomètre est plongé dans la solution pour contrôler cette température. Les plaques sont immergées dans cette solution et

maintenues par une spatule (l'effervescence produite par l'attaque a tendance à les faire flotter). Dans cette première campagne, nous avons immergé les plaques de 30 secondes à 12 minutes avec des incréments de temps décrits plus bas, chaque plaque n'étant utilisée qu'une seule fois.

2.2.2. Résultats

2.2.2.a. Epaisseurs moyennes

Nous avons pesé 50 plaques et calculé leur épaisseur moyenne. Les résultats sont présentés sur la figure 2-15 sous forme de distribution. La première remarque est que le pic le plus important se situe dans l'intervalle [290 ; 292,5 µm].

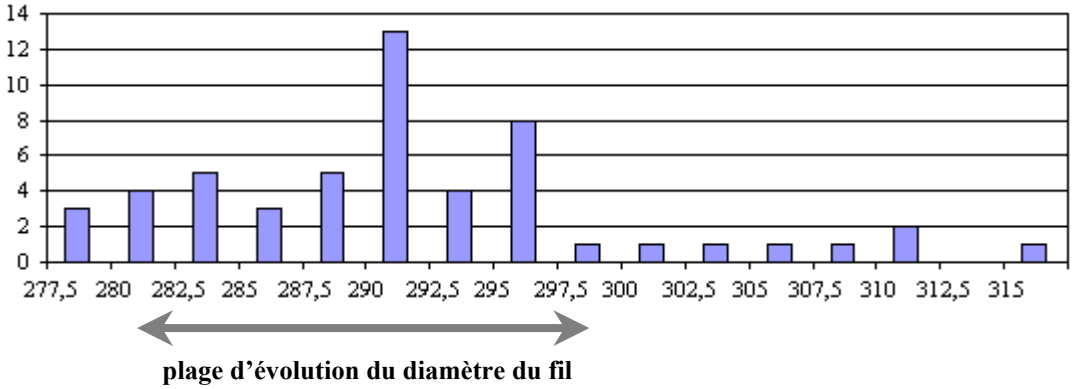


figure 2-15 : distribution des épaisseurs moyennes des plaques

On observe une dispersion importante des épaisseurs des plaques. L'épaisseur moyenne avant attaque est 291,9 µm avec un écart type de 8,3 µm, soit une épaisseur inférieure à celle attendue. Le pas des guides-fil étant de 500 µm, le trait de découpe a donc une valeur moyenne de **208 µm**. L'épaisseur de la couche d'abrasifs assurant la découpe est donc en moyenne de l'ordre de *(208 – 153)/2 =* ***27,5 µm***, valeur significativement plus forte que celle généralement admise : 20 µm environ. Cette dispersion d'épaisseurs moyennes a sans doute une triple origine : la dispersion du pas des guides-fil, les fluctuations de l'épaisseur du trait de scie (quantité d'abrasif entraîné par le fil) et l'usure du fil (cf figure 2-15).

2.2.2.b. Attaques chimiques

Le tableau 2-2 présente le nombre de plaques immergées à chaque temps d'attaque et les incréments de temps utilisés. On observe au bout d'environ 5 secondes un fort dégagement gazeux qui débute sur certains grains seulement, ce qui traduit le fait que les vitesses d'attaques sont différentes suivant l'orientation cristalline des grains, phénomène connu.

intervalle	incrément de temps d'immersion	nombre de plaques attaquées
0 à 2 min	15 s	3
2 à 5 min	30 s	2
5 à 8 min	30 s	1
8 à 12 min	1 min	1

tableau 2-2 : conditions expérimentales

Cette effervescence cesse après environ 1 minute. Le dégagement est ensuite beaucoup plus lent. A leur sortie, les plaques sont rincées à l'eau puis à l'éthanol et séchées. Elles sont

ensuite pesées à nouveau pour déterminer **l'épaisseur totale dissoute**. La figure 2-16 représente cette épaisseur totale en microns (donc sur les deux faces) en fonction du temps d'immersion.

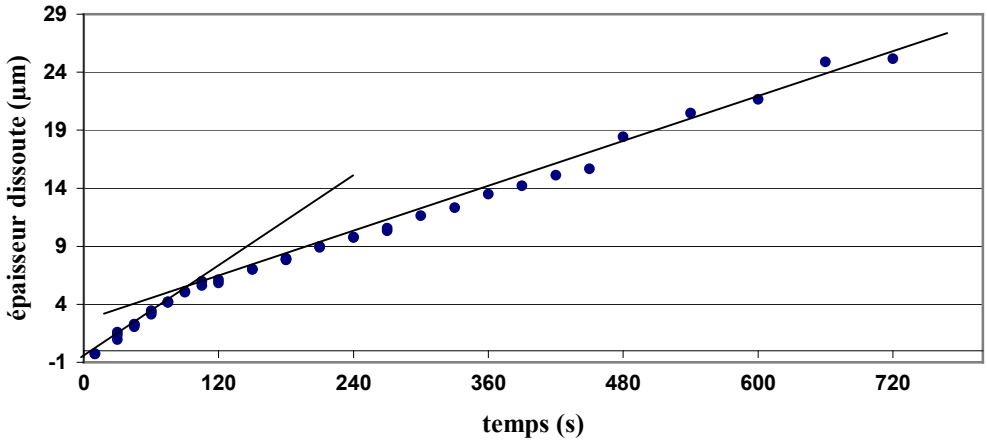


figure 2-16 : épaisseur totale dissoute en fonction du temps d'attaque

La première observation est que l'on dissout 25 µm en 12 minutes, soit environ 12 µm de chaque côté de la plaque, épaisseur supérieure à celle à laquelle on s'attendait. On observe également une dépendance linéaire de l'épaisseur dissoute en fonction du temps, mais avec deux régimes distincts. Le premier, plus rapide, correspond vraisemblablement à l'attaque de la zone endommagée par la découpe puisque cette zone, très perturbée, offre une plus grande surface de silicium à la soude. Le premier point (négatif) obtenu pour une immersion de 10 secondes et donnant une prise de poids des plaques d'environ 6,5 mg pourrait correspondre à une oxydation de la surface, très réactive, précédant la dissolution ; nous n'en tiendrons pas compte dans cette première approche.

La figure 2-17 nous présente les régressions linéaires qui donnent les vitesses d'attaques correspondant aux deux régimes, ainsi que le point de transition entre les deux. La transition entre les deux régimes se produit à 90 s à une valeur de 5 µm, soit 2,5 µm par face des plaques. La zone endommagée par la découpe aurait donc une épaisseur de 2,5 µm. Ceci confirme nos conclusions sur les mécanismes d'enlèvement de matière, à savoir un micro-usinage ductile produisant des copeaux d'épaisseur de l'ordre du micron. Sa vitesse d'attaque est de **0,0545 µm/s**, soit 1,6 fois plus élevée que la vitesse d'attaque du silicium massif qui est de **0,0329 µm/s**.

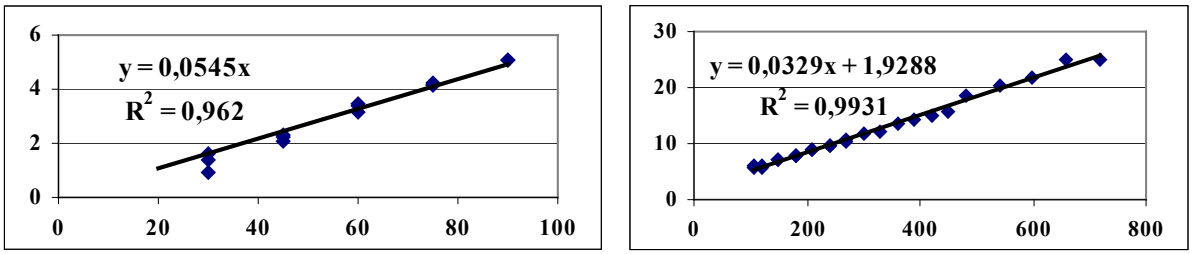


figure 2-17 : valeurs des pentes des régressions linéaires

La figure 2-18 présente 8 images MEB prises à des grossissements sensiblement égaux des surfaces de plaques attaquées à des temps différents de part et d'autre de la transition des vitesses d'attaque symbolisée par une flèche grise, entre 1' et 1'30 d'attaque. Les deux premières images ont un grossissement de 4694 ×, les six suivantes de 6400 ×. Des images complémentaires sont reportées en annexe 1.

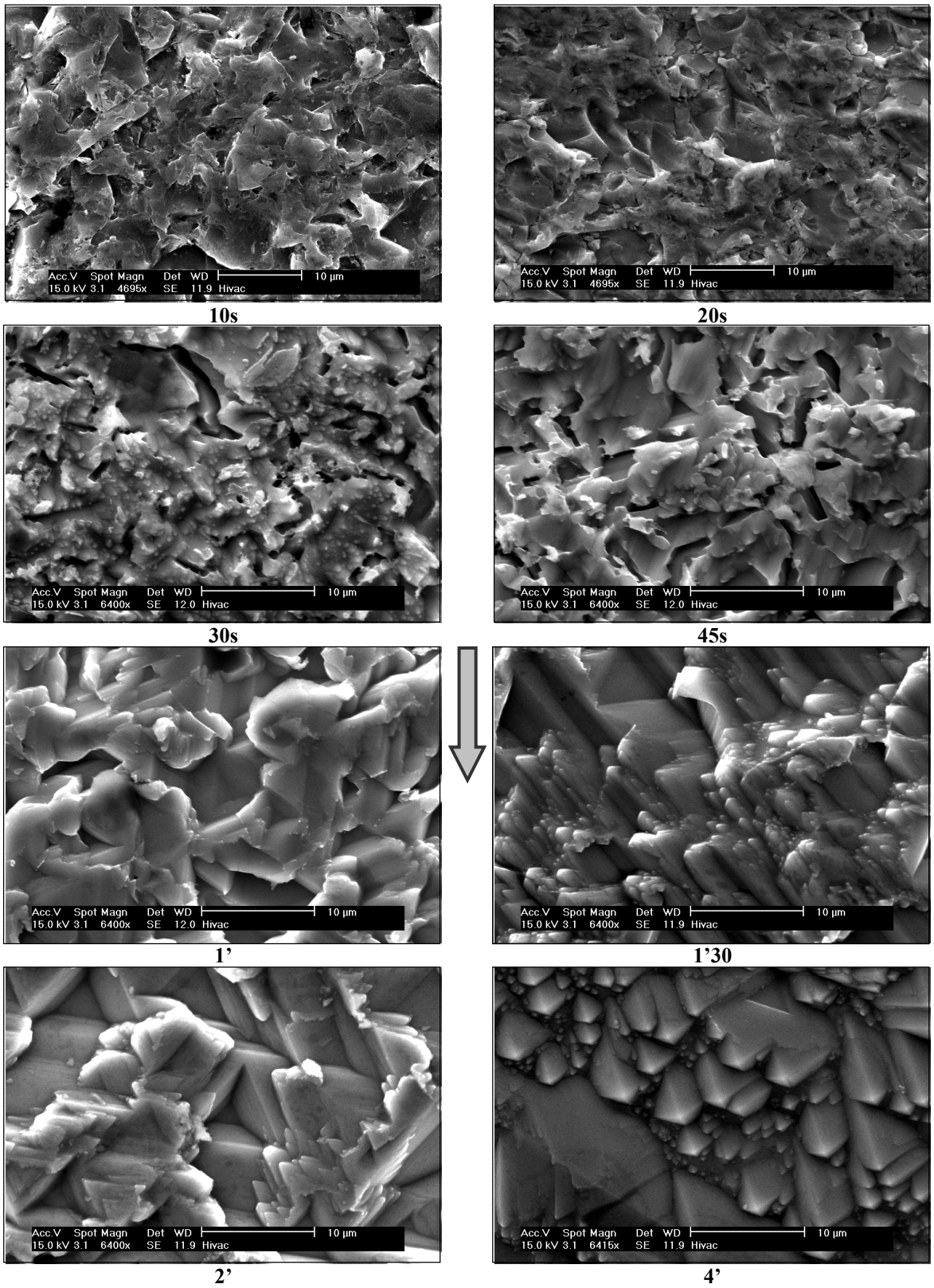


figure 2-18 : images MEB des surfaces attaquées et leur temps d'immersion

On observe sur les deux premières images (partie centrale des plaques) (surfaces immergées 10 et 20 secondes) le faciès d'abrasion trois corps habituel, puis l'apparition progressive sur les deux images suivantes des **figures d'attaque** jusqu'à la disparition totale des microfissures se produisant au passage de la transition décrite plus haut, entre les plaques immergées 1' et 1'30. Les deux dernières images montrent les différentes figures obtenues par

l'attaque à la soude de grains de silicium orientés différemment. A partir de ce temps d'attaque, on observe une texture de surface constante, l'anisotropie de l'attaque sera discutée plus bas. Sur la dernière image, de la plaque immergée 4', on distingue un joint de grain oblique montrant les différentes figures d'attaque suivant l'orientation des grains.

Ces images confirment les résultats obtenus par pesée quant à la transition entre le régime d'attaque de la zone perturbée par la découpe et celui du silicium massif.

Si l'on considère maintenant tous les premiers points, y compris les valeurs négatives, et que l'on ne force plus la régression linéaire à passer par l'origine (ce qui serait logique puisqu'à t = 0 on n'a pas de dissolution), on observe que celle-ci s'ajuste aux points expérimentaux avec un coefficient de corrélation de 0,99, bien meilleur que le coefficient de 0,96 obtenu en supprimant les points négatifs comme le montre la figure 2-19.

Tout se passe donc comme si le mécanisme de dissolution nécessitait la formation préalable d'une couche superficielle, qui se formerait dans les premières secondes, et qui expliquerait l'augmentation de la masse des plaques (augmentation d'épaisseur de 0,3 µm à 10 s) et le fait que l'effervescence ne se produise qu'après 5 secondes environ d'immersion.

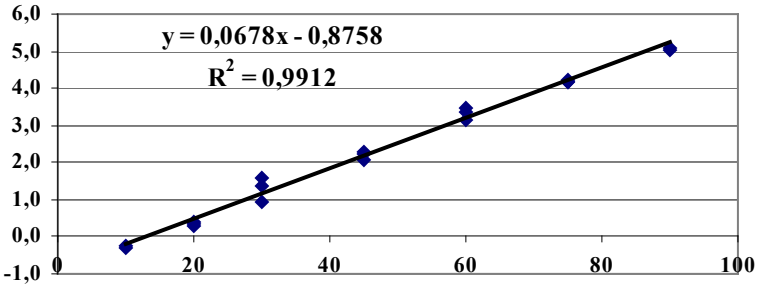


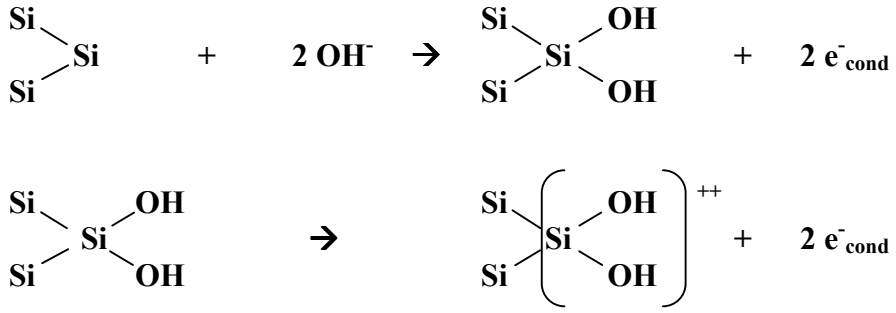
figure 2-19 : régression linéaire du premier régime

C'est donc manifestement cette couche qui est dissoute dans la solution de soude à une vitesse de 0,0678 µm/s, soit une vitesse double de celle du deuxième régime, et une transition de régimes à 80 s pour une épaisseur de 4,6 µm totale, soit **2,3 µm** par face des plaques. Nous allons maintenant expliquer les mécanismes de mise en solution du silicium par cette solution de soude.

2.2.3. Mécanisme de dissolution du silicium

Seidel et al. ont étudié le comportement anisotrope du silicium monocristallin à l'attaque chimique (solvants organiques et solutions alcalines, NaOH notamment) [SEIDEL-1990]. Ils ont ainsi décrit les différentes réactions chimiques donnant lieu à cette dissolution.

Dans une phase d'oxydation en trois temps, 4 ions hydroxyde (OH^-) réagissent avec un atome de Si de la surface conduisant à l'injection de 4 électrons dans la bande de conduction qui restent localisés près de la surface suivant les réactions ci-dessous. Cette phase d'oxydation explique la prise de masse des plaques dans les tout premiers temps d'immersion dans la solution exposée plus haut, provenant donc de la présence des hydroxydes à la surface.



Dans un second temps, la réaction est accompagnée par la rupture des liaisons Si – Si du cristal, ce qui nécessite une activation thermique et conduit à la formation d'acide monosilicique : $Si(OH)_4$.

La molécule neutre $Si(OH)_4$ peut quitter la surface solide par diffusion. Au cœur de l'électrolyte, elle est instable à cause du pH élevé. La chimie des silicates nous indique en effet que pour des valeurs de pH élevées, le complexe suivant se forme par détachement de deux protons :

$$Si(OH)_4 \rightarrow SiO_2(OH)_2^{--} + 2\,H^+$$

$$2H^+ + 2\,OH^- \rightarrow 2\,H_2O$$

Dans une phase de réduction, les électrons injectés réagissent avec les molécules d'eau pour former de nouveaux hydroxydes et un dégagement d'hydrogène :

$$4\,H_2O + 4\,e^- \rightarrow 4\,H_2O^-$$

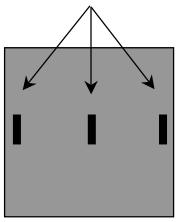
$$4\,H_2O^- \rightarrow 4\,OH^- + 4H \rightarrow 4\,OH^- + 2\,H_2 \uparrow$$

Les auteurs admettent que ces hydroxydes générés à la surface du silicium sont consommés par la phase d'oxydation en bien plus grande proportion que ceux de l'électrolyte puisque ces derniers sont maintenus à l' écart du silicium par les forces de répulsions dues aux charges négatives de la surface (e^- injectés pendant la phase d'oxydation). le comportement anisotrope du silicium à l'attaque de la solution alcaline est dû au fait que les niveaux d'énergie des liaisons Si – Si à rompre pour dégager un atome de Si de la surface sont différents en fonction de l'orientation cristalline. En outre, la vitesse d'attaque du silicium est fortement influencée par la concentration d'eau. Pour de fortes concentrations de NaOH, cette vitesse diminue comme la puissance 4 de la concentration d'eau. La forte valeur de pH n'est nécessaire que pour obtenir une bonne solubilité du complexe $Si(OH)_4$ et pour supprimer la couche de SiO_2 native à la surface.

2.2.4. Rugosimétrie

Nous avons utilisé la rugosimétrie pour suivre l'évolution des surfaces au cours de l'attaque chimique. Suivant le même principe qu'au paragraphe 2.1.3., nous avons fait trois relevés de profils (un au centre et un de chaque côté) dans la direction de la découpe sur 12 plaques attaquées avec les temps ci-dessous :

Relevés de profils



Temps d'immersion des plaques :

10 s	2'
20 s	4'
30 s	6'
45 s	8'
1'	10'
1'30	12'

Pour chacun de ces 36 profils, nous avons calculé les paramètres R_a et S_k. L'évolution de ces paramètres et leur régression sont présentées sur les figures 2-20 et 2-21, en fonction du temps d'attaque pour le relevé effectué d'un côté de la plaque (entrée du fil en aller) (triangles noirs), au centre (carrés noirs) et de l'autre côté de la plaque (sortie du fil en aller) (losanges gris).

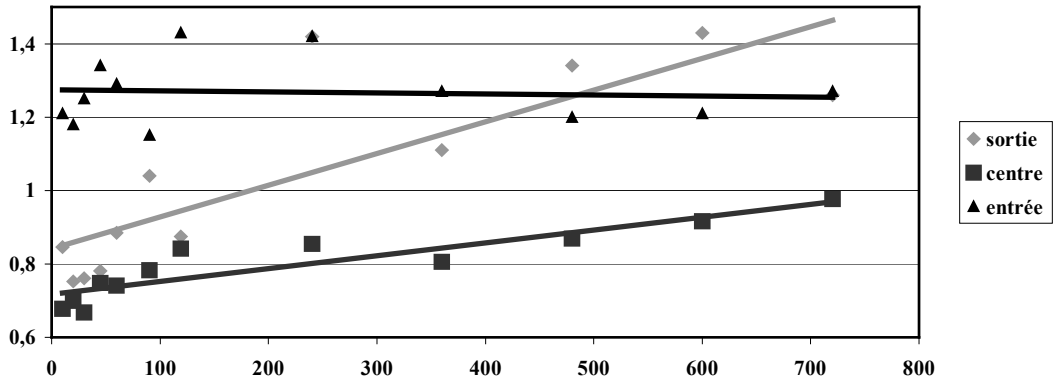


figure 2-20 : évolution de la rugosité moyenne (R_a) en fonction du temps d'attaque

Nous observons des rugosités moyennes sensiblement équivalentes au centre et à gauche de la plaque non attaquée alors qu'elle est presque double à droite de la plaque. Au cours de l'attaque, les évolutions sont en revanche différentes : la rugosité à droite n'évolue globalement pas, alors qu'elle augmente au centre et augmente également à gauche, et deux fois plus vite.

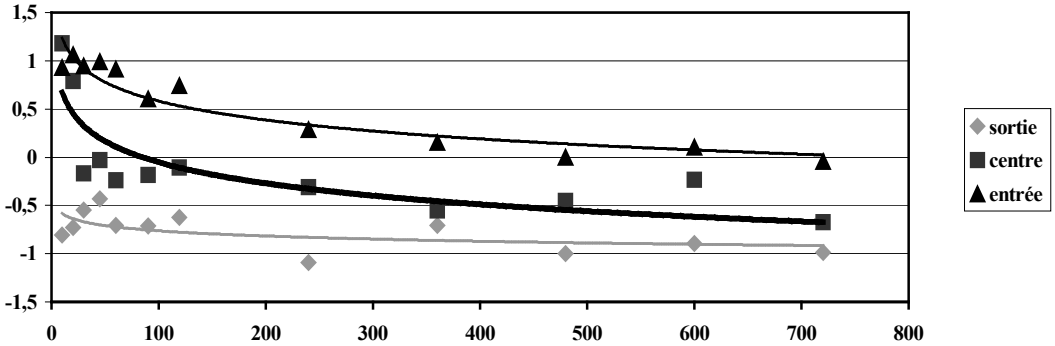


figure 2-21 : évolution du Skewness (S_k) en fonction du temps d'attaque

En ce qui concerne le Skewness, nous retrouvons ici sur les plaques non attaquées ce que nous avons montré au paragraphe 2.1.3., des valeurs négatives d'un côté de la plaque et positives de l'autre qui traduisent l'asymétrie des profils. Ces valeurs décroissent globalement avec l'attaque : les valeurs du centre deviennent légèrement négatives, ce qui traduit un léger creusement des creux ; ces creux, déjà présents à gauche ont tendance à se creuser davantage, ce qui peut s'expliquer par le fait qu'ils offrent une surface importante à la solution qui les attaque sur toutes les faces. A droite de la plaque, le profil décalé vers le bas présente

également au réactif la surface totale de ses pics, qui vont donc avoir tendance à disparaître. Ceci est traduit par l'annulation progressive du Skewness.

Nous avons donc vu qu'une dissolution d'environ 5 µm par face produit les figures d'attaque, il restera à vérifier que cette épaisseur ôtée est compatible avec la fonction photovoltaïque par des moyens de caractérisation spécifiques.

Nous allons maintenant corréler l'influence de ces attaques chimiques à la résistance mécanique des plaques : à l'aide d'**essais de flexion quatre points**, nous allons notamment voir si la dissolution de la zone endommagée par la découpe est favorable à la tenue en flexion. Des mesures seront également faites sur des plaques non attaquées dans le sens des stries et dans le sens perpendiculaire pour apprécier la différence de résistance induite pas ces stries par un effet d'entaille.

2.2.5. Etude de la résistance mécanique des plaques par des essais de flexion

2.2.5.a Dispositif expérimental et premières mesures

Dans un essai classique de flexion trois points, le barreau ou la plaque est posé sur deux appuis inférieurs et un troisième, supérieur, vient appliquer la force au centre de ce barreau. Le moment de flexion est donc nul sur les appuis extérieurs et augmente jusqu'à son maximum atteint au centre du barreau. Il y a également une **concentration de contraintes** à l'endroit où la force est appliquée. Dans le cas d'un matériau fragile comme le silicium, la rupture aurait ainsi lieu au centre de la plaque où la force serait appliquée et elle serait perturbée par cette concentration de contraintes. C'est pour ces deux raisons que l'on utilise la flexion quatre points pour les matériaux fragiles : comme indiqué sur la figure 2-22, la plaque (en gris) est posée sur deux appuis extérieurs et la force est appliquée par deux appuis intérieurs. Les appuis sont des cylindres en acier de 10 mm de diamètre. Ce dispositif présente deux avantages : le moment de flexion, toujours nul aux appuis extérieurs, augmente entre les appuis *AB* et *DC*, pour atteindre sa valeur maximale et constante entre *B* et *C*. La rupture a lieu entre ces points *B* et *C*, la plaque se fragmente en morceaux allongés dans le sens des cylindres et très étroits, alors que les débris entre les points *AB* et *CD* sont bien plus larges (de l'ordre de la distance a).

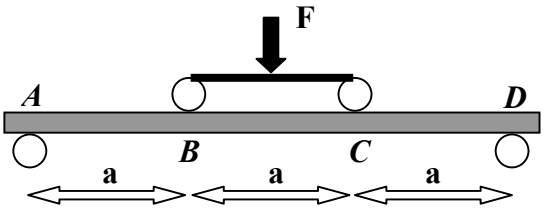


figure 2-22 : schéma et photo du dispositif de flexion quatre points

L'écartement des cylindres a est de 30 mm, la vitesse de descente des deux appuis supérieurs est de 50 mm/min. On enregistre la force et la flèche à la rupture.

Nous avons réalisé les premières mesures sur des plaques de 300 µm non attaquées pour observer l'effet éventuel des stries régulières présentes à la surface des plaques

et dues au *back & forth* sur la résistance en flexion. La pesée de 30 plaques donne une épaisseur moyenne de **286 µm** (pour 300 µm attendus).

- *Stries perpendiculaires aux cylindres (moyennes sur 15 plaques) :*
  Force de rupture moyenne : **10,4 N** à une flèche de 3,24 mm

- *Stries parallèles aux cylindres (moyennes sur 15 plaques) :*
  Force de rupture moyenne : **9,66 N** à une flèche de 3,01 mm

Nous observons une bonne proportionnalité entre force et flèche et une résistance inférieure d'environ **10 %** lorsque les stries sont parallèles aux cylindres, c'est à dire perpendiculaires à la contrainte appliquée. L'effet de ces stries n'est donc pas négligeable et nous effectuerons toutes les mesures avec les stries parallèles aux cylindres.

2.2.5.b Mesures effectuées sur les plaques attaquées

Nous enregistrons donc la force à la rupture et la flèche correspondante pour chaque essai. Cette flèche, mesurée par le déplacement de la traverse de la machine utilisée ne sera pas représentée, sa valeur étant influencée par la raideur de la machine et les jeux du montage. Elle n'est utilisée que pour s'assurer que la plaque n'était pas endommagée avant l'essai.

Chacune des plaques avait été pesée pour obtenir son épaisseur afin de quantifier l'épaisseur ôtée par l'attaque chimique. Cette épaisseur (*h*), la dimension de la plaque (*b*) et la force à la rupture (*F*) nous permettent de calculer la contrainte principale maximale de traction (σ_M) (resp. compression) à la surface inférieure (resp. supérieure) de la plaque au moment de la rupture comme nous pouvons le voir sur la figure 2-23.

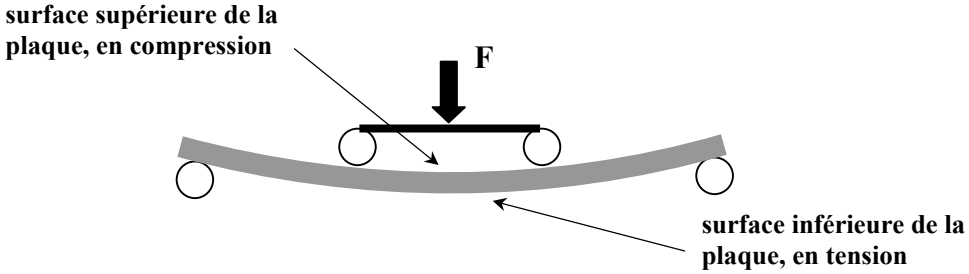


figure 2-23 : représentation des tensions et compressions de la plaque en cours d'essai de flexion 4 points

$\boldsymbol{Mf_{GZ}}$ est le moment de flexion appliqué à la plaque, $\boldsymbol{I_{GZ}}$ son moment d'inertie et $\boldsymbol{y}$ la distance à la fibre neutre (située à mi-épaisseur).

$$\sigma_M = \frac{Mf_{Gz}}{I_{Gz}}.y \quad , \quad I_{Gz} = \frac{b.h^3}{12} \quad , \quad \sigma \text{ est maximum à } y = h/2 \quad \text{et} \quad Mf = a\ .\ F/2$$

$$\boxed{\sigma_{Max} = \frac{3.a.F}{b.h^2}} \qquad \textbf{équation 2-2}$$

Nous pouvons ainsi calculer σ_M pour chaque plaque, et tracer son évolution en fonction de l'épaisseur de silicium dissoute par l'attaque (figure 2-24). L'intérêt de raisonner en terme de contrainte principale à la rupture est de s'affranchir de l'épaisseur des plaques afin de pouvoir les comparer.

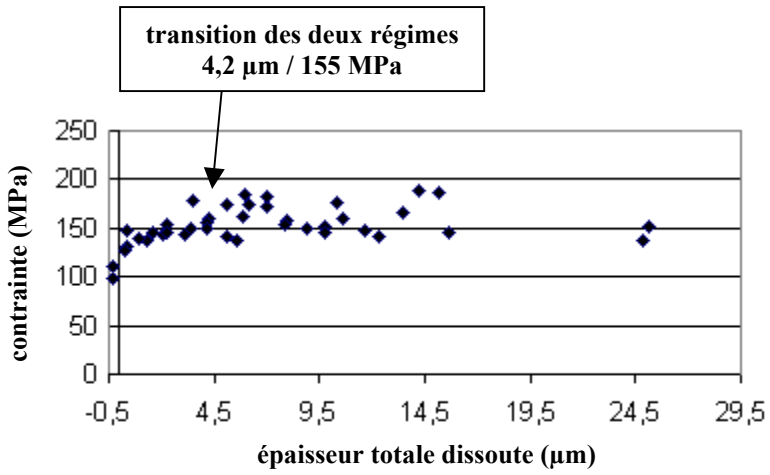


figure 2-24 : évolution de la contrainte principale en fonction de l'épaisseur de silicium dissoute par l'attaque chimique

La dispersion des valeurs de la contrainte après la dissolution de la zone endommagée par la découpe peut certainement être attribuée aux différences de tailles et d'orientation des grains. La contrainte est de 100 MPa pour la plaque brute de sciage, elle augmente jusqu'à disparition de la zone perturbée pour atteindre un palier où en moyenne les plaques présentent une **contrainte de rupture de 160 MPa**. Si l'on considère un module d'Young moyen : E = 160000 MPa, la déformation en surface est donc : $\varepsilon = 10^{-3}$. La résistance en flexion des plaques augmente ainsi de plus de 50 % lorsque l'on a dissout la zone endommagée par la découpe pour atteindre une valeur moyenne de 160 MPa.

Ces essais de flexion nous ont donc montré que les stries régulières ont une influence sur la résistance mécanique des plaques (10 %) et que l'endommagement de la surface des plaques dû à la découpe, qui s'étend à une profondeur de 2,5 µm, fait chuter cette résistance : 100 MPa au lieu de 160 MPa une fois cette couche perturbée dissoute.

2.3. Etudes thermiques du procédé de sciage à fil

2.3.1. Mesures de températures

La température réelle atteinte à l'endroit même de la découpe n'était pas connue. La scie étant totalement fermée en fonctionnement à cause notamment des projections de *slurry* ne permet en effet aucun accès. De plus, la zone où a lieu l'enlèvement de matière n'est pas visible, puisqu'elle est au fond des gorges des traits de scie, entre le fil et le silicium. La connaissance de cette température est pourtant d'importance, puisqu'elle conditionne le comportement du matériau.

2.3.1.a Principe de la mesure et résultats

Nous avons donc effectué des mesures de température lors de la découpe. Nous avons pour cela inséré un thermocouple entre l'assemblage de silicium et son support de verre dans lequel a été faite une rainure pour faciliter son passage, comme le montre la figure 2-25.

figure 2-25 : insertion du thermocouple

Le thermocouple est ainsi en contact avec le silicium au milieu de l'assemblage, et on enregistre la température en continu jusqu'à sa découpe. Il est contenu dans l'assemblage du haut-droite.

Pour cette mesure, nous sommes dans les conditions de découpe de production rappelées ci-dessous, l'enregistrement a été fait en continu tout au long de la découpe. La mesure a donc été réalisée sur la scie HCT 12 avec quatre assemblages de 101,5 x 101,5 et les paramètres suivants :

* Vitesse du fil : 8 m/s
* Distance aller du fil : 300 m, retour : 85 m
* Tension du fil : 25 N
* Vitesse de la table : 310 µm/min
* Débit de *slurry* : 65 kg/min
* Température du *slurry* régulée à 25°C
* Température des guides-fil régulée à 25°C

L'enregistrement se fait en continu, le papier défile à une vitesse de 1800 mm/h. Les trois figures ci-dessous (2-26, 2-27, 2-28) représentent des extraits de l'enregistrement. Le papier défile de gauche à droite.

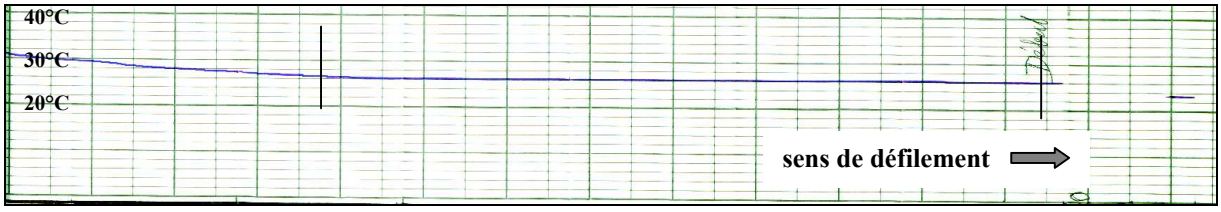


figure 2-26 : début de la découpe

La température reste constante sur environ 17 cm à 26°C (température du *slurry* circulant dans l'enceinte de la scie avant le début de la découpe), soit durant 57 min, lors de la découpe de 17,5 mm de silicium, puis commence à augmenter. Nous avons ainsi pu observer que le silicium conduit bien la chaleur puisque l'on enregistre une variation de température avec un thermocouple pourtant situé à environ 84 mm du fil à ce moment.

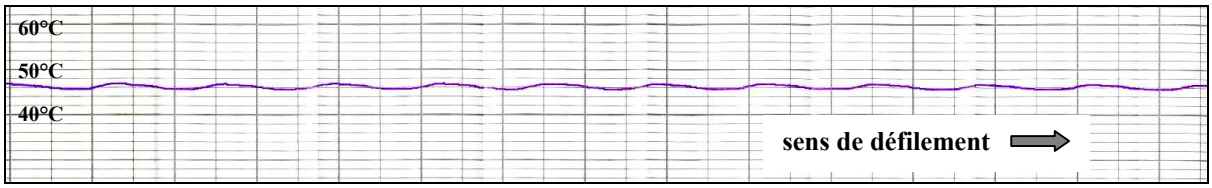


figure 2-27 : milieu de la découpe

Le régime alternatif lié vraisemblablement au *back & forth* est établi, lorsque environ 50 mm de silicium ont été découpés ; on mesure donc la température à environ 50 mm du thermocouple (47°C maximum). On est alors peu éloigné de la température maximale atteinte, ce qui confirme que le silicium conduit très bien la chaleur.

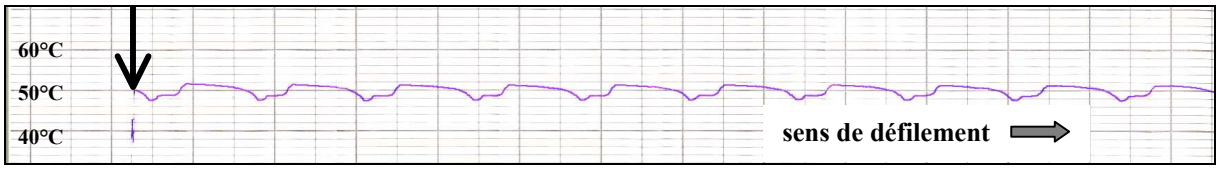


figure 2-28 : fin de la découpe

Le thermocouple est coupé au niveau de la flèche, la mesure faite juste avant est la mesure de la **température maximale réelle du sciage**, soit une valeur de **52°C**.

2.3.1.b Rapprochement des régimes de température et de back & forth

la figure 2-29 est un zoom de l'un des derniers cycles de température avant la découpe du thermocouple.

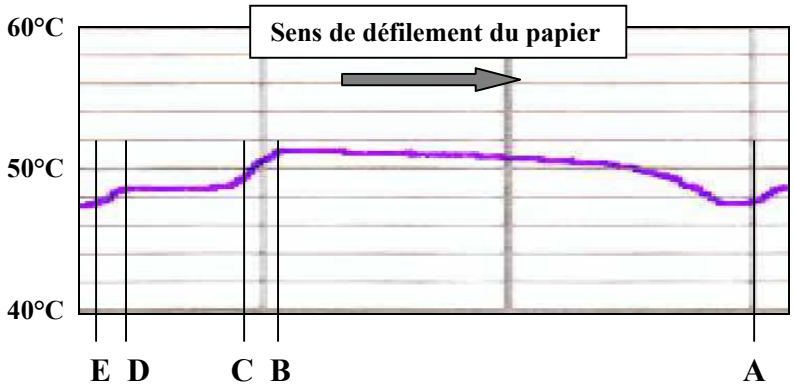


figure 2-29 : zoom d'un cycle de température

Nous allons voir que ce régime est intimement lié à celui du fil. La figure 2-30 montre la courbe de vitesse du fil sur un cycle de *back & forth* en fonction du temps compte tenu de son accélération (5 m.s^{-2}), avec la durée de chaque phase.

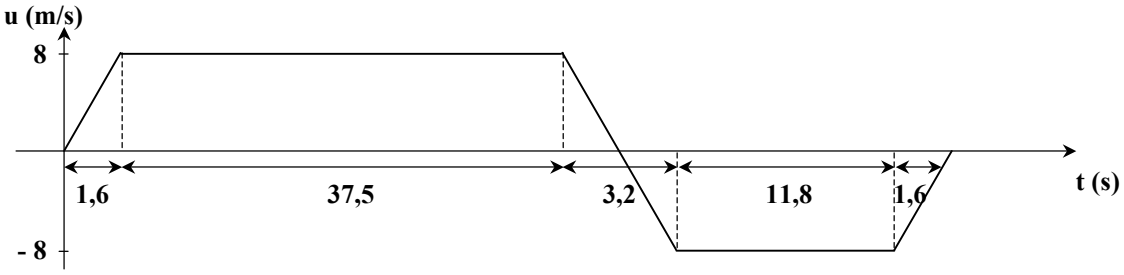


figure 2-30 : vitesse du fil sur un cycle de *back & forth*

Chaque cycle dure ainsi 55,7s. La corrélation entre les régimes des figures 2-29 et 2-30 est alors évidente puisque le papier parcourt 1 mm en 2 s, et les quatre régimes du *back & forth* se résument ci-dessous :

- ✓ **AB** : défilement du fil en avant sur 300 m à 8 m/s, soient 37,5 s correspondant à 18,7mm de papier,
- ✓ **BC** : inversion du sens de défilement de 8 m/s en avant à 8 m/s en arrière à 5 m.s^{-2}, soient 3,2 s correspondant à 1,6 mm de papier,
- ✓ **CD** : défilement du fil en arrière sur 85 m à 8 m/s, soient 10,6 s correspondant à 5,3 mm de papier,
- ✓ **DE** : inversion du sens de défilement d'arrière en avant : 1,6 mm de papier.

2.3.1.c Interprétation de l'évolution de la température de chacune des phases

* ***Phase AB*** : après un petit palier suivant l'inversion de défilement du fil, l'énergie dissipée par la découpe fait augmenter la température jusqu'à 52 °C environ. Ce sera le maximum enregistré puisque dans cette configuration, le fil entrant dans l'assemblage haut-droit sort de l'assemblage haut-gauche et est donc plus chaud qu'en phase retour où le fil provient des deux guides-fil droits régulés en température et qui l'ont refroidi. Cette phase ne semble pas atteindre un palier, ce qui laisse penser que si le sens du fil ne s'inversait pas, la température continuerait à augmenter.

* ***Phase BC*** : le fil change de sens de défilement, la puissance dissipée s'annule, la température diminue.

* ***Phase CD*** : le fil défile en arrière. Comme expliqué dans la phase AB, le fil provient des deux guides-fil régulés en température et a donc été refroidi, il entre probablement dans l'assemblage à une température proche de celle des guides-fil, soit 25°C. Ceci explique que la température en retour soit plus faible qu'en aller.

* ***Phase DE*** : le sens de défilement s'inverse à nouveau, la température diminue légèrement pour les mêmes raisons que pour la phase BC.

Le *back & forth* semble donc limiter l'élévation de la température dans les assemblages.

2.3.2. Constantes physiques des différents composants du système

Le tableau 2-3 présente les principales constantes physiques des différents constituants du procédé de sciage que nous allons utiliser pour les études thermiques.

	Masse volumique ρ (kg/m^3)	**Chaleur massique C (J/kg.K)**	**Conductivité thermique K W/m.K**	**Coefficient de dilatation α (K^{-1})**
silicium	2328	702	124	$2{,}49.10^{-6}$
fil d'acier	8000	450	45	$1{,}2.10^{-5}$
carbure de silicium	3210	670	42	$4{,}7.10^{-6}$
huile minérale	900	1850	0,14	-

tableau 2-3 : constantes physiques des matériaux du procédé

- ***Compléments :***

Silicium : température de fusion : **T_f = 1680 K**
dureté Vickers : **1127 Hv**
module d'Young : **E = 127000 MPa**

- ***Paramètres utilisés dans les calculs :***

Les paramètres de découpe présentés ci-dessous sont ceux généralement utilisés au début de notre étude. Ils ont légèrement évolué depuis et peuvent être différents en fonction des scies.

rayon du fil :	**$r = 80.10^{-6}$ m**
vitesse du fil :	**u = 8 m/s**
largeur des assemblages :	**l = 101,5 mm**
tension du fil :	**T = 25 N**
vitesse de la table :	**V = 310 µm/min**

Une étude réalisée par une société extérieure à Photowatt (Vibratec) sur les efforts de coupe nous a fourni des informations supplémentaires que nous développerons au chapitre 4. Des détails de leur mode opératoire sont donnés en annexe 2. Nous utilisons toutefois ici la valeur du frottement de Coulomb et celle de la pression de contact exercée par le fil sur le silicium (cf également §2.1.1.) :

coefficient de frottement :	**µ = 0,38**
pression de contact :	**$p_c = 5.10^4$ Pa**

2.3.3. Effet de l'échauffement du fil sur sa tension

Nous savons que la tension du fil est un paramètre très important et que des variations de cette tension induisent des défauts sur les plaques que nous étudierons au chapitre suivant. Il est de plus très difficile de prédire l'évolution de cette tension dans la nappe. Nous allons voir si l'échauffement du fil peut avoir une influence significative sur cette tension.

Calculons la contrainte de tension du fil, sa déformation résultante (ε_{el}) et l'effet de son échauffement, supposé de 50°C (ε_{th}):

$$\sigma = \frac{T}{\pi.r^2} = \frac{25}{\pi.0{,}08^2} = 1{,}24\ GPa \qquad \varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E} = \frac{1{,}24}{127} = 9{,}7.10^{-3}$$

$$\text{et} \qquad \varepsilon_{th} = \alpha.\Delta\theta = 1{,}2.10^{-5} \times (52 - 25) = 3{,}2.10^{-4}$$

La déformation provoquée par l'augmentation de température est 30 fois inférieure à la déformation imposée par la tension du fil, nous la négligerons.

Evaluons également la répartition de la température dans la section du fil où profondeur de pénétration e : $a = K/\rho C$ est la diffusivité thermique du fil et Δt son temps de passage dans le bloc :

$$e = \sqrt{6.a.\Delta t} = \sqrt{\frac{6 \times 13 \times 100}{8000}} = 0{,}98\ mm$$

Cette profondeur est très largement supérieure au diamètre du fil (0,160 mm), nous pouvons donc considérer sa température comme uniforme dans une section.

2.3.4. Evolution de la température du fil entrant dans le bloc

Nous allons évaluer l'écart de température entre la surface du fil et le cœur du bloc de silicium en régime permanent pour savoir de quoi dépend la température de l'ensemble. Le régime stationnaire nous donne $\partial\theta/\partial t = 0$ et l'on considère $\Delta\theta = \theta_s - \theta_{Si}$, avec :

θ_s : température du fil et de la surface de silicium

θ_{Si} : température du cœur de l'assemblage.

Faisons un bilan des puissances fournies et dissipées par un point du fil entrant dans l'assemblage avec une cote *z* comme le montre la figure 2-31. Pour ce faire, nous supposerons que les énergies stockées par écrouissage et consommées par création de surfaces sont négligeables devant celle dissipée par le frottement.

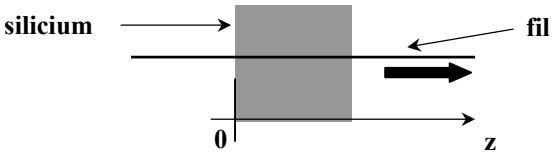


figure 2-31 : cote z d'un point du fil traversant l'assemblage

Exprimons les différentes puissances en fonction de la cote *z* d'un point du fil dans le bloc :

$$\underbrace{u.\pi.r^2 \times \rho.C_a \times \frac{d\Delta\theta}{dz}}_{\text{puissance associée à l'échauffement du fil}} = \underbrace{\mu.p.\pi.r.u}_{\text{puissance dissipée par le frottement}} - \underbrace{\beta.K_{Si}.\pi.r.\frac{\Delta\theta}{r}}_{\text{puissance évacuée par conduction dans le silicium}} \qquad \textbf{équation 2-3}$$

β est un coefficient modérateur de la puissance évacuée par conduction, de l'ordre de l'unité.

$$\frac{d\Delta\theta}{dz} = \frac{\mu.p}{\rho.C_a.r} - \frac{\beta.K_{Si}}{u.\rho.C_a.r^2}.\Delta\theta$$

Résolvons cette équation différentielle :

$$\Delta\theta = \frac{\mu.p.r.u}{\beta.K_{Si}}\left(1 - e^{-\frac{\beta.K_{Si}}{\rho.C_a.r^2.u}.z}\right) + \Delta\theta_0.e^{-\frac{\beta.K_{Si}}{\rho.C_a.r^2.u}.z}$$

où θ_0 est l'écart de température entre le bloc de silicium et le fil à son entrée dans le bloc. En fin de trait de découpe, on a $z = l$, et :

$$\frac{\beta.K_{Si}.l}{\rho.C_a.r^2.u} = \frac{\beta \times 124 \times 0{,}1}{3{,}6.10^6 \times (80.10^{-6})^2 \times 8} = 67.\beta >> 1 \text{ puisque } \beta \text{ est proche de 1.}$$

La température se stabilise donc très vite après l'entrée dans le bloc, à une valeur $\Delta\theta_{limite}$:

$$\Delta\theta_{\lim ite} = \frac{\mu.p.r.u}{\beta.K_{Si}} = \frac{0{,}38 \times 5.10^4 \times 80.10^{-6} \times 8}{\beta.124} = 0{,}1.\beta$$

L'écart de température $\Delta\theta$ entre la surface du fil et le cœur du silicium à la sortie est donc très faible : le fil et le silicium sont ainsi très vite à la même température du fait de la

forte conductivité thermique du silicium. **La température de l'ensemble dépend donc de la capacité d'évacuation de la chaleur des assemblages**.

2.3.5. Capacités d'évacuation de la chaleur

Nous pouvons calculer la puissance totale dissipée par le frottement du fil sur le silicium par l'intermédiaire du *slurry* à partir du coefficient de frottement pour les quatre assemblages de la découpe :

$$P = 4 \times n.\mu.p.\pi.r.l.u = 4 \times 800 \times 0{,}38 \times 5.10^{4} \times \pi \times 80.10^{-6} \times 0{,}1 \times 8 = 12{,}2\ kW \quad \textbf{équation 2-4}$$

n est le nombre de traits de scie, les autres paramètres sont détaillés plus haut.

Les assemblages évacuent a priori la chaleur produite par le frottement du fil de plusieurs manières :

- la conduction par le support en verre et aluminium au bâti de la machine,
- la convection par l'air ambiant,
- la convection assurée par la circulation du *slurry*,
- la conduction par le fil.

Les mesures de température nous indiquent que celle-ci est globalement constante au cours de la découpe (légères variations dues au *back & forth* mises à part). En régime permanent, **la totalité des 12,2 kW est donc évacuée**. Nous allons donc estimer la quantité de chaleur évacuée par les différents mécanismes afin de déterminer lesquels sont prédominants.

2.3.5.a Conduction par le support

Les assemblages sont collés sur un support en verre d'une épaisseur de 18 mm permettant au fil d'achever la découpe du centre de la brique (compte tenu de sa courbure) dans un matériau ayant des propriétés proches de celles du silicium. Ce support est fixé au bâti de la machine, que l'on suppose à une température de 30°C. Son coefficient de transfert est :

$$h = \frac{K_{verre}}{e_{verre}} = \frac{0{,}8}{18.10^{-3}} = 44\ W/m^2.K$$

La surface de silicium collée sur le verre est $s = 4 \times 0{,}1 \times 0{,}4 = 0{,}16\ m^2$. La puissance : $q = 44 \times 0{,}16 \times (47 - 30) = 120\ W$ peut donc être évacuée par conduction dans le support, elle est négligeable devant les 12,2 kW dissipés par la découpe.

2.3.5.b Convection à l'air

Seules les deux faces des extrêmités des assemblages sont en contact directement avec l'air ambiant à l'intérieur de la machine. Les autres faces sont en effet découpées ou immergées dans le *slurry*. La surface de ces 8 faces (4 assemblages) est donc *: 8 ×0,1015² =*

$8,24.10^{-2}$ m^2. Le coefficient de convection à l'air h est de $20\ W.m^{-2}.K^{-1}$. L'écart de température entre les assemblages et l'air est de $(52 - 30)°C$.

La puissance évacuée par ces huit faces est : $8,24.10^{-2} \times 20 \times (52 - 30) = 36\ W$.

36 W peuvent donc être évacués par convection à l'air, quantité négligeable devant les 12,2 kW à évacuer.

Si ces deux types d'évacuation de la chaleur sont négligeables, alors celle-ci est évacuée essentiellement par les circulations de fil et de *slurry* qui sont intimement liées.

2.3.5.c Conduction par le fil et convection par le slurry

D'après l'analyse du régime thermique du fil, la chaleur convectée par le fil durant un passage dans le bloc vaut environ : $\dot{W}_c = \rho.C_a.u.\pi.r^2\Delta\theta_0 \cong 0,58.\Delta\theta_0\ W$. L'énergie dissipée dans le trait de découpe vaut : $\dot{W}_d = \mu.p.\pi.r.u.L \cong 3,9\ W$. Si la part d'énergie évacuée par le *slurry* est négligeable, on a ainsi :

$$\boxed{\Delta\theta_0 \cong \frac{3,9}{0,58} \cong 6,7\ °C} \qquad \textbf{équation 2-5}$$

L'écart de température constaté entre les deux régimes principaux des cycles de température mesurée au § 2.3.1. est du même ordre de grandeur : **6 °C** environ. Il revient à une **différence de température entre les deux blocs** puisque le fil entrant dans le bloc où l'on mesure la température sort alternativement d'un guide-fil ou de l'autre assemblage. Cet écart peut s'interpréter en première approximation comme la différence de température entre surface du contact fil/silicium et cœur du silicium pour le deuxième bloc. Ceci suggère que l'évacuation de chaleur serait effectuée principalement par les guides-fil via le fil.

Ainsi, si l'on admet que la majeure partie de l'énergie dissipée par la découpe l'est par la circulation de *slurry* et par les guides-fil, quelle est la part d'énergie évacuée par chacun des deux ? L'enregistrement de température montre que celle-ci est intimement liée au régime de défilement du fil, qui est alternatif, alors que la circulation de *slurry* est continue. Le calcul ci-dessus va également dans ce sens. Ceci plaide donc pour une part plus importante d'énergie dissipée par les quatre guides-fil.

2.4. conclusion partielle

Nous avons tout d'abord vu dans ce chapitre qu'il est nécessaire d'assurer un débit de *slurry* suffisant (de l'ordre de 120 kg/min) pour obtenir une bonne qualité de découpe. La présence de stries régulières à la surface des plaques a une origine identifiée : l'entraînement du *slurry* par le fil qui élargit le trait de découpe à chaque inversion de son sens de défilement (*back & forth*). L'observation des copeaux de silicium et l'estimation de leur taille renforce la thèse de l'enlèvement de matière par **micro-usinage ductile** présentée dans le premier chapitre.

Nous avons reproduit en laboratoire l'attaque chimique des plaques de silicium avec des temps d'immersion contrôlés. Ceci nous a permis d'apprécier la profondeur de la zone endommagée par la découpe : **2,5 µm** environ. Après dissolution de cette couche, on observe les figures d'attaque assurant une bonne conversion photovoltaïque après environ 4 minutes d'attaque. Les mesures de résistance mécanique par des essais de flexion 4 points ont confirmé ces résultats et ont montré que les stries régulières sont responsables d'une diminution de 10 % de la tenue mécanique par effet d'entaille.

La température des blocs de silicium lors de la découpe a été mesurée : elle est à peu près uniforme et fluctue légèrement mais ne dépasse pas **52°C**. Nous avons observé que le régime thermique est étroitement lié à celui du fil (*back & forth*). Nous avons montré que la température du fil est à peu près uniforme dans sa section, que fil et silicium sont très vite à la même température et donc que la température des blocs dépend de l'évacuation de la chaleur. Les **12 kW** dissipés par la découpe sont évacués principalement par le *slurry* et les guides-fil. Nous pensons que la majeure partie de cette énergie est en fait évacuée par les guides-fil par l'intermédiaire du fil qui assure donc un rôle important sur le plan thermique.

CHAPITRE 3 : ETUDE DES LIMITES DU PROCEDE

Après avoir identifié dans le deuxième chapitre les principaux mécanismes mis en jeu dans le procédé de sciage à fil et leurs conséquences sur les plaques (endommagement sur une certaine profondeur, rayures de la surface par exemple), nous abordons maintenant les problèmes majeurs que ce procédé peut générer. Nous discutons également des différentes limites de chacun des constituants : fil, abrasif, etc. Ceci nous permet d'identifier les directions envisageables pour faire évoluer le sciage à fil.

Les deux grands types de problèmes que l'on rencontre sont d'une part la rupture du fil de découpe en fonctionnement pouvant causer la perte partielle ou totale des assemblages et d'autre part l'obtention de plaques non utilisables, pour diverses raisons. Les principales origines de ces problèmes sont maintenant identifiées. Nous exposons donc les sources de défauts et les limites si elles existent de chacun des constituants principaux (silicium, fil, abrasif) puis de la technique du *back & forth*.

3.1. Le matériau : défauts structuraux et liés au sciage

3.1.1. Le silicium multicristallin : POLIX®

Le silicium cristallin continue à être le matériau dominant de l'industrie photovoltaïque mondiale. Depuis plusieurs années, la part de silicium monocristallin diminue, au profit du silicium multicristallin. Parallèlement à ces tendances, Photowatt a développé son propre procédé de fabrication de silicium multicristallin par solidification directionnelle, appelé **POLIX®**. La charge de silicium est placée dans un creuset introduit dans le four. Après la purge du four et l'insertion d'un gaz inerte, la phase de cristallisation, constituée de trois étapes (fusion, solidification, refroidissement) démarre. Lors de la phase de cristallisation, le silicium liquide est solidifié de manière contrôlée, en descendant lentement le creuset hors de la zone de chauffe (0,2 mm/min). Par ce procédé, une interface plane solide-liquide se déplace du bas vers le haut du creuset (procédé de solidification unidirectionnelle) permettant une croissance colonnaire de gros grains et une ségrégation des impuretés métalliques résiduelles dans la couche supérieure liquide du lingot. Un cycle dure 60 h, et permet d'obtenir un lingot de 240 kg de silicium. Après la cristallisation, le creuset est perdu, la couche supérieure

contenant les impuretés est enlevée ainsi que les côtés contenant une quantité relativement importante d'oxygène qui a diffusé du creuset en silice (revêtu de nitrure de silicium pour des questions d'adhérence).

Le contrôle de l'interface est primordial dans ce procédé, puisqu'il permet la croissance des gros grains colonnaires. Les joints de grains sont en effet des sites de recombinaison (perte) des porteurs de charge, c'est pour cette raison qu'un matériau à gros grains est un bon compromis pour une application photovoltaïque. Deux types de défauts de cristallisation posent ainsi problème : le premier est la présence de très petits grains (appelé « **grit** ») représenté sur la figure 3-1a. La figure 3-1b montre, elle, des grains de taille normale, mais très fortement **maclés**, c'est-à-dire qu'il s'est produit une anomalie au moment de la cristallisation du grain : la direction du cristal a changé de sorte que les lignes que l'on voit sur la figure 3-1b sont en réalité des plans coupant la surface de la plaque qui sont des plans de symétrie miroir du cristal. Nous verrons par la suite quelle influence ces deux types de défauts peuvent avoir sur la découpe des plaques.

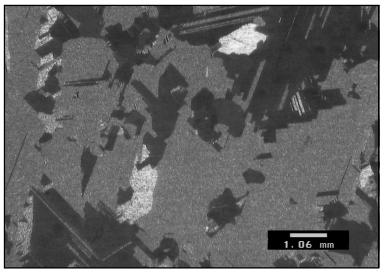


figure 3-1a : « grit »

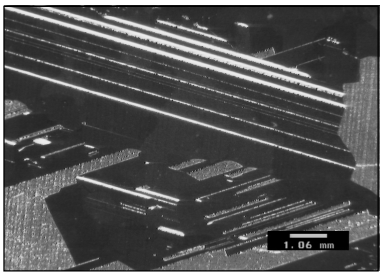


figure 3-1b : macles

figure 3-1 : surfaces de plaques découpées (loupe binoculaire)

La ségrégation des impuretés du bas vers le haut du lingot peut également parfois poser problème : des inclusions peuvent subsister dans le matériau. Nous en avons identifié deux familles : la figure 3-2 est une image à la loupe binoculaire de la partie supérieure de la tranche d'une brique. On y voit un « trait » horizontal qui est en fait la coupe d'un plan parallèle au plan de solidification et duquel partent des inclusions. Celles-ci sont normalement évacuées au sommet du lingot, mais il peut arriver qu'elles soient bloquées avant d'atteindre la zone qui sera éliminée.

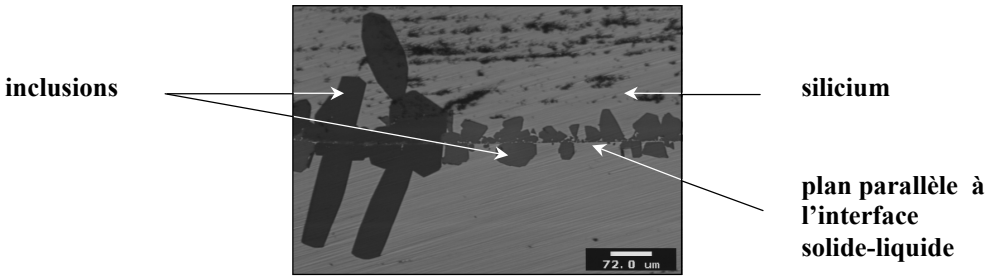


figure 3-2 : coupe d'un plan d'inclusions

Ces plans d'inclusions ont été remarqués, car ils posaient problème lors de la découpe par scie annulaire des extrémités des briques : elles semblaient **plus dures**. Ces zones, visibles à l'œil nu, sont donc éliminées du circuit.

La seconde famille d'impuretés, plus problématique pour le sciage à fil, sera étudiée plus en détail au paragraphe suivant.

Si les plans d'inclusions, visibles et détectables au sciage annulaire peuvent ainsi être supprimées avant le sciage à fil, l'idée que le haut des briques pouvait être plus dur que le bas,

et donc pouvait causer des problèmes au sciage à fil était avancée. Nous avons donc étudié une éventuelle hétérogénéité de dureté des briques dans la hauteur par des mesures de microdureté. Le but de ces mesures de microdureté Vickers est d'observer si le processus de cristallisation du POLIX® peut induire des duretés différentes au début et à la fin de la croissance des lingots susceptibles de perturber le sciage à fil.

Les mesures de microdureté consistent à enfoncer une pyramide en diamant chargée à 300 gf pendant 10 secondes sur la surface à mesurer. Les diagonales de l'empreinte *d* de la pyramide sont alors mesurées et la dureté H_v du matériau est définie comme le rapport de la force appliquée *P* à la surface en creux de l'empreinte formée : $H_v = 1{,}854.P/d^2$. C'est donc une contrainte, exprimée conventionnellement en kgf/mm² (quand on ne précise pas l'unité). On lui adjoint l'abréviation H_v pour préciser qu'il s'agit d'une pointe Vickers (d'autres pointes existent : Knoop, Brinell, etc, elles sont plus adaptées à d'autres matériaux [FELDER-1989]).

Nous disposons de deux tranches de brique, l'une provenant du bas de la brique (donc du lingot), l'autre du haut. Pour pouvoir faire les mesures, nous avons découpé un coin de chaque bloc avec notre scie à fil de laboratoire comme le montre la figure 3-3.

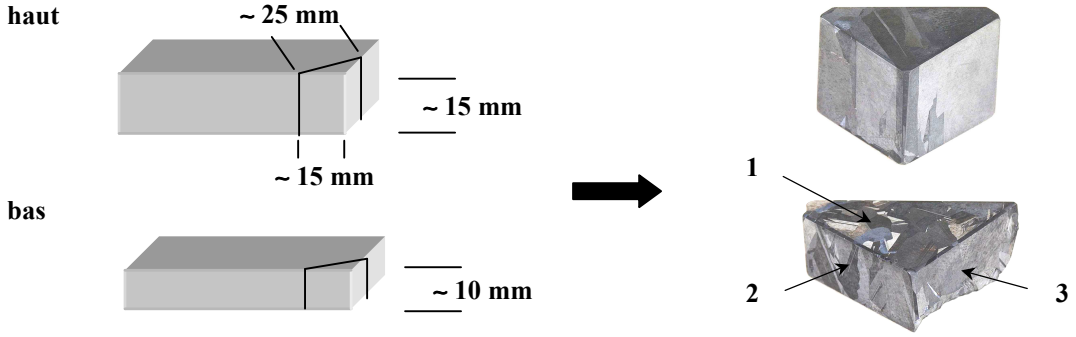


figure 3-3 : préparation des échantillons

Les deux coins ont ensuite été polis miroir (haut et bas) au papier de grade 4000 et pâte diamant de 1 µm et nous avons fait des mesures sur les trois faces représentées et numérotées comme indiqué sur la figure 3-3 (identiques pour les deux échantillons).

- ✓ **1** : correspond aux faces perpendiculaires à la direction de cristallisation, donc une mesure de dureté parallèle à cette direction,
- ✓ **2** et **3** correspondent aux côtés de la brique, donc une mesure perpendiculaire à la direction de cristallisation

Une charge de 300 gf est appliquée sur la pyramide Vickers pendant 10 s, environ 15 à 20 mesures sont réalisées sur chaque face suivant une ou deux lignes parallèles à la plus grande longueur. Les valeurs sont ensuite moyennées pour palier aux incertitudes liées aux mesures de micro-dureté Vickers sur un matériau fragile comme le silicium qui s'écaille lors de la remontée de la pointe (déchargement), comme nous l'avons vu au chapitre 1, rendant parfois difficile la mesure de la taille de l'empreinte. Cette dimension est de l'ordre de 24 µm dans ces conditions expérimentales, taille bien inférieure à celle des grains (de plus de deux ordres de grandeur).

- ***résultats*** *:*

haut du lingot :

➔ parallèle à la direction de cristallisation (1) : $1020^{\pm 125}$ H_v

➔ perpendiculaire à la direction de cristallisation (2 et 3) : $1023^{\pm 116}$ H_v et $966^{\pm 50}$ H_v

bas du lingot :

- ➔ parallèle à la direction de cristallisation (1) : $932^{\pm 122}$ H_v
- ➔ perpendiculaire à la direction de cristallisation (2 et 3) : $1011^{\pm 77}$ H_v et $1010^{\pm 73}$ H_v

- ***interprétation :***

Les valeurs sont légèrement plus faibles que lors de précédentes mesures qui donnaient environ 1100 H_v, mais elles sont correctes compte tenu des incertitudes mentionnées plus haut. Elles sont de l'ordre de 1020 H_v sauf deux valeurs que nous allons tenter d'expliquer : la figure 3-3 montre des photos des échantillons sur lesquels les mesures ont été faites, ils ont été attaqués dans une solution de soude à 2 % et 85°C pendant environ 20 min pour supprimer le poli miroir et révéler à nouveau les grains.

La première observation est que la taille des grains semble différente en haut et en bas du lingot : l'échantillon du bas présente un nombre bien plus important de petits grains que celui du haut. Les 20 mesures effectuées sur la face 1 de l'échantillon du bas donnant une moyenne de 932 H_v ont donc été faites sur des grains certainement tous différents. Cette valeur semble donc significative, et permet de supposer que le lingot est moins dur en bas qu'en haut dans la direction de la cristallisation. Nous observons par ailleurs que la moitié droite de l'échantillon du haut est constituée d'un seul grain, ce qui correspond à la moitié de la face 1 et à la face 3 quasiment complète. Nous constatons que les mesures effectuées sur la face 3 donnent une moyenne de 966 H_v et que celles effectuées sur la moitié droite de la face 1 donnent 956 H_v. Ce grain semble donc moins dur que ses voisins et ce dans les deux directions, puisque toutes les autres mesures faites sur cet échantillon donnent des valeurs de 1020 H_v.

Nous pouvons conclure que cette brique a une dureté de l'ordre de 1020 H_v. Les différences de dureté entre le haut et le bas ne sont pas significatives sauf dans la direction parallèle à la direction de cristallisation où l'on trouve une dureté inférieure en bas de la brique de 10 % environ. Nous avons identifié un grain ayant une dureté de 960 H_v (20 mesures sur ce grain) dans les deux directions. Nous savons que la valeur du module d'Young varie sensiblement en fonction de l'orientation cristallographique des grains ($E_{<111>}=1.90.10^5$ MPa, $E_{<110>}=1.75.10^5$ MPa, $E_{<100>}=1.25.10^5$ MPa [KLOCKE-2000]), et l'on peut donc s'attendre à trouver des duretés différentes en fonction de ces orientations. Nous étudierons à nouveau au chapitre 4 par tribométrie les différences de comportement au sciage à fil des hauts et bas des lingots.

3.1.2. Les inclusions

L'un des premiers défauts que nous avons traité est la présence de fortes **stries** à la surface des plaques. Ces défauts, en creux ou en relief apparaissaient lorsque des taches étaient également visibles. La figure 3-4 est une photo prise à la loupe binoculaire du bord de deux plaques consécutives mises exactement au même niveau, montrant donc les deux « côtés » du trait de découpe. La partie droite est une reconstitution de la forme du trait de découpe correspondant à la surface de ces plaques. La référence d'échelle est donnée par le fil disposé en bas de la photo. On observe une strie en « positif » sur la plaque de droite et en « négatif » sur la plaque de gauche. Le fil, qui a manifestement des difficultés à couper les impuretés présentes dans le matériau, est ainsi dévié de sa trajectoire, formant les stries sur les plaques.

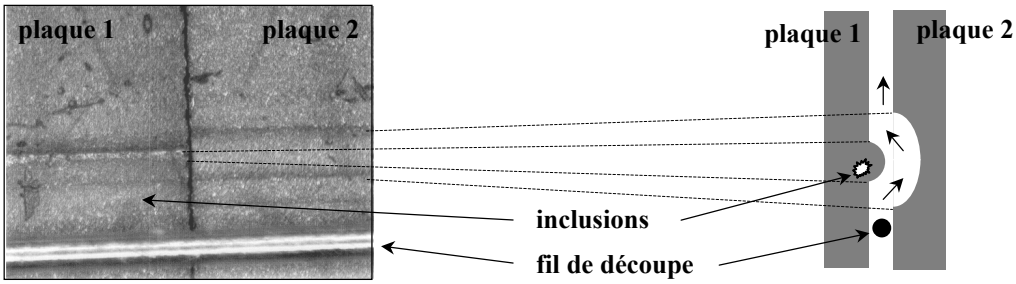


figure 3-4 : exemple d'inclusions et de stries localisées

Ces défauts impliquant la mise au rebut des plaques devaient être identifiés. La figure 3-5 présente ces inclusions à la surface d'une plaque polie miroir excepté dans la partie basse où l'on peut encore voir les stries (en creux).

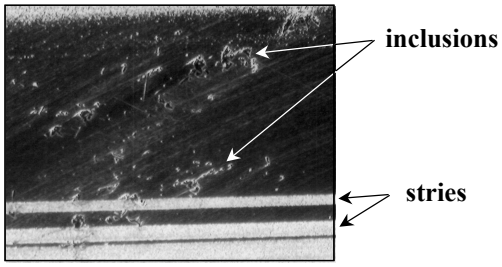


figure 3-5 : inclusions, sources de stries

Des observations en microscopie optique ont permis d'identifier deux formes distinctes de ces inclusions comme nous pouvons le voir sur la figure 3-6 : les premières ont une forme très tourmentée et des dimensions de l'ordre de la centaine de microns, elles apparaissent en gris clair sur les photos, nous les nommerons « type 1 ». Les secondes, de formes plus géométriques, compactes ou aciculaires et de tailles de l'ordre de la dizaine de microns apparaissent en gris foncé sur la figure 3-6 (nommées « type 2 »).

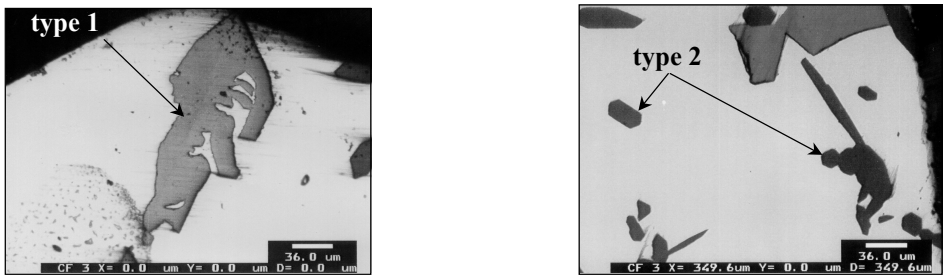
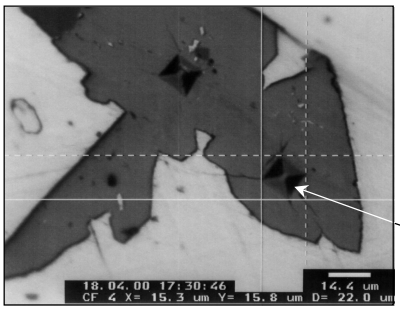


figure 3-6 : deux types d'inclusions

Compte tenu de la faible taille de ces impuretés, certaines techniques d'analyses n'ont pu être mises en œuvre, comme l'analyse XPS. Les premières mesures réalisées ont été des mesures de micro-dureté Vickers, directement sur les inclusions. Ces mesures ont été réalisées avec une charge de 500 gf sur un indenteur pyramidal. Un exemple de ces empreintes sur une inclusion de type 1 est donné sur la figure 3-7, accompagné des résultats des mesures.



	Silicium	Type 1	Type 2
Dureté (H_v)	1050 ± 50	3400 ± 200	1600 ± 100

figure 3-7 : exemples d'empreintes Vickers et résultats de mesures

Des mesures identiques ont été réalisées sur le silicium en dehors des zones comportant des inclusions à titre de comparaison. On remarque la très grande dureté des inclusions de type 1. Une des hypothèses formulées sur la nature de ces inclusions était la

formation de **carbure de silicium** au moment de la croissance du matériau. Or, la dureté Vickers connue du carbure de silicium est de l'ordre de 2500 H_V.

Nous avons donc eu recours à la spectroscopie **EDX** (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) qui, couplée au microscope électronique à balayage (MEB), permet de détecter les éléments en les localisant. Nous avons détecté la présence de **carbone** et de **silicium** dans les inclusions de type 1 et d'**azote** et de **silicium** dans les inclusions de type 2. L'hypothèse du **carbure de silicium** pour le type 1 et du **nitrure de silicium** pour le type 2 a alors été avancée.

Nous disposons également d'un outil grâce au MEB qui est la détection des électrons rétrodiffusés. La zone étudiée est celle de la figure 3-7 légèrement étendue. Elle contient une inclusion de type 1 massive et une petite de type 2. L'image de la figure 3-8 représente cette zone avec ce type de détection. Avec une détection d'électrons rétrodiffusés, les zones qui apparaissent plus sombres représentent des zones de masse atomique moyenne plus faible. Le fond gris clair étant du silicium, on retrouve en sombre nos inclusions qui ont donc une masse atomique moyenne plus faible que le silicium, comme par exemple le carbure ou le nitrure de silicium. Toutefois, les mesures de microdureté concordent mal et le carbone et l'azote sont des éléments trop légers pour être détectés avec précision par EDX. De plus, des éléments encore plus légers comme le **bore** ne peuvent pas être détectés par cette technique. Or, on sait que le silicium est dopé au bore pour accentuer ses propriétés de semi-conducteur et que le carbure de bore a couramment une dureté de l'ordre de celle mesurée pour les inclusions de type 1.

figure 3-8 : image MEB, électrons rétrodiffusés

Nous avons donc réalisé des analyses **SIMS** (Secondary Ions Mass Spectroscopy). Cette technique permet de détecter tous les éléments, même les plus légers comme le bore, et permet également d'éroder ioniquement la surface pour se débarrasser totalement des pollutions de surfaces, notamment organiques. Les résultats donnés par cette technique ne sont que qualitatifs, mais significatifs et sont résumés ci-dessous, les résultats plus complets sont donnés en annexe 3 :

- Les inclusions de type 1 contiennent du carbone et du silicium
- Les inclusions de type 2 contiennent de l'azote et du silicium
- Le bore n'est présent qu'à l'état de traces
- Les deux types d'inclusions contiennent moins d'oxygène que le reste du matériau.

La figure 3-9a présente par exemple la répartition des ions CN^-, indiquant la présence d'azote et la figure 3-9b montre que le bore n'est présent qu'à l'état de traces.

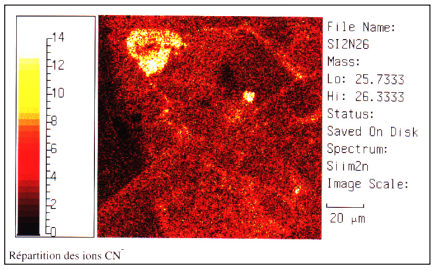


figure 3-9a : répartition des ions CN^-

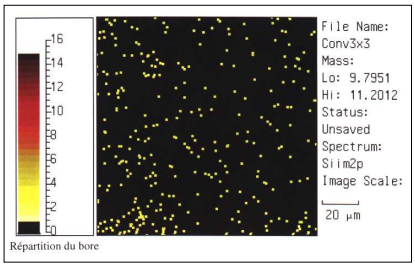


figure 3-9b : répartition du bore

L'hypothèse de carbure de bore est donc éliminée, et celles de carbure et de nitrure de silicium tendent à se confirmer. La surface de cet échantillon étant après cette analyse parfaitement propre (puisque érodée ioniquement), nous l'avons à nouveau observée au MEB et analysée en EDX. La figure 3-10 montre la localisation des zones analysées en EDX, et le tableau 3-1, les résultats correspondants en pourcentage massique.

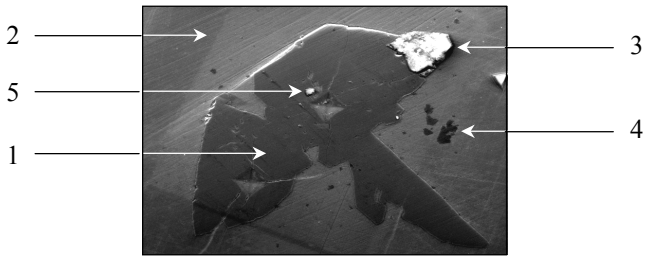


figure 3-10 : localisation des mesures EDX

	C	N	O	Si	Ca
Zone 1	**44,6**	**0**	**0**	**55,4**	**0**
Zone 2	**0**	**0**	**0**	**100**	**0**
Zone 3	**0**	**54,4**	**0**	**45,6**	**0**
Zone 4	**0**	**0**	**1,3**	**98,7**	**0**
Zone 5	**0**	**0**	**57,3**	**35,1**	**7,6**

tableau 3-1 : résultats de mesures EDX

Ces résultats montrent à l'évidence que l'on a affaire à une grosse inclusion de **carbure de silicium** et une petite de **nitrure de silicium** dans un environnement de silicium pur (quelques traces de silice). En ce qui concerne la dureté de ces inclusions, les travaux de Niihara ont montré que la dureté du carbure de silicium varie en fonction de l'orientation relative des plans cristallins et de l'indenteur de 2100 à 3250 H_v [NIIHARA-1991]. Pour le nitrure de silicium, la dureté varie également en fonction de l'orientation, de 1445 à 2050 H_v. La dispersion de ces duretés est liée aux différentes structures cristallographiques que peuvent avoir ces composés. Nos valeurs, qui se situent à peu près dans ces fourchettes, confirment donc les résultats de l'analyse chimique.

Il apparaît donc clairement que nous avons affaire uniquement à deux types d'inclusions. Ces inclusions sont situées dans les mêmes zones et responsables de la formation de stries lors de la découpe. Les premières de taille de l'ordre de la centaine de microns sont du carbure de silicium, de dureté environ 3400 H_v. Les secondes, plus petites, sont du nitrure de silicium, de dureté environ 1600 H_v. On imagine aisément que le carbure de silicium de dureté 2500 H_v utilisé comme abrasif pour la découpe puisse couper les inclusions de dureté inférieure, mais difficilement celles de dureté supérieure. Les stries sont donc le résultat de **déviations du fil** n'arrivant pas à couper ces impuretés et sciant des zones plus tendres comme le montre la figure 3-4. L'origine de ces impuretés, qui est à chercher dans le procédé de croissance du matériau ne concerne donc pas directement le cadre de cette étude.

3.1.3. Les principaux défauts de sciage

Nous avons vu un premier type de défaut : des stries localisées, dues à des points durs (inclusions) et causant une déviation du fil. Ce défaut vient du matériau et ne peut pas être résolu par une seule évolution du sciage à fil. En revanche, un certain nombre de défauts découlent directement de dysfonctionnements du sciage. Il est souvent difficile de remonter à la source de ces défauts puisqu'ils sont découverts une fois les plaques découpées, nettoyées

et séparées, à l'étape du contrôle. En effet, les machines de sciage sont totalement fermées lors de la découpe et il est difficile d'observer les plaques à leur sortie car elles sont recouvertes d'huile. Ces défauts sont classés par la suite en **trois catégories** en fonction de leur origine connue ou supposée.

3.1.3.a Les stries profondes

Un exemple de ce type de défaut est donné sur la figure 3-11, elle représente une mesure de rugosité effectuée à l'aide d'un rugosimètre mécanique sur une plaque présentant ce type de défaut dans le sens de la découpe. Cette mesure, effectuée sur 4 mm, est représentative de la surface totale de la plaque.

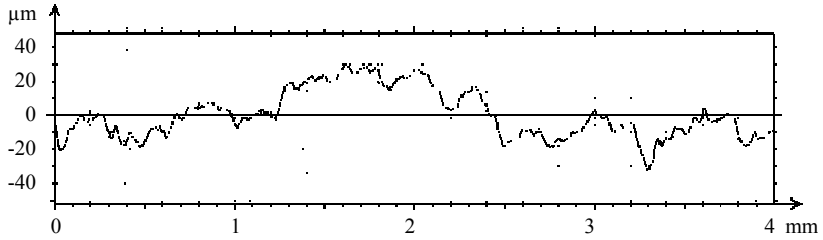


figure 3-11 : rugosité d'une plaque striée

Contrairement aux stries régulières décrites au § 2.1.3, présentant de faibles amplitudes et périodes, ces défauts peuvent avoir une amplitude de l'ordre de 50 µm, soit une échelle comparable à celle de l'épaisseur de la plaque. Ils ont pour conséquence une fragilisation importante de la plaque, une impossibilité de les saisir par les dispositifs d'aspiration utilisés dans les procédés suivants et donc une mise au rebut.

Ces stries ne sont jamais isolées, elles sont présentes sur toutes les plaques d'une même découpe, et sont **généralement dues au *slurry***. Ce peut être un défaut d'alimentation, buse bouchée ou défaut de pompe par exemple, ou un défaut de concentration d'abrasif dans l'huile causé par une mauvaise agitation du mélange. Ce défaut n'est donc pas dû à une mauvaise conception des scies, mais plutôt à un dysfonctionnement d'une partie de celles-ci.

3.1.3.b Les ondulations et les variations d'épaisseur

Ce sont des défauts qui ne sont pas toujours localisés, ils peuvent être présents sur une suite de plaques, mais non nécessairement sur la totalité de l'assemblage. Un exemple d'ondulations est représenté sur la figure 3-12 montrant un profil mesuré au rugosimètre mécanique sur 80 mm d'une plaque, soit presque la totalité, dans le sens de la découpe (donc perpendiculaire au fil).

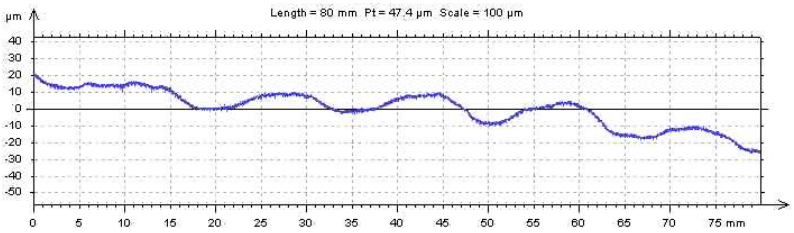


figure 3-12 : ondulations

L'amplitude de ces ondulations est variable et peut atteindre des valeurs critiques. Leur longueur d'onde est ici de l'ordre de 20 mm. Des variations d'épaisseur sont également

observées sur les plaques (appelées **TTV** pour Total Thickness Variation). Elles doivent rester inférieures à 70 µm pour être acceptées. L'origine ce ces deux défauts peut être dans des irrégularités de tension du fil. En effet, le fil peut se détendre sur un certain nombre de spires et sa trajectoire dans le silicium devient alors moins contrainte et donc moins rectiligne. Ces aspects d'évolution de la tension du fil seront traités par la suite.

Les mesures de microdureté Vickers présentées plus haut vont nous permettre d'étudier ces variations de tension. Nous avons donc réalisé des mesures sur un morceau de brique provenant d'un assemblage partiellement découpé, dans la zone ayant provoqué la rupture accidentelle du fil. La figure 3-13 présente cette partie constituée de quatre zones.

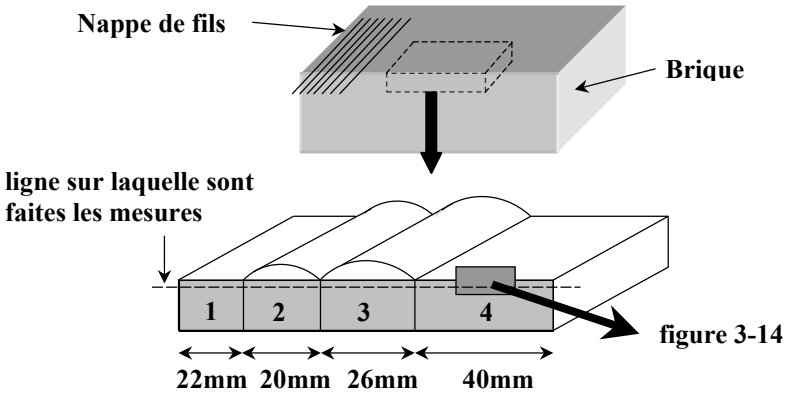


figure 3-13 : disposition des quatre zones de mesure

- ***Description de chacune des zones :***

1 : non perturbée,
2 : retard de la nappe de fil, flèche de 3,5 mm,
3 : retard de la nappe plus marqué, flèche de 4 mm,
4 : fortes perturbations (non représentées sur la figure) vraisemblablement responsables de la casse du fil, présence probable d'inclusions, sauts de gorges du fil, comme le montre la figure 3-14.

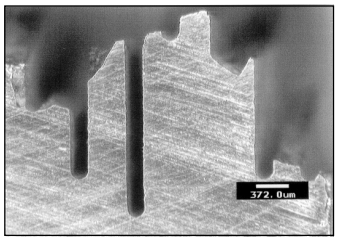


figure 3-14 : zone 4
très fortes perturbations

Les faces 1, 2, 3 et 4 ont été polies au papier de grade 4000 (légères rayures sur la figure 3-14) et les mesures ont été réalisées avec une force de 300 gf pendant 10 s suivant la ligne pointillée représentée sur la figure 3-13.

- ***résultats :***

Ces valeurs sont des moyennes d'environ 10 mesures, nécessaires à une précision acceptable compte tenu de la dispersion des valeurs liées à la fragilité du matériau.

Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4
$1030^{\pm 145}$ Hv	**$1037^{\pm 138}$ Hv**	**$1036^{\pm 87}$ Hv**	**$1059^{\pm 153}$ Hv**

Nous observons des **duretés égales**, compte tenu des incertitudes de mesures liées à la technique. Ce résultat est surprenant puisque l'on s'attendait à attribuer à des duretés plus grandes le retard de la nappe.

- ***interprétation :***

Si le matériau présente les mêmes caractéristiques dans les trois premières zones, le retard de la nappe de plusieurs millimètres est vraisemblablement dû à une tension du fil plus faible sur un certain nombre de spires. Le modèle mécanique qui sera exposé au chapitre 4

nous montre en effet qu'un écart de 10 N sur la tension du fil provoque une variation de hauteur de la nappe de plus de 5 mm.

La figure 3-14, représentative de la zone 4, est, elle, perturbée par un autre phénomène connu et déjà observé : la présence d'inclusions de carbure de silicium que le fil n'arrive pas à couper (§3.1.2.). Il dévie donc de sa trajectoire, créant des plaques très épaisses et des traits de scie comportant plusieurs fils. Ces inclusions sont dans le volume et ne peuvent donc pas être mises en évidence par cette technique de micro-dureté. Une réflexion et une collecte d'informations sont engagées à propos de méthodes de contrôles non destructifs de type ultrasons qui pourraient permettre de détecter des inclusions dans le volume.

3.1.3.c Les marches

Contrairement aux stries, ces défauts sont localisés sur certaines plaques d'une brique. Il s'agit d'une brusque variation d'épaisseur de deux plaques en vis-à-vis, nous le décrirons plus en détail au paragraphe 3.5.3. Il est toutefois rarement présent aux épaisseurs actuelles mais est accentué lors de la diminution des épaisseurs. Il peut y être remédié dans les conditions actuelles en augmentant légèrement la tension du fil, qui aura alors plus de difficultés à sortir de sa gorge du guide-fil.

3.1.4. Les défauts créés au cours des étapes ultérieures

Nous avons vu que le sciage à fil peut révéler des défauts créés à l'étape précédente qui est la croissance du matériau, il peut également en provoquer aux étapes suivantes de nettoyage. En effet, les briques découpées sorties des scies sont manipulées pour être dégraissées, puis séparées. Ceci se fait par immersions successives dans des bacs contenant divers produits chimiques. Chaque manipulation de ces plaques collées les unes aux autres provoque des casses, chaque choc, même léger, de ce matériau fragile crée des écailles sur la tranche des plaques, appelées points blancs, qui les enverront au rebut. Une fois les plaques décollées de leur support, elles sont en vrac dans des casiers d'où elles doivent être retirées et séparées pour être mises dans des casiers, verticalement, une à une. A cette étape de séparation manuelle, un nombre significatif de plaques est encore perdu. Photowatt a le projet de réaliser une machine de séparation des plaques, ceci ne concerne pas directement notre étude. En revanche, les problèmes de séparation des plaques sont intimement liés à leur **état de surface**, leur **planéité** et leur **résistance mécanique** et ces paramètres sont directement connectés au procédé de sciage à fil.

3.2. Le fil : résistance, usure et limites

Le fil utilisé dans ce procédé est un fil d'**acier haut carbone tréfilé** de 160 µm de diamètre. Ce fil est habituellement utilisé pour constituer la structure des pneumatiques. Cette technique de mise en forme, présentée sur la figure 3-15 permet d'obtenir des fils très fins avec une grande dureté obtenue par écrouissage. La

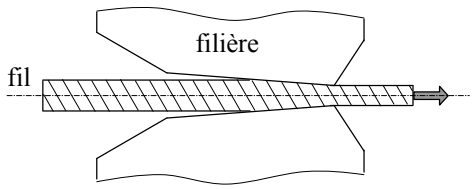


figure 3-15 : tréfilage de fils

réduction de section est obtenue en tirant la matière à travers une **filière d'étirage**. Les grains de la micro-structure sont ainsi étirés au cours de la réduction de section comme nous pouvons le voir sur la figure 3-16. Cette figure montre en effet une coupe longitudinale d'un fil neuf poli, attaqué au Nital pour révéler les grains et observé au microscope optique. L'observation dans les mêmes conditions d'un échantillon de fil usé n'a pas permis de mettre en évidence une éventuelle modification des grains. Nous avons également réalisé des mesures de microdureté Vickers sur des sections de ce fil neuf et usé enrobé dans la résine, nous avons obtenu une moyenne de 700 H_v pour le fil neuf et 625 H_v pour le fil usé, soit une baisse de dureté de 10 % (moyennes d'environ 30 mesures). La figure 3-17 montre ces empreintes de microdureté.

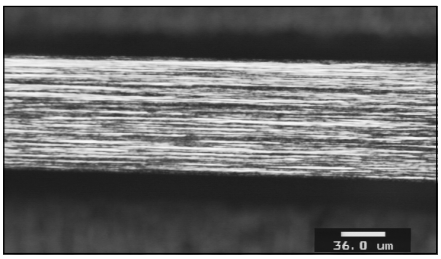


figure 3-16 : coupe longitudinale d'un fil neuf

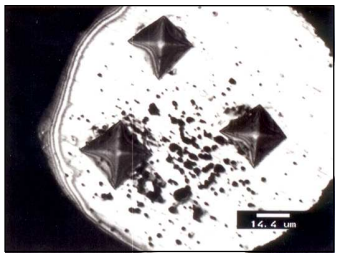


figure 3-17 : empreintes de micro-dureté

Notons que pour régler l'adhérence entre le fil et le caoutchouc des pneumatiques, le fil est préalablement revêtu de laiton avant tréfilage, ce qui lui donne cette couleur jaune [CERETTI-1986].

Le diamètre de ce fil est un paramètre très important, puisqu'il va conditionner directement l'épaisseur du **trait de scie** et donc la quantité de silicium aujourd'hui perdue (plus de 3000 traits de scie dans une découpe). La tendance depuis plusieurs années est de réduire ce diamètre. L'une des limites à l'évolution du procédé est le **risque de rupture** de ce fil en fonctionnement. Nous nous sommes donc attachés à quantifier sa résistance et son évolution au travers de son usure.

3.2.1. Mesures de résistance par des essais de traction

Nous avons effectué des mesures de diamètre et de résistance en traction de plusieurs échantillons de fil de découpe : du fil Sodetal neuf, du fil Trefil-Arbed neuf et du fil Trefil Arbed usé. (Sodetal fournissait alors encore Photowatt, Trefil-Arbed est maintenant le seul fournisseur puisqu'il peut, entre autres choses, fournir le fil en bobines de **640 km**). Ces deux mesures sont nécessaires pour obtenir la **contrainte de rupture**.

Le fil usé a été prélevé sur la scie HCT 15 après la découpe de quatre assemblages de 101,5 x 101,5 mm. La figure 3-18 présente la surface du fil usé par le sciage à fil (image Meb), qui rappelle l'état de surface des plaques de silicium.

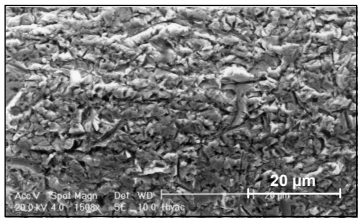


figure 3-18 : surface du fil de découpe usé

Ces essais ont été réalisés sur des brins de 30 cm de longueur dégraissés au white spirit (longueur utile ≈ 12 cm, environ 20 mesures pour les fils neufs et 35 pour le fil usé, vitesse de

traction de 50 mm/min). Les extrêmités du fil ont été enroulées sur le filetage d'une vis serrée dans les mors pour éviter les concentrations de contraintes sur le fil au niveau de ces mors et sa rupture prématurée. Le fil n'est donc pas serré, mais retenu par le frottement contre le filetage. Nous avons observé que la rupture a bien lieu dans la zone libre.

Les mesures de diamètre ont été réalisées au palmer numérique (précision annoncée : 1 µm) dans la zone utile. Le tableau 3-2 présente les résultats de ces mesures avec leurs écarts types et les chiffres donnés par les fabricants.

	Force à la rupture (N)	**Diamètre (µm)**	**Contrainte de rupture (MPa)**	**déformation (%)**
Chiffres Sodetal	**72**	**160**	**3480**	**2,5**
Fil Sodetal neuf	**64,9 ± 4,3**	**159 ± 1,3**	**3273 ± 220**	**3,8 ± 0,7**
Chiffres Trefil Arbed	**69 ± 6**	**160 ± 5**	**3450 ± 150**	**2,3**
Trefil Arbed neuf	**58,8 ± 1,5**	**160 ± 0,7**	**2922 ± 70**	**3,4 ± 0,3**
Trefil Arbed usé	**41,3 ± 3,4**	**146,5 ± 4,2**	**2451 ± 173**	**2,5 ± 0,5**

tableau 3-2 : mesures effectuées sur des échantillons de fil de découpe

Nous observons une grande dispersion des diamètres du fil usé entre 140 et 150 µm d'un centimètre à l'autre ainsi qu'une forte ovalité apparente par endroits, difficile à mesurer. Les chiffres donnés par les constructeurs sont majorés d'environ **10 %** pour la force de rupture. La chute de la résistance à la rupture de **59** à **41 N** n'est pas seulement due à la diminution de diamètre du fil, puisqu'à contrainte de rupture égale, elle serait de **48 N**. La micro-structure de l'acier a vraisemblablement évolué puisque la contrainte de rupture a chuté d'environ 500 MPa au cours de l'usure. La diminution de la dureté évoquée au paragraphe précédent confirme cette évolution qui n'est pourtant pas visible en microscopie optique. Notons qu'il est très difficile d'obtenir une valeur fiable de dureté de la surface du fil. Cette surface pourrait être plus durcie que le cœur par écrouissage, son usure entraînerait alors un adoucissemenr normal du fil.

3.2.2. Calcul de l'usure du fil

Nous avons vu au chapitre 1 que l'usure dans notre procédé peut être décrite par la **loi d'Archard**. Nous constatons par ailleurs une forte diminution du diamètre du fil (de 160 µm à 146,5 µm en moyenne). Calculons sa constante de vitesse d'usure au sens d'Archard (équation 1-1) [ARCHARD-1967] et calculons pour cela la **longueur de glissement** : avec un cycle de *back & forth* (B&F) de 300 m en avant et 85 m en arrière, un point du fil se déplace de 385 m pour avancer de 215 m. La longueur de la nappe est : $800 \text{ traits de scie} \times (4 \times 0{,}520 + \pi \times 0{,}2) = 2166\ m$. $2166 / 215 = 10$ *cycles de B&F*, donc $10 \times 385 =$ ***3850 m*** parcourus par un point du fil dans la nappe. Chaque tour de fil dans la nappe autour des guide-fil mesure 2,7 m et contient $4 \times 0{,}101\ 5m = 0{,}406\ m$ de silicium, soit 15 % de la distance passée dans le silicium.

Un point du fil « voit » donc $3850 \times 0{,}15 = 577\ m$ de silicium avant de sortir de la nappe et d'être jeté. Il a donc perdu $e = 7\ \mu m$ de rayon sur une longueur de glissement de $577\ m$. Calculons sa vitesse d'usure K_a. Considérons l'usure d'un centimètre de fil. Le volume usé est de $(\pi.d.e) \times 1\ cm$, soit $(\pi \times 0{,}146 \times 7.10^{-3}) \times 10 = 3{,}21.10^{-2}\ mm^3$. La pression de contact est de 0,05 MPa sur ce cm de fil qui a une surface de contact de $1{,}6.10^{-6}$ m² :

$$K_{acier} = \frac{3{,}21.10^{-11}}{\left(5.10^{4} \times 1{,}6.10^{-6}\right) \times 577} = 6{,}9.10^{-13}\ Pa^{-1}$$ **équation 3-1**

Cette valeur nous permet de prédire l'usure du fil à l'occasion de variations des paramètres de découpe (vitesse de la table ou du fil).

La valeur de la force de rupture de **41 N** du fil usé, à rapprocher de la tension de **25 N** en fonctionnement, nous montre que la marge qui est de **34 N** avec du fil neuf passe à **16 N** avec le fil usé. On comprend donc aisément l'importance de l'évolution de la tension dans la nappe au cours des phases d'inversion du sens de défilement du fil notamment, ainsi que l'influence d'à-coups éventuels sur cette tension pour prévenir les ruptures.

Il nous paraît donc difficile d'envisager, dans l'état actuel des conditions de découpe, de réduire le diamètre du fil, compte tenu de la **forte diminution de ce diamètre** au cours de la découpe accompagnée d'une **diminution de sa résistance mécanique**.

3.3. Etude de l'abrasif

3.3.1. Généralités

- *Slurry* : mélange de **32 kg** d'huile de coupe (minérale) et de **50 kg** de carbure de silicium ESK de grade F500 (taille moyenne des particules : 12µm), (densité du mélange : 1,57).

En pratique, le mélange est réalisé dans des bacs dédiés à chaque scie, dont la capacité varie jusqu'à 100 kg. Le circuit est ensuite fermé pendant la découpe. Le *slurry* est agité en permanence dans les bacs pour éviter la décantation, entraîné dans le circuit par deux pompes et régulé en température (de l'ordre de 30°C). Sur les scies de dernière génération, un bain de *slurry* (contenant 100 kg) peut découper jusqu'à 26 assemblages de 101,5 x 101,5 (environ 6 découpes). La densité du *slurry* augmente au fur et à mesure de la découpe puisqu'il se charge en silicium (densité : 2,33). Le bain est **régénéré** à chaque découpe : on enlève une certaine quantité de *slurry* « sale » (chargé en silicium) et on la remplace par une quantité équivalente de mélange à 50%-50% (densité : 1,38) jusqu'à réajuster la densité à 1,57. Cette quantité est de l'ordre de 30 litres.

Connaissant les proportions de chacun des deux constituants et en supposant que les particules sont sphériques et régulièrement réparties dans l'espace, nous pouvons estimer grâce à un calcul détaillé en annexe 4 que la distance entre les particules est de l'ordre de **2,5 µm**. Le mélange est donc très compact et nous pouvons considérer compte tenu des formes très variées des particules qu'un grand nombre de ces particules sont en contact. La transmission de la force du fil au silicium se fait donc vraisemblablement principalement par contacts. La compacité du mélange et ce mode de transmission de force peuvent également expliquer le fort frottement mesuré dans le procédé (0,38).

3.3.2. Caractéristiques de l'abrasif neuf

Le carbure de silicium est obtenu à partir de la silice (réaction entre du sable (SiO_2) et du coke à 2000°C), broyage, tamisage et sédimentation. Il est de couleur grise, de densité 3,21, de dureté 2500 H_v. Il ne fond pas, mais se dissocie à partir de 2300°C. Le grade F500 utilisé correspond à une part dominante des grains (> 50%) de taille comprise entre 11,8 et 13,8 µm.

3.3.2.a Répartition granulométrique

L'abrasif fourni à Photowatt par ESK est un mélange de grains plutôt **compacts** et de grains plutôt allongés, voire **aciculaires**. Une étude réalisée à Photowatt a fourni la répartition de la taille des grains [VANDELLE-1998]. La dimension maximale de 273 grains a été mesurée. Ces mesures qui donnent une moyenne de 13,14 $^{\pm 4,95}$ µm ont été regroupées sur la figure 3-19. Elles donnent une taille mini de 4 µm et une taille maxi de 38 µm.

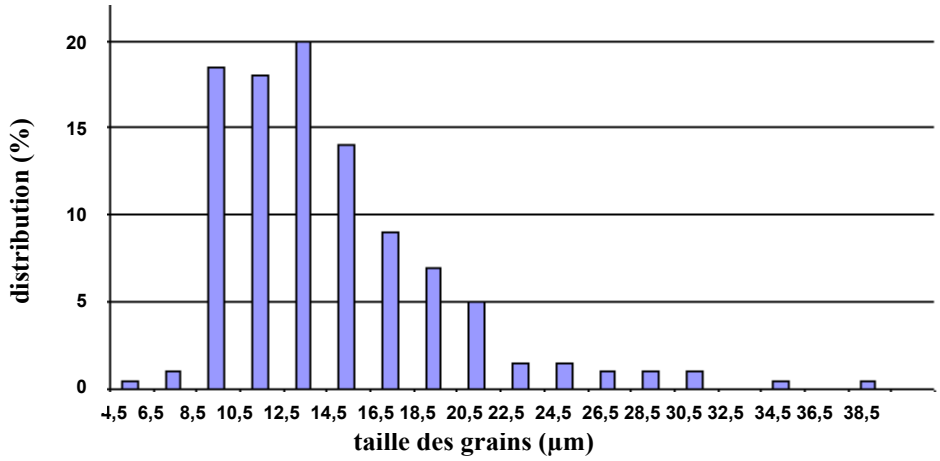


figure 3-19 : histogramme de répartition granulométrique – abrasif ESK F500 [VANDELLE-1998]

Cet histogramme nous montre que bien que la part dominante des grains se situe entre **11,8 et 13,8 µm**, 19% des grains ont une taille supérieure à 18,5 µm, et 28 % des grains ont une taille supérieure à 16,5 µm.

3.3.2.b Différentes formes des grains

La figure 3-20 montre une vue d'ensemble grossie 1200x de la population de ces grains.

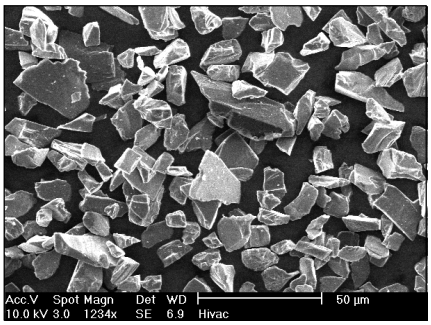


figure 3-20 : image MEB des grains d'abrasifs ESK-F500

On distingue sur cette figure les différents types de grains : les compacts, de 13µm environ ou plus gros, et les allongés ou aciculaires généralement assez longs. On observe que les grains compacts ont des angles souvent proches de 90°. La figure 3-21 nous montre ces deux types de grains comme nous les trouvons dans l'abrasif ESK-F500.

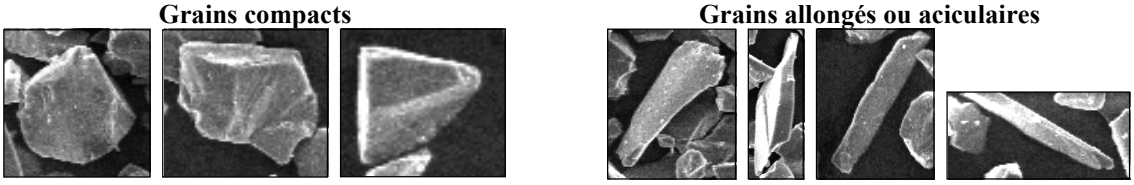


figure 3-21 : image MEB des grains compacts et des grains allongés

Les échelles des différentes images MEB de la figure 3-21 sont volontairement différentes pour bien observer leur forme. Les grains compacts se situent pour la majeure partie dans l'ordre de grandeur de la taille moyenne, alors que les aciculaires ont généralement une longueur supérieure à **15 µm**.

3.3.3. Evolution de l'abrasif à l'usage

Nous avons prélevé du *slurry* usagé, c'est à dire ayant découpé un certain nombre d'assemblages et ayant été régénérés à chaque découpe. Ce *slurry* a tout d'abord été lavé au *white spirit* et filtré pour enlever l'huile, puis les copeaux de silicium ont été dissous dans une solution de soude à 2 %. Le carbure de silicium ainsi récupéré a pu être observé au MEB pour être comparé au neuf comme le montre la figure 3-22.

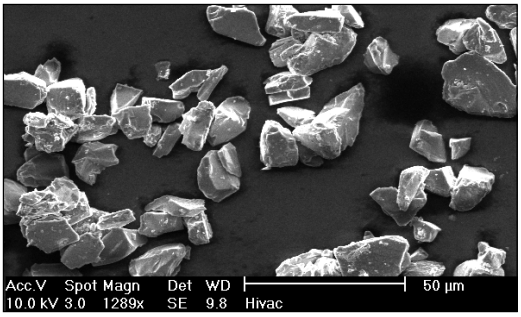


figure 3-22 : image MEB des grains d'abrasifs usés, lavés et débarrassés des copeaux de silicium

Les premières observations (figure 3-23) montrent que les grains les plus aciculaires ont disparu, seuls restent les compacts sur cette image, représentative de toutes les images et observations faites sur cet abrasif usé. On remarque également sur la figure 3-24 que les gros grains (taille égale ou supérieure à 20 µm) existent toujours dans l'abrasif usé. Ils ne semblent pas avoir subi de fragmentation.

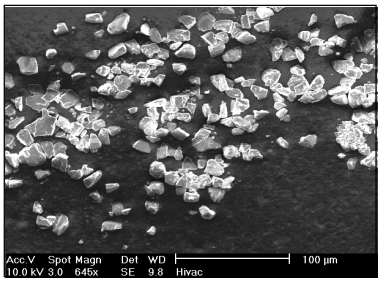


figure 3-23 : image MEB des grains d'abrasifs usés, les grains aciculaires ont disparu

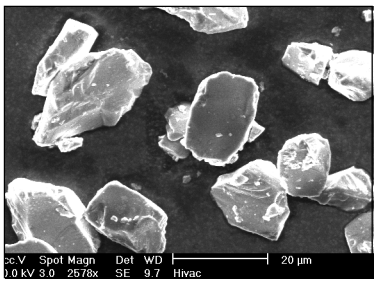
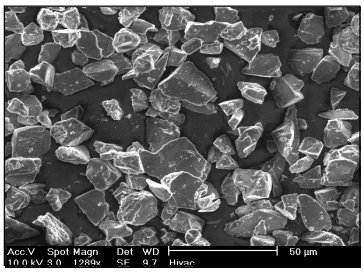


figure 3-24 : image MEB des grains d'abrasifs usés, les gros grains compacts subsistent

La figure 3-25 et toutes les autres observations en général montrent que les grains « usés » sont en fait toujours coupants, leurs arêtes restent aigües et ne sont pas arrondies.



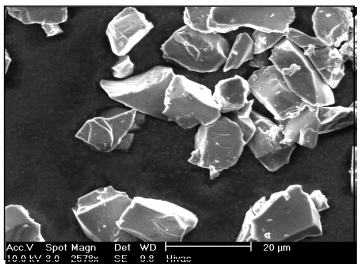


figure 3-25 : image MEB des grains d'abrasifs usés, les arêtes des grains restent tranchantes

Nous pouvons conclure de ces observations que les grains aciculaires les plus grands présents dans l'abrasif neuf se fragmentent en grains plus compacts, mais toujours coupants, les gros grains compacts restent inchangés. On retrouve également la population de petits grains compacts et coupants inchangés. Les grains ne « s'usent » donc pas, dans le sens où leurs arêtes ne s'émoussent pas, la seule altération apparente de l'abrasif est que les grains les plus allongés se fragmentent, donnant ainsi des particules plus petites et plus compactes, mais toujours coupantes.

Si les grains d'abrasif ne s'émoussent pas, puisque la seule modification apparente est la fragmentation des grains aciculaires les plus longs, il est intéressant d'évaluer leur éventuelle **perte d'efficacité**.

3.3.4. Etude par tribométrie de l'efficacité de l'abrasif

Cette efficacité a été quantifiée grâce à l'essai de frottement que nous avons mis en place et qui fera l'objet du quatrième chapitre. Nous avons utilisé le même jeu de pions de silicium sur le tribomètre rotatif en faisant varier les mélanges abrasifs, les résultats sont détaillés au chapitre suivant. Le *slurry* usé semble ne pas avoir perdu de son efficacité, ce qui confirme les observations faites plus haut. Les grains aciculaires ne joueraient ainsi qu'un rôle mineur puisque leur absence n'affecterait pas l'efficacité du mélange abrasif. Cette efficacité serait donc due aux grains compacts présentés sur les figures 3-23 et 3-24, et au fait que même après utilisation, ces grains restent coupants.

3.3.5. Influence de l'évolution de l'abrasif sur l'usure du fil

Le principe même d'imposer la vitesse de descente de la table à travers la nappe de fil à une valeur fixe ne laisse aucune liberté au système pour s'adapter : si le matériau est plus dur à découper, si l'abrasif perd de son efficacité, la découpe s'effectuera à la même vitesse. En revanche, ces difficultés se reporteront sur le fil : le modèle mécanique que nous avons mis en place et qui sera présenté au chapitre suivant nous montre que si par exemple le matériau était deux fois plus dur à découper, la pression de contact serait doublée pour découper à la même vitesse. La nappe serait ainsi plus courbée, plus tendue, et le fil s'userait deux fois plus (l'énergie dissipée serait également doublée, mais le système étant régulé en température, nous ne pouvons la mesurer).

Une perte d'efficacité de l'abrasif aurait le même effet. Le seul élément dont nous disposons pour évaluer la sévérité de la découpe est le fil sortant de la nappe. Nous avons donc fait des prélèvements de fil en cours de découpe pour faire des mesures de diamètre et de résistance à la rupture, et relier ces informations à l'âge du bain de *slurry* (neuf, 2è utilisation, etc). Ceci nous permettra de quantifier la sévérité de la découpe et son évolution éventuelle.

Trois échantillons de fil ont été prélevés pour des mesures de diamètre au cours de la découpe, provenant de trois scies différentes, les informations et paramètres sont indiqués dans le tableau 3-3 :

Scie	Bain de *slurry*	Vitesse table (µm/min)	Vitesse fil (m/s)	Distance aller (m)	Distance retour (m)	Largeur assemblage (mm)	Longueur de silicium découpée (m)	Diamètre fil (µm)
14	**neuf**	350	9	350	50	125	530	**147**
13	**3è utilisation**	360	9	360	40	125	499	**148**
15	**6è utilisation**	360	9	300	75	101.5	541	**151**

tableau 3-3 : diamètre de fil usé par différents bains de *slurry*

La longueur de silicium découpée a été calculée en supposant les dimensions de la nappe identiques sur toutes les scies, or les nappes des scies 13 et 14 sont légèrement plus petites que celle de la 15. Toutefois, ces premiers résultats confirment que l'abrasif ne perd pas son efficacité dans le temps, puisque le fil s'est usé sensiblement de la même manière dans les trois cas pour des longueurs de silicium découpées égales à ± 4 % près.

Pour conclure, la compacité du mélange abrasif peut certainement expliquer la **transmission de la force** du fil au silicium par l'intermédiaire des grains ainsi que le fort frottement par **contacts directs** entre les différents constituants. Les grains de carbure de silicium peuvent ainsi indenter et rayer la surface de silicium avec une force normale suffisante pour former des copeaux.

L'abrasif ESK-F500 fourni à Photowatt est un mélange de grains compacts et aciculaires. La majeure partie des grains compacts a une taille d'environ 13 µm. La plupart des grains aciculaires a une taille supérieure, 19 % des grains ont en effet une longueur supérieure à 18,5 µm. Les altérations subies par cet abrasif après un certain nombre de découpes sont relativement **limitées** : seuls les grains aciculaires ont disparu, ils se sont en effet fragmentés, donnant des grains plus petits, mais toujours coupants. Les grains compacts, petits ou plus grands sont inchangés, ils ne s'arrondissent pas, restent aiguisés. L'abrasif n'est donc pas une limite du système, **son recyclage est ainsi envisageable**. On peut même s'attendre à une qualité de découpe légèrement meilleure, puisque l'usage permet à la taille des grains de s'uniformiser.

3.4. Le *back & forth* : avantages, inconvénients et limites

Ce régime de défilement alternatif du fil a été introduit il y a quelques années pour différentes raisons que nous allons exposer. Nous l'avons représenté schématiquement au paragraphe 2.3.1. lorsque nous l'avons rapproché du régime thermique du bloc de silicium.

3.4.1. Les motivations de ce régime

La principale raison de la mise en place de ce régime était l'optimisation de l'utilisation du fil. Il est en effet impossible de réutiliser un fil usé, il est systématiquement jeté. De plus, la longueur de silicium découpée varie de découpe en découpe, en fonction de la largeur et du nombre des assemblages. Il paraissait donc intéressant de déterminer une longueur de glissement optimale du fil sur le silicium et d'adapter la longueur de défilement « retour » en fonction des assemblages pour que le fil découpe toujours la même longueur de silicium et subisse ainsi la même usure. De manière générale, soient pour la découpe de quatre blocs :

- l_1 : le déplacement en avant du bloc,
- $l_2 = \alpha . l_1$: le déplacement en arrière du bloc,
- A : la longueur d'un tour de fil,
- n : le nombre de traits de scie,
- L : la longueur d'un trait de scie.

La distance de glissement du fil sur le silicium vaut, suivant le raisonnement suivant :

$$L_g = (l_1 + l_2).\frac{A}{(l_1 - l_2)}.\frac{4.n.L}{A} = 4.n.L.\left(\frac{l_1 + l_2}{l_1 - l_2}\right) = 4.n.L.\left(\frac{1+\alpha}{1-\alpha}\right) \qquad \textbf{équation 3-2}$$

Cette distance ne dépend donc que de la longueur cumulée des traits de scie et du rapport des distances parcourues dans les deux sens. On peut noter que L_g augmente assez vite avec α : ainsi pour $\alpha = 1/3$, $L_g = 8.n.L$, soit le double de la longueur totale des traits de scie.

La deuxième raison de l'adoption de ce régime est que Photowatt avait remarqué que les plaques découpées en continu avaient des irrégularités d'épaisseur. Il était en effet connu que le trait de scie est plus large à l'entrée du fil dans l'assemblage qu'à la sortie, les plaques étaient ainsi plus fines à l'entrée qu'à la sortie (trapézoïdales en coupe). Nous avons depuis montré (§2.1.3.) que cet élargissement est dû au chargement excessif du fil en *slurry*. En outre, la campagne expérimentale de découpe de plaques de 150 µm exposée au paragraphe 2.4. nous a permis de disposer de plaques découpées en continu. Nous avons donc fait des mesures au palmer numérique de l'épaisseur de chacun des deux côtés de ces plaques correspondant à l'entrée du fil et à sa sortie. Nous avons trouvé 7 µm d'écart en moyenne, cette différence entre sans problème dans la variation d'épaisseur totale (TTV) acceptée : 70 µm.

Les mesures de température rapportées au paragraphe 2.3.1. montrent de plus que ce régime permet de mieux évacuer la chaleur produite par la découpe, puisque la température n'atteint apparemment pas un régime permanent.

3.4.2. Les inconvénients du *back & forth*

Le premier inconvénient que nous avançons est la **perte de silicium** par rapport au défilement continu. Pour mettre en évidence cet effet, nous avons pesé des plaques provenant des découpes expérimentales de 150 µm afin de déterminer leur épaisseur moyenne. Nous avons pesé 3 plaques par assemblage découpé, soient 30 mesures et nous avons obtenu une moyenne de 153 ± 12 µm. La figure 3-26 présente la distribution de ces épaisseurs.

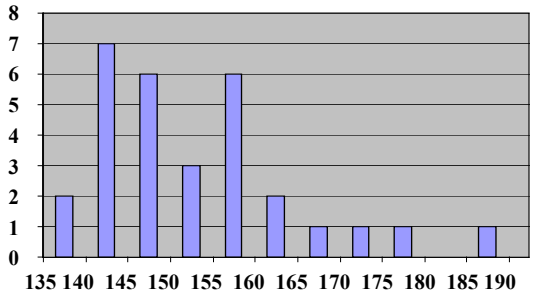


figure 3-26 : distribution des épaisseurs des plaques (µm)

Le fil usé par ces découpes avait un diamètre moyen de 154 µm. Le fil neuf ayant un diamètre de 160 µm, la découpe se fait donc avec un fil de diamètre moyen de 157 µm. Le pas des guides-fil est de 350 µm, soit un trait de scie de largeur moyenne : *350 – 153 = 197 µm*, et une épaisseur de *slurry* moyenne de *(197 – 157)/2 = 20 µm*.

Nous avions calculé une épaisseur de trait de scie moyenne de 208 µm pour les plaques de 300 µm découpées en *back & forth*. Il y a donc **11 µm d'écart** de largeur de trait de scie, soit sur un assemblage de 400 mm, environ 8800 µm, ce qui correspond à 17 plaques de 300 µm, soit environ **70 plaques** pour les quatre assemblages d'une découpe. Le *back & forth* semble donc faire « **perdre** » de la matière.

Le deuxième inconvénient est la présence de **stries régulières** à la surface de toutes les plaques dues à l'élargissement du trait de découpe par l'abondance de *slurry*. Nous avons en effet montré au paragraphe 2.2.5. que la résistance mécanique des plaques est affectée à hauteur de **10 %** par la présence de ces stries par un effet d'entaille.

Le temps de découpe en *back & forth* est de plus augmenté : par rapport à une découpe en continu, il faut ajouter les nombreuses phases d'**inversion de sens de défilement du fil** qui, se faisant à $5 m.s^{-2}$ durent environ 3 secondes. Cette inversion de sens de défilement génère également une surconsommation d'énergie.

Un autre inconvénient est lié à l'alimentation en *slurry*. Le *back & forth* impose en effet une alimentation en *slurry* de part et d'autre de chacun des assemblages, soient 6 buses (schéma §2.1.). Ceci pose un problème pour les buses du bas proches des guides-fil puisqu'elles déversent du *slurry* sur la nappe juste avant qu'elle entre sur le guide-fil, empêchant le fil d'entrer correctement dans les gorges. Le **saut du fil** d'une gorge à l'autre, générant des marches sur les plaques (§2.4.) est alors facilité.

3.4.3. Les limites de cette technique

Nous avons vu que la tendance est à découper des assemblages de plus en plus longs, de plus en plus larges et des plaques de plus en plus fines. La distance « retour » du fil est à chaque fois réduite pour ne pas l'user plus. Un point du fil « voit » L = 577 m de silicium dans les conditions actuelles de découpe. Cette longueur pour un régime continu correspond à :

L = 4 assemblages × largeur de l'assemblage × longueur de l'assemblage / pas du guide-fil
et :
Pas du guide-fil = épaisseur plaque + trait de scie

Nous pouvons donc calculer l'épaisseur minimale de plaques pouvant être découpées en **aller simple** sans user plus le fil pour chaque type d'assemblage :

- Assemblage de 500 mm, plaques de 125 mm, $e = (4 \times 500 \times 125 / 577) - 200 =$ ***233 µm***
- Assemblage de 400 mm, plaques de 125 mm, $e = (4 \times 400 \times 125 / 577) - 200 =$ ***146 µm***
- Assemblage de 500 mm, plaques de 101 mm, $e = (4 \times 500 \times 101 / 577) - 200 =$ ***150 µm***
- Assemblage de 400 mm, plaques de 101 mm, $e = (4 \times 400 \times 101 / 577) - 200 =$ ***80 µm***

Nous voyons donc qu'avec le fil actuel, la distance « retour » sera progressivement réduite pour finalement s'annuler au fur et à mesure que l'on découpera des assemblages plus grands.

C'est pourquoi nous pensons que la suppression du *back & forth* permettrait une **optimisation du procédé**. Il serait en effet intéressant d'adapter le diamètre du fil à la taille des assemblages, c'est à dire, en déterminant un **diamètre minimal de fil usé** et en connaissant sa vitesse d'usure et la longueur de silicium que l'on voudrait découper, d'adapter le diamètre du fil neuf au départ et de découper en continu. Ceci aurait pour premier avantage de réduire l'épaisseur du trait de scie par réduction du diamètre du fil et de l'épaisseur du film de *slurry* et donc d'économiser du silicium. On économiserait également l'**énergie** et le **temps** nécessaires aux inversions de sens de défilement (le temps de découpe serait réduit). Les **stries régulières** serait supprimées, la **résistance mécanique** augmenterait donc en moyenne, ce qui permettrait de **réduire l'épaisseur des plaques**. Le problème des marches serait certainement partiellement résolu par la suppression des deux buses de *slurry* proches des guides-fil. Enfin, l'état de surface des plaques serait sensiblement meilleur.

3.5. Découpe expérimentale de plaques ultra-minces

En mai 2000 a eu lieu chez Photowatt la découpe expérimentale de dix assemblages de 101,5 x 101,5 mm et 400 mm de long en plaques de **150 µm** d'épaisseur, en cinq opérations différentes, avec des conditions de découpe différentes. L'objectif principal de ces essais était d'estimer les problèmes rencontrés lors de la découpe de plaques si minces et, pour Photowatt, de disposer de ces plaques pour fabriquer des cellules et apprécier les difficultés inhérentes à de si faibles épaisseurs.

3.5.1. Conditions de découpe et résultats

Les différentes conditions de découpe sont rassemblées dans le tableau 3-4. Pour toutes les découpes, la température du *slurry* était de 30°C et la découpe s'effectuait en **continu** (pas de *back and forth*).

Découpe n°	Vitesse de table (µm / min)	Vitesse du fil (m / s)	Tension du fil (N)	Débit de *slurry* (kg / min)
1	200	7,5	25	75
2	250	7,5	25	75
3	320	7,5	25	75
4	250	6,0	25	Haut : 75 Bas : 65
5	250	7,5	25	Haut : 75 Bas : 65

tableau 3-4 : conditions de découpe de plaques ultra-minces

Les cinq découpes se sont passées sans incident, et les résultats en termes de nombre de plaques et de rendement sont reportés dans le tableau 3-5. Le nombre de plaques théorique est le rapport de la longueur des assemblages par le pas des guides-fil. Le rendement est simplement le rapport du nombre de plaques obtenues sur le nombre de plaques théorique.

N° test		Nb plaques théorique	Nb plaques obtenues	Rendement [%]	Rendement total
1	Haut	1080	894	**82,7**	
	Bas	1068	711	**66,6**	**74,7**
2	Haut	1131	810	**71,6**	
	Bas	1120	809	**72,2**	**71,9**
3	Haut	1094	870	**79,5**	
	Bas	1077	710	**65,9**	**72,2**
4	Haut	1077	892	**82,8**	
	Bas	1105	916	**82,9**	**82,8**
5	Haut	1114	1010	**90,6**	
	Bas	1100	878	**79,8**	**85,2**

tableau 3-5 : rendement de découpe des plaques ultra-minces

Nous avons ainsi obtenu un nombre total de 8500 plaques (pour 10996 en théorie), et donc un rendement total après séparation des plaques de 77,3 %. La différence correspond aux plaques cassées ou présentant des défauts marqués (cf ci-dessous)

3.5.2. Influence des paramètres sur les états de surface

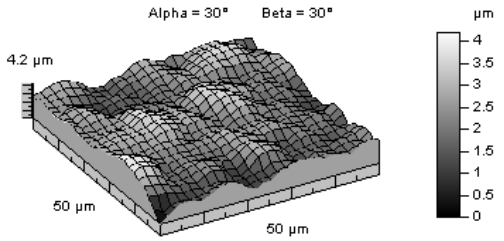
Les paramètres que nous avons fait varier entre les cinq découpes sont essentiellement **la vitesse de la table et la vitesse du fil**. Ces paramètres interviennent directement sur la valeur de la **pression de contact** exercée par le fil sur le silicium. Nous avons pu estimer cette pression pour chaque cas grâce au modèle mécanique que nous avons établi et qui sera détaillé dans le chapitre 4. Ce modèle permet notamment de relier la courbure du fil aux paramètres de découpe et donne une estimation de la pression de contact. Les pressions de contact correspondant aux cinq découpes sont reportées dans le tableau 3-6.

Découpe n°	V table (µm / min)	V fil (m / s)	P_c (MPa)
1	200	7,5	0,035
2	250	7,5	0,044
3	320	7,5	0,056
4	250	6,0	0,055
5	250	7,5	0,044

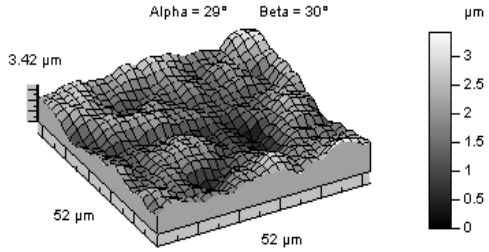
tableau 3-6 : Pression de contact fil/silicium générées par les différents paramètres

Les différentes valeurs de vitesses de table et de fil donnent finalement trois valeurs de pression de contact, de l'ordre de **0,035 MPa**, **0,045 MPa** et **0,055 MPa**. Nous disposons

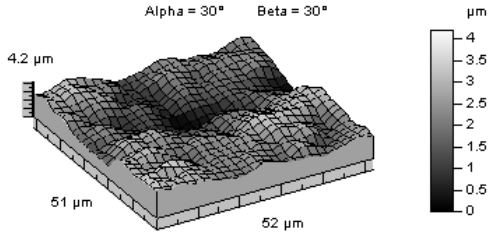
donc d'échantillons découpés avec ces **trois pressions de contact différentes**, correspondant en fait à trois forces normales différentes appliquées sur les grains d'abrasif lorsqu'ils indentent le silicium. Nous avons réalisé des mesures de **rugosité** sur trois plaques provenant de ces trois découpes différentes afin d'observer l'influence éventuelle de la pression de contact. La figure 3-27 montre les surfaces reconstruites en perspective de zones de 50 µm x 50 µm, ainsi que les rugosités moyennes.



P_c = 0,035 MPa, R_a = 0,63 µm



P_c = 0,044 MPa, R_a = 0,50 µm



P_c = 0,056 MPa, R_a = 0,54 µm

figure 3-27 : rugosité des plaques ultra-minces

Cette figure permet d'observer que bien que les pressions de contact soient différentes, l'état de surface est quasiment le même, ainsi que les rugosités moyennes (de l'ordre de 0,5 µm) et totales (environ 4 µm). Dans leur étude consacrée à l'abrasion trois corps, Buijs et al. [BUIJS-1993] expliquent ceci par le fait que dans des conditions d'abrasion en état stationnaire, un nombre constant de particules abrasives est, à chaque instant, en contact avec l'échantillon, et que l'augmentation de force normale répartit celle-ci sur un nombre plus important de grains. Ils concluent que le chargement par particule abrasive, c'est-à-dire la force normale et ses conséquences, la rugosité et la profondeur de la zone endommagée sont indépendantes du chargement total et de la vitesse relative. C'est ce que nous observons pour la rugosité.

3.5.3. Analyse des difficultés rencontrées

Nous avons également effectué des relevés de profils sur la surface de plaques provenant de chacun des dix assemblages, dans une direction perpendiculaire au trait de découpe. La figure 3-28 montre deux exemples de profils provenant de la première découpe.

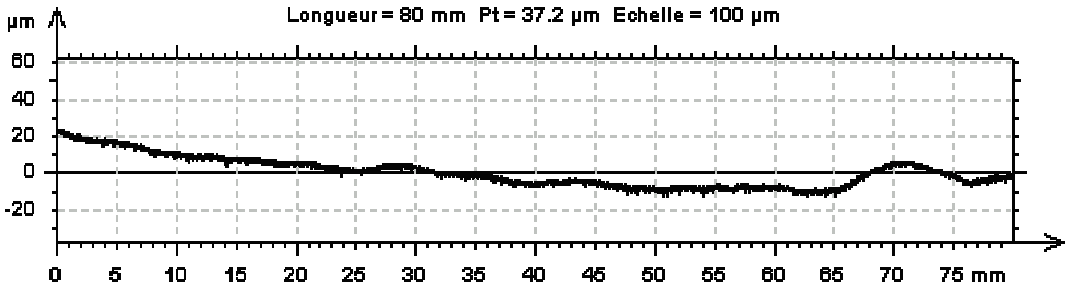


figure 3-28a : profil d'une plaque de l'assemblage du haut

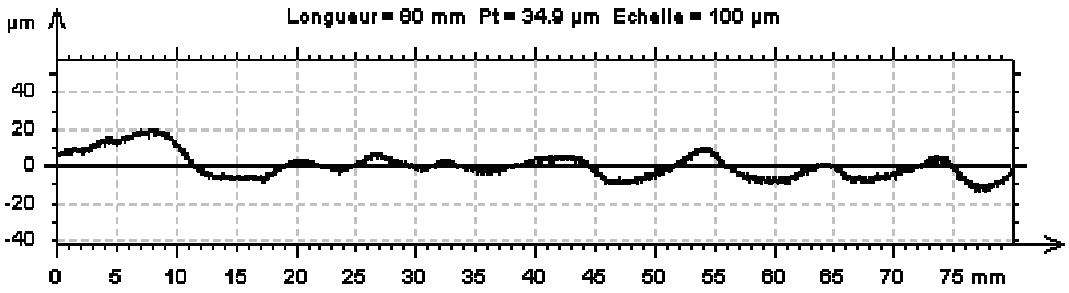


figure 3-28b : profil d'une plaque de l'assemblage du bas

figure 3-28 : Profil de rugosité des plaques ultra-minces (débit *slurry* : 75 Kg/min)

Ces relevés montrent une présence plus marquée d'ondulations sur les plaques provenant des assemblages du bas. Ceci est vraisemblablement dû au fait que le bas de la nappe de fil reçoit des projections de *slurry* de la découpe du haut et est certainement pollué par ces projections. Nous avons pu observer que ces ondulations sont fortement diminuées quand on réduit le débit de *slurry* à travers les buses du bas et que le rendement est amélioré (cf tableau 3-4 et 3-5, essais 4 et 5).

Le défaut le plus important que nous avons observé lors de ces découpes est la présence de « marches » sur des plaques, c'est à dire de fortes et brutales variations d'épaisseur, formées suivant le mécanisme présenté sur la figure 3-29.

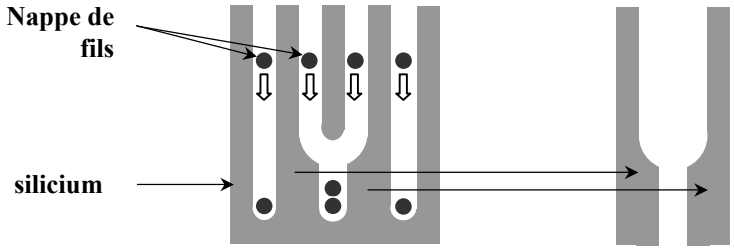


figure 3-29 : mécanisme de formation des marches sur les plaques

Deux fils se rejoignent dans une même gorge de guide-fil, interrompant la découpe d'une plaque (évacuée par le *slurry*), et formant des marches sur les deux plaques voisines. Ce phénomène a été bien plus fréquent lors des découpes de plaques de 150 µm qu'avec les plaques plus épaisses car les brins de fil sont plus proches. De plus, il est nettement plus marqué sur l'assemblage du bas que sur celui du haut.

Plusieurs origines de ce problème sont avancées : le gravage des rainures des guides-fil est actuellement limité : en effet, avec un pas de 350 µm, les gorges ne sont pas assez profondes pour qu'un fil de 160 µm y entre totalement, il dépasse légèrement et peut donc sortir de sa gorge. Cet effet est accentué par une trop forte alimentation de *slurry* qui s'intercale entre la gorge et le fil et a tendance à le faire sortir. Nous avons remarqué une diminution de cet effet en diminuant le débit de *slurry* au niveau des buses du bas. Le bas de la nappe de fil est également pollué par des retombées de la découpe du haut. Il pourrait être remédié à ce problème en ajustant le débit de *slurry*, et en l'imposant plus faible en bas qu'en haut. Une diminution du diamètre du fil, une augmentation de sa tension, et une augmentation de la profondeur des gorges des guides-fil auraient le même effet : encastrer mieux le fil dans la gorge et l'empêcher d'en sortir.

Une autre origine de ce problème est l'attraction des fils consécutifs, deux phénomènes se conjuguent : d'une part le fil est parcouru par un courant de faible intensité permettant de détecter sa casse (en mesurant en continu sa résistance). Or, deux fils parcourus

par un courant de même sens s'attirent. D'autre part, la tension superficielle de l'huile enrobant les fils pousse certainement ceux-ci à se rapprocher en cas de rupture du film, l'huile tendant à minimiser son énergie de surface. Nous pensons donc que ces deux phénomènes s'équilibrent parfaitement lorsque la nappe est régulière, mais qu'ils se conjuguent à la moindre instabilité ou rupture du film de *slurry* pour écarter deux fils et éventuellement leur permettre de passer dans la gorge voisine. Ces forces d'attraction ne sont actuellement pas quantifiées, ce travail posant de nombreux problèmes si nous voulons décrire de manière réaliste ce système.

3.6. Conclusion partielle

Nous avons décrit dans ce chapitre le matériau silicium que nous utilisons ainsi que les principaux défauts qu'il peut contenir : défauts de **tailles de grains**, **macles** ou **inclusions**. Ces inclusions, responsables de fortes stries à la surface des plaques et parfois de rupture du fil, ont été identifiées grâce à des techniques de spectroscopies comme étant des **carbures et nitrures de silicium**. Nous n'avons décelé aucune autre impureté, sauf à l'état de traces. Nous avons ensuite identifié les principaux défauts de sciage : stries, ondulations, etc. Des solutions sont envisagées pour y remédier.

Nous avons étudié la résistance du fil de découpe. Nous avons observé que son diamètre chute de 160 à 146 µm, que sa force de rupture passe de 69 à 41 N et que sa contrainte de rupture baisse également. Compte tenu de sa tension (25 N actuellement), nous ne préconisons pas pour le moment la réduction de son diamètre.

L'usure de l'abrasif a été traitée par des observations de grains neufs et après usage, nous avons montré qu'il subit un seul type de modification : les grains aciculaires les plus longs se fragmentent, en restant coupants. Tous les autres sont inchangés. Le **recyclage** de cet abrasif est donc parfaitement envisageable.

Nous avons enfin étudié le régime de défilement alternatif du fil (*back & forth*) : nous pensons qu'il présente aujourd'hui et pour l'avenir plus d'inconvénients que d'avantages et que sa suppression permettrait de réduire le diamètre du fil, d'obtenir des plaques plus résistantes et de meilleure qualité, et d'économiser de l'énergie et du silicium.

Nous avons pu montrer que la découpe de plaques de silicium de 150 µm est possible sur une scie à fil et qu'en se plaçant dans des conditions optimales de découpe, le rendement obtenu est bon. L'influence de la pression de contact est négligeable dans la gamme testée, et nous avons identifié une source de défaut majeure pour ces découpes : les marches dues à la superposition de deux fils consécutifs.

CHAPITRE 4 : SIMULATION EXPERIMENTALE ET THEORIQUE MACROSCOPIQUE DU PROCEDE

Les scies à fil étant des machines extrêmement complexes et totalement fermées, les observations et les mesures en fonctionnement sont presque impossibles. La simulation des phénomènes devient alors intéressante, et nous avons donc mis en place deux outils de simulation : un outil **expérimental** et un **théorique**. L'outil expérimental est un essai de frottement entre de l'acier et du silicium en intercalant du *slurry* dans le but de mieux comprendre le mécanisme d'usure du silicium et l'outil théorique est un modèle permettant de connaître l'effet de paramètres tels que la tension du fil sur sa courbure et son profil.

4.1. Le dispositif expérimental de tribométrie

4.1.1. Principe et différents types

Un tribomètre est un appareil permettant d'étudier et de mesurer l'usure et le frottement des matériaux. Son principe général consiste à faire frotter un matériau sur un autre dans un environnement choisi et contrôlé afin d'étudier le comportement de l'un ou des deux matériaux. En fonction des conditions expérimentales que l'on voudra appliquer, on choisira une géométrie parmi les nombreuses combinaisons possibles pour se placer au plus près des conditions de contact souhaitées. L'une des géométries classiques est par exemple la géométrie pion-disque schématisée sur la figure 4-1 [FINNIE-1981-a]. En général, on souhaite maîtriser la force normale appliquée entre les deux surfaces, la vitesse relative des deux antagonistes et la longueur de glissement. On a souvent recours à des dispositifs rotatifs qui permettent d'accéder à des longueurs de glissement très importantes. Nous allons décrire quatre types de tribomètres.

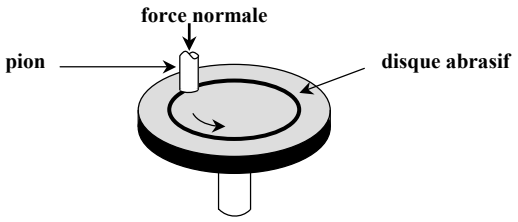


figure 4-1 : géométrie pion / disque [FINNIE-1981-a]

La première configuration, utilisée notamment par Nathan, est une géométrie pion / plan. La figure 4-2 présente son dispositif [NATHAN-1965]. Il consiste à appliquer un pion en

acier dont on veut mesurer l'usure sur une courroie revêtue d'abrasifs pour étudier la variation de volume d'usure de différents métaux en fonction du diamètre moyen des particules abrasives, de la force normale et de la vitesse relative. La courroie se déplace horizontalement à une vitesse choisie, le pion se déplace simultanément transversalement pour être attaqué en permanence par un abrasif neuf. Ceci permet de disposer d'une longueur de glissement sur un abrasif neuf de 6 m. Le chargement appliqué sur l'échantillon peut varier de 500 g à 10 kg. Après le test d'usure, le volume usé est déterminé par pesée de l'échantillon. Les limites de ce dispositif sont les suivantes : on a affaire à un mécanisme d'abrasion deux corps puisque les grains d'abrasifs sont fixés sur la courroie, et la conception de la machine fait que l'on ne peut pas lubrifier le contact. Nous allons maintenant décrire des tribomètres produisant de l'abrasion trois corps.

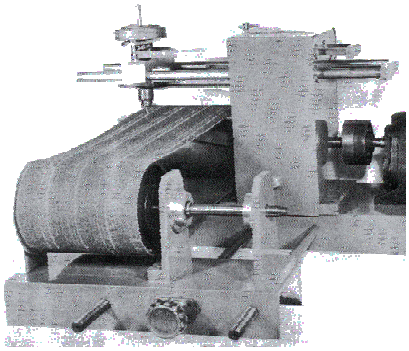


figure 4-2 : géométrie pion / plan [NATHAN-1965]

Rabinowicz utilisa un dispositif annulaire, la figure 4-3 en présente le principe [RABINOWICZ-1961]. Ce système consiste en un cylindre monté verticalement qui presse un échantillon annulaire sur un plateau rotatif. Le cylindre est libre de se déplacer verticalement mais est bloqué en rotation. Des grains d'abrasifs libres sont déversés à l'intérieur de ce cylindre avec un débit contrôlé et des trous usinés dans sa partie basse permettent aux abrasifs d'entrer dans la zone de contact. L'échantillon est un disque qui a été usiné de sorte qu'un anneau, qui sera la partie en contact avec le plateau rotatif, soit en relief. La force normale est appliquée par l'intermédiaire du cylindre vertical auquel on peut ajouter des masses. L'usure sera là encore mesurée par pesées de l'échantillon. Ce dispositif produit bien de l'abrasion trois corps, mais ne permet pas de lubrification, et surtout ne peut utiliser que des matériaux facilement usinables (tournage et fraisage) pour réaliser l'anneau, ce qui exclut le silicium et bien d'autres matériaux (céramiques). Il est particulièrement adapté aux matériaux métalliques.

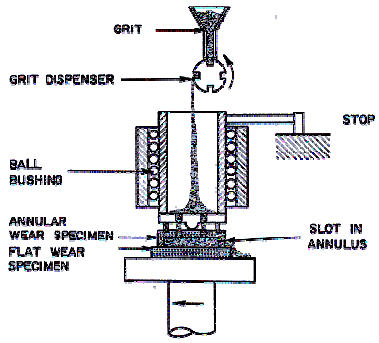


figure 4-3 : tribomètre annulaire [RABINOWICZ-1961]

Le test de cratérisation utilisé par Trezona permet d'utiliser un abrasif en suspension dans un liquide [TREZONA-1999]. Il a en effet utilisé un appareil du commerce (représenté sur la figure 4-4) pour étudier la résistance à l'abrasion trois corps de matériaux mous comme des polymères ou des métaux tendres. Le principe est de faire frotter une bille en acier dur sur un échantillon plan plus tendre en déversant un *slurry* sur la zone de contact et d'observer ensuite le cratère ainsi formé. La bille est fixée sur un axe horizontal qui l'entraîne en rotation. L'échantillon est fixé

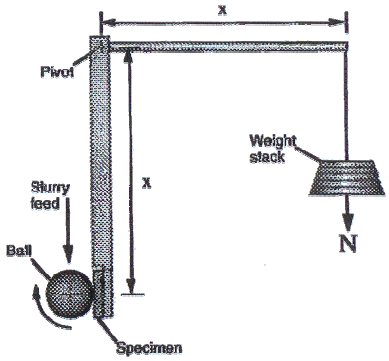


figure 4-4 : tribomètre bille / plan [TREZONA-1999]

verticalement sur un bras pivotant en **L** sur lequel on applique une masse choisie. Ceci permet d'ajuster la force normale bille / échantillon avec une précision de ± 0,01 N. Le *slurry*, mélange de particules de SiC F2000 (taille moyenne de particules : 4,25 µm) et d'eau distillée à une concentration de 0,75 g/cm^3 d'eau est déversé dans le contact. L'usure est ensuite observée par microscopies optique et électronique et profilométrie.

Williams et al. ont utilisé un système assez particulier pour étudier l'usure causée par un troisième corps présent dans un film de lubrifiant dans des conditions hydrodynamiques. La figure 4-5 présente ce dispositif dont le but est de générer un film hydrodynamique entre les deux surfaces d'épaisseur contrôlée. Son principe est d'enrouler un ruban fin en acier, flexible, autour d'un cylindre immergé dans un bain de fluide visqueux. Ce ruban est tendu par un levier et des masses à une tension contrôlée. L'entraînement du cylindre en rotation crée alors un film hydrodynamique entre les deux antagonistes. Pour une étude d'usure, on contamine le fluide avec une petite quantité de particules abrasives à une concentration de l'ordre de 1 g/l. Une gorge est alors créée sur le cylindre et l'usure est quantifiée par pesée ou par profilométrie [WILLIAMS-1992].

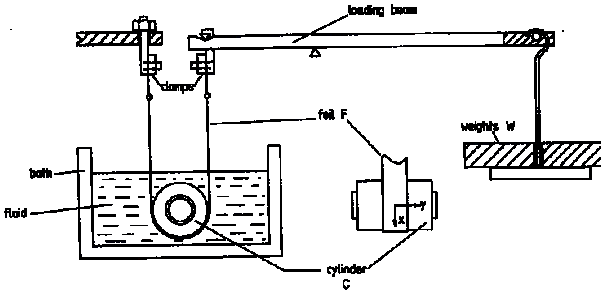


figure 4-5 : tribomètre cylindre / ruban [WILLIAMS-1992]

De nombreuses autres géométries peuvent être imaginées, suivant que l'on veut étudier l'**abrasion deux corps** ou **trois corps**, suivant la nature des matériaux, si le contact doit être lubrifié ou non, etc ; Misra et al. font une revue de plusieurs types de tribomètres [MISRA-1980]. Notons le tribomètre pion / disque mis au point par Khruschov où un pion d'acier se déplace radialement sur un disque abrasif en rotation [KHRUSCHOV-1974]. Georges et al . ont utilisé une géométrie pion / cylindre [GEORGES-1974], Leu et al. un système où une bille se déplace sur un disque abrasif en rotation [LEU-1988] et Zhang et al. un dispositif se rapprochant d'une machine de rectification (une roue de polissage et un *slurry* intercalé entre cette roue et l'échantillon plan de silicium) [ZHANG-1999].

4.1.2. Le tribomètre utilisé dans cette étude

Le but de cette approche est de reproduire en laboratoire les conditions de contact du sciage à fil : le déplacement relatif d'une surface d'acier (fil) sur une surface de silicium avec un mélange abrasif dans la zone de contact. La contrainte majeure est la difficulté d'usinage du silicium et l'impossibilité d'obtenir des formes complexes. Le second problème est l'injection du *slurry* qui, lorsqu'il est au repos, décante rapidement. Nous avons donc modifié un montage rotatif existant qui permettait de faire frotter trois pions sur une piste d'acier.

4.1.2.a Le tribomètre plan-plan annulaire

Le tribomètre que nous avons utilisé a été conçu au Cemef dans le cadre de la thèse de L. Vanel [VANEL-1996]. Le but était de mesurer le frottement et l'usure de couches de polymères déposées sur des disques en aluminium. La pièce antagoniste était une piste en

bronze-béryllium ou en alliage cupro-aluminium-nickel, le frottement se faisait à sec. Une description en est donnée en annexe 5. Le tribomètre comprend deux pistes de frottement. La piste inférieure est **mobile** et entraînée en **rotation** par un moteur alors que la piste supérieure ne peut se déplacer que **verticalement**. Les deux pistes sont mises en contact par l'intermédiaire d'un vérin pneumatique qui permet d'imposer la force de serrage dans une gamme allant de 0 à 2500 N. Le moteur électrique entraîne la piste inférieure en rotation (de 0 à 150 tr/min) avec la possibilité d'imposer soit la vitesse, soit le couple. Le couple résistant est mesuré à l'aide d'un capteur (fixé sur le plateau supérieur) couvrant une gamme de 100 N.m. Un capteur de force placé sous le vérin permet de mesurer la force normale. Le coefficient de frottement μ, rapport de la force résistante sur la force de serrage est calculé de la manière suivante :

$$\mu = \frac{\left(\frac{\Gamma}{r}\right)}{F}$$ **équation 4-1** avec

Γ : couple mesuré
r : rayon de la piste de frottement
F : force de serrage imposée

Le tribomètre est piloté par un ordinateur qui réalise également les acquisitions de données. Un module graphique permet de suivre en continu l'évolution des principaux paramètres (force, couple, vitesse, déplacement du plateau supérieur, etc.). Trois modes de pilotage sont possibles :

- *Le mode force* : il permet d'imposer une rampe de montée en force de serrage suivie d'un palier et d'une phase de redescente. La vitesse de rotation est imposée.
- *Le mode vitesse* : il permet des rampes et un palier de vitesse de rotation, la force de serrage étant fixe et imposée.
- *Le mode couple moteur* : on impose ici la force de serrage tout en suivant des rampes et un palier du couple d'entraînement du moteur. Ce mode permet notamment d'étudier des phénomènes de démarrage et de transition entre frottement statique et dynamique (stick-slip).

Au cours d'un essai, on enregistre le temps, le couple résistant, la force de serrage, la position du piston (donc du plateau supérieur), la vitesse de rotation du moteur et le coefficient de frottement qui est calculé à partir de la mesure du couple et de la force de serrage avec l'équation 4-1. Le tribomètre permet donc d'étudier l'évolution du frottement en fonction de la pression de contact, de la vitesse et de la longueur de glissement et la mesure de la position du piston donne accès à l'usure des matériaux.

Ce tribomètre avait été modifié une première fois pour pouvoir remplacer la partie supérieure par un plateau supportant trois porte-échantillons et donc pouvoir faire frotter trois pions cylindriques d'environ 20 mm de diamètre sur la piste inférieure. Nous avons repris cette géométrie globale en y apportant toutefois quelques modifications : de nouveaux porte-échantillons ont été réalisés pouvant maintenir des pions de silicium parallélépipédiques. Nous pouvons en effet découper sans problème des parallélépipèdes de silicium.

La partie inférieure a été modifiée plus en profondeur : elle doit représenter le fil, donc un acier de dureté environ 700 H_v. Nous avons fait réaliser une piste annulaire en acier trempé et les pièces nécessaires à sa fixation qui maintiendront également le *slurry*. La figure 4-6 montre la configuration initiale du tribomètre et le résultat de nos modifications.

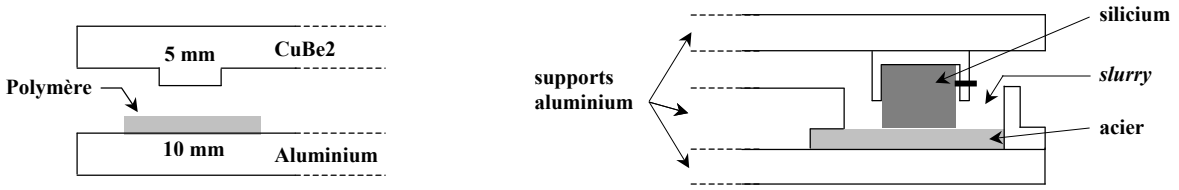


figure 4-6 : configuration initiale de la zone de frottement et modifications apportées

Nous allons donc faire tourner trois pions en silicium sur la piste d'acier en intercalant une certaine quantité de *slurry* non régénérée pendant la durée du test (de l'ordre de 20 minutes). La figure 4-7 présente le schéma de principe de notre test et une photo de la zone de frottement du tribomètre.

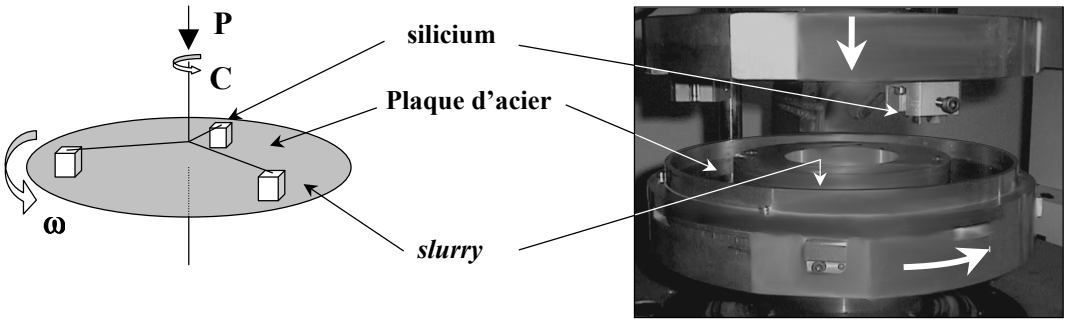


figure 4-7 : principe et photo du tribomètre rotatif

L'objectif de ce test est, après avoir vérifié la similitude des phénomènes avec le procédé de sciage, de mesurer l'effet sur le **frottement**, la **vitesse d'érosion** des trois antagonistes, de divers paramètres tels que la **pression de contact**, la **vitesse de rotation**, le **type d'abrasif**, etc.

4.1.2.b Similitudes des phénomènes avec le sciage à fil

Nous avons réalisé un premier test dont le but est de vérifier que la nature de l'enlèvement de matière produit par le frottement de l'abrasif entraîné par la plaque d'acier sur les pions de silicium est bien la même que celle produite dans le sciage à fil. Nous avons pour cela fait frotter trois pions cubiques de silicium (environ 25 mm de côté) d'une surface totale de frottement de 1453 mm² sur la plaque d'acier avec une force normale totale de 260 N, soit une pression $p \approx 0,18\ MPa$, et une vitesse de rotation de 50 tours par minute, soit une vitesse linéaire $u \approx 0,57\ m/s$.

Le *slurry* est ajouté en une seule fois au début du test : 50 g de carbure de silicium mélangés dans 32 g d'huile, soit les mêmes proportions que dans le sciage à fil. Le test a duré 20 minutes. Les pions sont disposés à une distance radiale de 0,11 m de l'axe de rotation. Les hauteurs des pions ont été mesurées au palmer avant et après le test, on en déduira la vitesse d'usure et le volume usé.

Le déplacement vertical des pions, correspondant à leur usure et le couple résistant sont enregistrés par le tribomètre au cours de l'essai, nous pouvons donc tracer sur la figure 4-8 leur évolution au cours du temps.

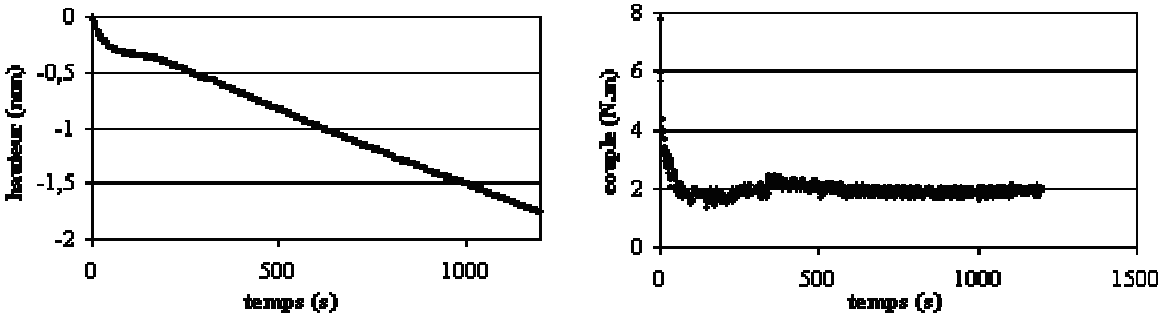


figure 4-8 : usure des pions de silicium et couple résistant au cours du temps (*p ≈ 0,18 MPa)*

Nous observons après un régime transitoire qui dure quelques minutes et qui correspond à la mise en place du dispositif et au rattrapage des jeux, l'établissement d'un **régime permanent**.

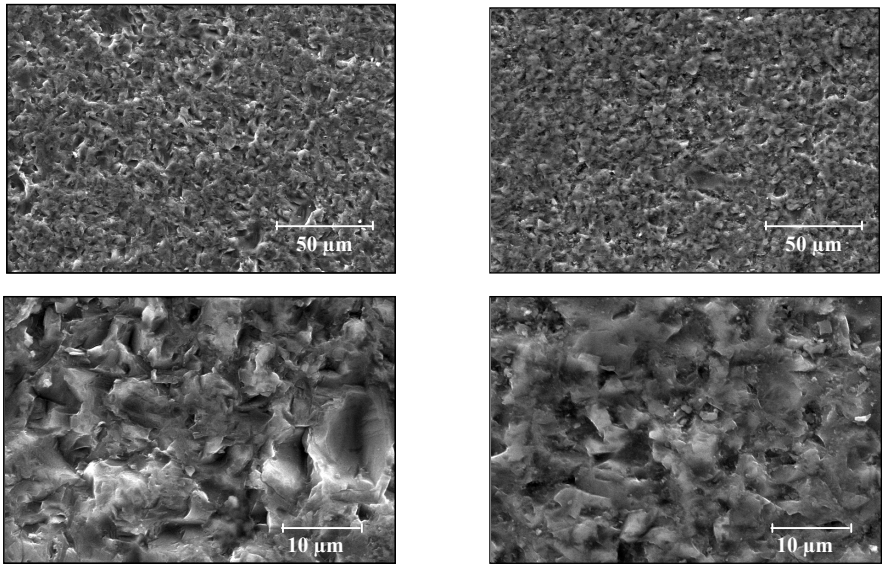
Le couple, important au début, diminue lors de l'établissement de ce régime puis réaugmente pour atteindre une valeur constante, une fois le *slurry* équitablement réparti sur la piste de frottement. Ce couple diminue de moitié environ entre le début de l'essai où les surfaces de contact sont sans doute inférieures aux surfaces nominales de contact et le stade final où l'usure des pions a assuré une bonne conformation des deux surfaces de silicium et d'acier. Le temps nécessaire au lancement de l'essai permet de plus au *slurry* de commencer à décanter, perturbant ainsi le début de cet essai. Cette phase initiale est peu reproductible, mais la valeur du couple est généralement constante par la suite, c'est cette valeur que nous retenons pour le calcul du frottement par l'équation 4-1. Nous obtenons donc, avec un couple de 1,98 N.m, une valeur du coefficient de frottement $\mu = 0,07$. Cette valeur est plus faible que celles que nous obtenons généralement, mais les enregistrements de couple sont souvent moins perturbés.

La descente des pions est linéaire avec le temps, montrant ainsi la **proportionnalité entre l'usure des pions et le temps**. Le capteur de déplacement enregistrant la variation de hauteur donne une valeur maximale de 1,75 mm et la mesure de l'usure des pions au palmer donne une moyenne de 1,56 mm, du même ordre compte tenu du rattrapage des jeux. Cette proportionnalité n'est autre que la traduction de la loi d'usure d'Archard qui s'applique donc à notre essai. Cette loi va nous permettre de calculer la constante de vitesse d'usure du silicium par les grains de carbure de silicium : $V = K_{si} PL$, avec V : volume usé, K : constante de vitesse d'usure, P : force normale et L : longueur de glissement comme nous l'avons présentée au chapitre 1.

$$K_{si} = \frac{V}{PL} = \frac{2268,5.10^{-9}\, m^3}{260 \times (50 \times 2\pi \times 0.11 \times 20)} = 1,26.10^{-11}\ Pa^{-1} \qquad \textbf{équation 4-2}$$

Nous verrons plus bas que nous retiendrons approximativement cette valeur comme vitesse d'usure du silicium dans le sciage à fil. Les résultats de tous nos essais se présentent qualitativement comme ceux décrits sur la figure 4-8.

Comparons maintenant les états de surface des pions usés sur le tribomètre et des plaques découpées à la scie à fil pour observer la nature de l'abrasion. Ces surfaces ont été observées au MEB. La figure 4-9 présente des surfaces de plaque sciée par sciage à fil et nettoyées à gauche, et de pion usé au tribomètre et simplement dégraissé à droite à la même échelle deux à deux.

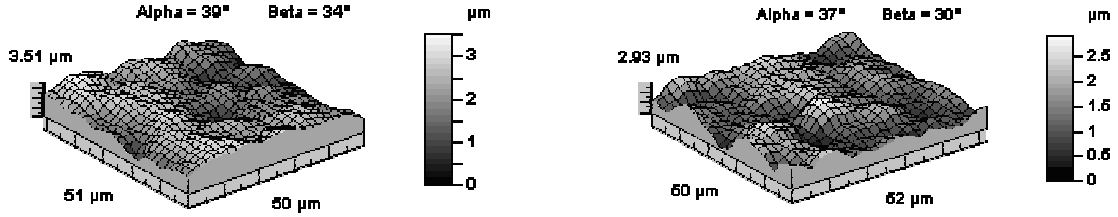


Plaque sciée **Pion usé**

figure 4-9 : comparaison d'états de surface

Les observations de ces deux états de surface à différentes échelles montrent la similarité des phénomènes : nous avons clairement affaire à de l'abrasion trois corps dans notre test comme dans le procédé de sciage à fil, aucune rayure d'abrasion deux corps n'est visible. De plus, les faciès sont identiques à toutes les échelles auxquelles nous les avons observés. La seule différence visible sur la figure 4-9 réside dans le fait que les images MEB des surfaces de pions usés montrent des débris microscopiques qui sont des copeaux de silicium alors que les plaques sciées ne montrent pas ces copeaux puisqu'ils ont été enlevés dans la chaîne de nettoyage de Photowatt. Pour nous assurer de cela, nous avons observé des surfaces de plaques sciées et non nettoyées, elles présentent également ces copeaux.

Nous avons effectué des mesures de rugosité à la surface des pions usés qui viennent appuyer ces affirmations. La figure 4-10 montre les surfaces reconstituées d'un pion usé et d'une plaque découpée par sciage à fil ainsi que la rugosité moyenne R_a. Ces surfaces font 50 µm de côté.



pion usé, R_a = 0,60 µm **plaque découpée, R_a = 0,54 µm**

figure 4-10 : comparaison de surfaces par leur rugosité

Nous observons bien les mêmes états de surface ainsi que des rugosités moyennes quasiment identiques. L'enlèvement de matière par les grains d'abrasif se fait donc de la même manière dans le sciage à fil et dans l'essai de tribométrie.

Nous pouvons donc utiliser les premiers résultats de cet essai et notamment la valeur calculée de la constante de vitesse d'usure du silicium pour calculer grâce à l'équation 4-3 la pression de contact exercée par le fil sur le silicium dans le procédé de sciage. Nous verrons en effet en détails au paragraphe 4.2.1 lors de la présentation du modèle mécanique que celui-ci nous fournit une expression de la pression de contact :

$$p_c = \frac{v}{K_{si}.u} = \frac{\frac{310.10^{-6}}{60} m/s}{1{,}26.10^{-11} \times 8} = 0{,}05\ MPa$$ **équation 4-3**

Nous avons montré la **similarité des phénomènes d'enlèvement de matière** entre le procédé de sciage à fil et le test d'abrasion réalisé sur le tribomètre rotatif ainsi que la **linéarité de la relation liant la longueur de glissement et le volume usé**. Pour pouvoir appliquer la loi d'Archard, nous devons maintenant vérifier la proportionnalité du volume usé et de la pression de contact à longueur de glissement identique.

4.1.3. La pression de contact

4.1.3.a Vérification de la proportionnalité pression de contact / usure

Nous avons découpé trois nouveaux pions de silicium à l'aide de la scie à fil diamanté, légèrement plus grands que les précédents afin de pouvoir les réutiliser pour plusieurs tests. L'essai a alors été renouvelé avec une force normale plus importante sur les pions : 485 N, répartie sur une surface de pions de 2000 mm^2, soit une pression de contact normale résultante de 0,24 MPa. La vitesse de rotation a été réduite à 29 tr/min et la durée de l'essai était de 20 minutes. La figure 4-11 montre l'enregistrement du déplacement vertical des pions au cours du temps.

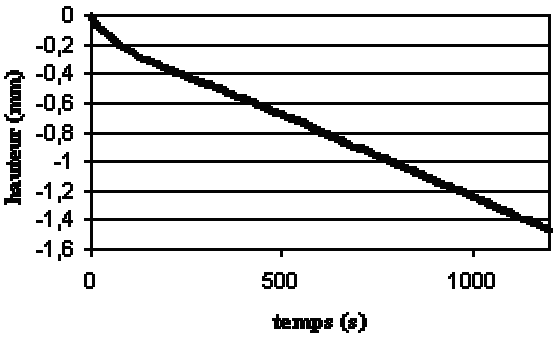


figure 4-11 : descente des pions sous une force de 485 N (*p ≈ 0,24 MPa*)

Cet enregistrement nous montre à nouveau une dépendance linéaire de l'usure des pions en fonction du temps, donc de la longueur de glissement, après une légère mise en régime. Les mesures de hauteurs des pions au palmer nous donnent les valeurs d'usure suivantes : 1,62 / 1,65 / 1,62 mm, soit un volume total usé de 3252 mm^3. La loi d'Archard nous permet donc de calculer la constante de vitesse d'usure du silicium dans ce cas :

$$K_{si} = \frac{V}{P.L} = \frac{3252.10^{-9}}{485 \times (29 \times 2\pi \times 0{,}11 \times 20)} = 1{,}67.10^{-11}\ Pa^{-1}$$

Le troisième essai a été réalisé avec une force normale de 90 N pour nous rapprocher des conditions du sciage à fil. La surface totale de ces pions de 1995 mm^2 nous donne en effet une pression de contact de 0,045 MPa, du même ordre que celle exercée par le fil sur le silicium au cours du sciage (0,05 MPa). Nous avons utilisé les mêmes pions que nous avons fait tourner 40 minutes sur la plaque d'acier, immergés dans le *slurry*, à une vitesse de 49 tr/min. La figure 4-12 représente la descente des pions au cours de cet l'essai.

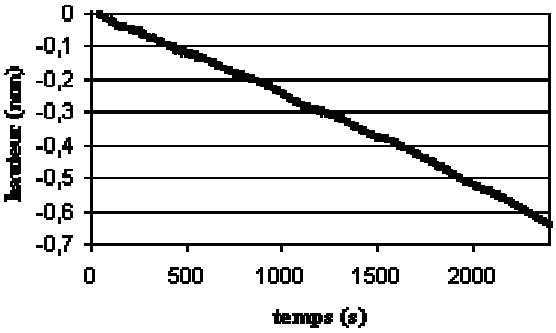


figure 4-12 : descente des pions sous une force de 90 N (*p ≈ 0,045 MPa)*

La proportionnalité du déplacement en fonction du temps est là encore respectée, et la mesure des hauteurs de pions au palmer nous donne une usure de : 0,7 / 0,67 / 0,63 mm, soit un volume usé total de 1330 mm^3. Nous calculons donc dans ce cas comme précédemment la vitesse d'usure du silicium à l'aide de la loi d'Archard :

$$K_{si} = \frac{V}{P.L} = \frac{1330.10^{-9}}{90 \times (49 \times 2\pi \times 0{,}11 \times 40)} = 1{,}09.10^{-11}\ Pa^{-1}$$

Un dernier essai a été réalisé pour confirmer la proportionnalité de la pression de contact et de l'usure en enrobant les pions dans de la résine. En effet, nous rencontrions des problèmes pour positionner les pions dans les porte-échantillons : il est très important de démarrer l'essai avec la surface de chaque pion parfaitement en contact avec la piste d'acier pour éviter une mise en régime permanent trop longue. De plus, les vis de serrage des pions appliquées directement sur le silicium (fragile) provoquaient parfois l'éclatement d'un pion. Ces problèmes ont été résolus en enrobant les pions dans un moule spécialement réalisé pour que les trois enrobages aient exactement la même hauteur, la même largeur, et que la troisième dimension soit réglable en fonction de la dimension la plus grande des pions. Ces pions enrobés ont donné des résultats très fiables : les mises en régime sont rapides, ces régimes montrent une bonne dépendance linéaire de l'usure en fonction du temps (meilleure que lors des essais précédents) et les usures des pions sont identiques à quelques centièmes de millimètres près. La vis de serrage est de plus maintenant appliquée sur la résine, ce qui évite tout risque d'éclatement. Cet essai a donc été réalisé avec un troisième jeu de pions d'une surface totale de 1347 mm², avec une force normale de 109 N donnant une pression de contact de 0,08 MPa. Il a duré 30 minutes avec une vitesse de rotation de 49 tr/min. La figure 4-13 présente l'usure des pions avec le temps.

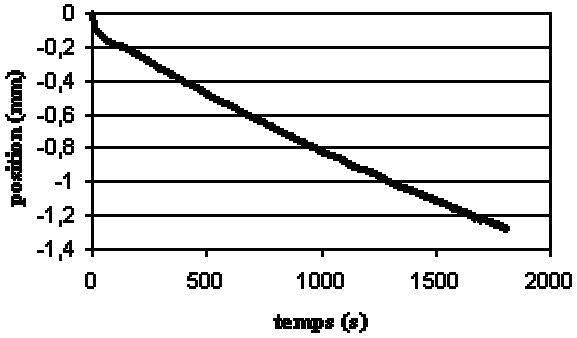


figure 4-13 : descente des pions sous une force de 109 N (*p ≈ 0,08 MPa)*

La mesure de l'usure au palmer donne : 1,19 / 1,20 / 1,17 mm, donc une très bonne répartition de l'usure entre les trois pions et la constante de vitesse d'usure est de :

$$K_{si} = \frac{V}{P.L} = \frac{1598.10^{-9}}{109 \times (49 \times 2\pi \times 0{,}11 \times 30)} = 1{,}44.10^{-11}\ Pa^{-1}$$

La figure 4-14 rassemble les 4 valeurs de la constante de vitesse d'usure K obtenues pour les différentes pressions de contact appliquées : 0,045 ; 0,08 ; 0,18 et 0,24 MPa, soit des valeurs partant de la pression de contact du sciage à fil et allant jusqu'à 5 fois cette valeur. Une régression linéaire montre la quasi-constance de cette valeur.

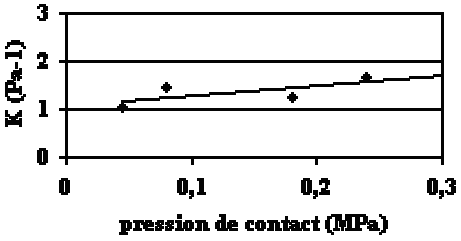


figure 4-14 : valeurs de K obtenues

Nous avons donc montré grâce à ces quatre essais une bonne proportionnalité entre **déplacement vertical** (usure), **pression de contact**, et **longueur de glissement**, ce qui nous permet de dire que la loi d'Archard permet de bien décrire l'usure du silicium dans ce système abrasif (abrasion trois corps par du carbure de silicium en suspension dans de l'huile). Le coefficient de proportionnalité de cette loi, ou constante de vitesse d'usure du silicium K est de l'ordre de $1{,}1.10^{-11}$ Pa^{-1}, valeur obtenue lors du troisième test avec une pression de contact de l'ordre de celle estimée dans le procédé de sciage à fil et que nous allons maintenant préciser.

4.1.3.b La pression de contact dans le sciage à fil

En 1993, une société extérieure (Vibratec) est intervenue chez Photowatt pour y réaliser des mesures directes d'efforts de coupe au moyen de capteurs de forces [BALTHAZARD-1993]. Bien que les scies aient changé depuis, le procédé est toujours le même, et nous pouvons exploiter ces résultats, même si l'on ne connaît pas avec la même précision qu'aujourd'hui les paramètres utilisés à l'époque de ces mesures. La figure 4-15 montre l'implantation du capteur de force.

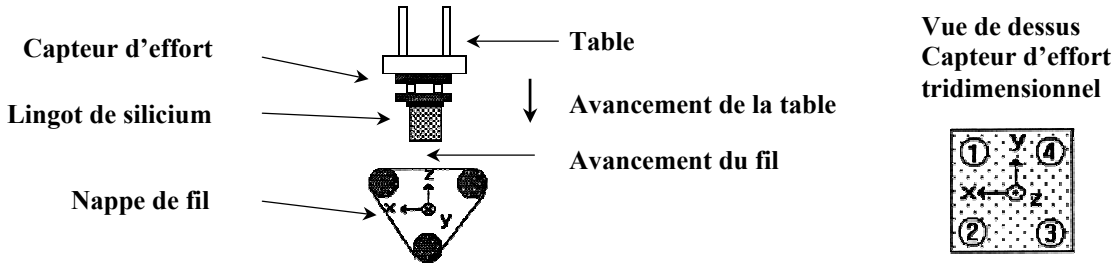


figure 4-15 : schéma d'implantation du capteur de forces [BALTHAZARD-1993]

La société Vibratec a réalisé les mesures de forces dans les trois directions pendant deux heures de l'usinage d'un lingot. Les résultats sont particulièrement intéressants puisqu'ils nous donnent les **forces exercées par la nappe de fil sur le silicium**. Ces forces sont de l'ordre de **300 N** dans la direction ***x*** et de **500 N** dans la direction *z*, ils sont négligeables dans la direction *y*. Ainsi, si l'on considère un assemblage de 400 mm de long et 100 mm de côté découpé en plaques de 300 µm d'épaisseur avec un fil de 160 µm de diamètre, soit un trait de scie de 200 µm environ, on obtient une force répartie sur 800 traits de scie. On a donc une pression de contact exercée par le fil sur le silicium de l'ordre de :

$$p_c = \frac{500}{800 \times 100 \times 0{,}160} = 0{,}04\ MPa$$

Ce résultat est en accord avec ceux obtenus grâce à la simulation tribologique (P_c = 0,05 MPa) et va nous permettre d'estimer la constante de vitesse d'usure du silicium dans le procédé de sciage en n'utilisant aucune des données provenant du tribomètre. Nous utilisons

la loi d'Archard en considérant l'usure d'un trait de scie : une certaine longueur de fil use un volume de silicium correspondant à la largeur du trait de scie multipliée par la surface de la tranche du bloc (soit le volume du trait de scie), la force normale étant la pression de contact appliquée sur la surface du fil dans le silicium.

- Volume de silicium usé : $V = 0,2 \times 100 \times 100 = 2000\ mm^3$
- Force normale appliquée par le fil sur le silicium : $F = 0,04 \times (100 \times 0,160) = 0,64\ N$
- Longueur de glissement :
  - ✓ La table avançant à 300 µm/min, le temps de découpe est : $100 / (0,3 / 60) = 20000\ s.$
  - ✓ Le fil avance à 8 m/s, donc parcourt $20000 \times 8 = 160000\ m$

La constante de vitesse d'usure est donc estimée à :

$$K_{si} = \frac{2000.10^{-9}}{0,64 \times 160000} = 1,95.10^{-11}\ Pa^{-1}$$

Cette valeur est supérieure à celles obtenues par la tribométrie, mais est bien du même ordre de grandeur. Les incertitudes pesant sur les valeurs des paramètres de découpe suffisent certainement à expliquer ces différences. Par ailleurs il faut noter que contrairement à l'essai de tribométrie, les effets de bord ne sont pas négligeables dans le sciage puisque le trait de découpe est supérieur de 25 % au diamètre du fil.

4.1.4. Frottement et usure des pièces antagonistes

4.1.4.a Coefficient de frottement

Nous avons vu également que nous disposons d'une valeur de la force tangentielle générée par la nappe de fil sur le bloc de silicium : ***F = 300 N***. Cette valeur nous permet de calculer le coefficient de frottement de Coulomb µ : en supposant la pression de contact p_c uniforme, la force normale mesurée P et la force résistante F s'expriment de la manière suivante :

$$\begin{cases} P = 2rp_c l \\ F = \mu p_c \pi r l \end{cases}, \text{ le rapport F / P vaut donc } \frac{\mu\pi}{2} \text{ et } \boxed{\mu = \frac{2}{\pi}\frac{F}{P} = 0,38} \quad \textbf{équation 4-4}$$

Cette valeur est intéressante, car elle représente le frottement du fil sur le silicium par l'intermédiaire du *slurry* et est très difficile à mesurer par un autre moyen. Les valeurs de coefficient de frottement que nous avons enregistrées lors des essais de tribométrie sont en revanche plus faibles. La figure 4-16 représente les 4 valeurs de coefficient de frottement calculées après les essais de tribométrie présentés au paragraphe 4.1.3. Elles ont tendance à diminuer quand la pression de contact augmente et sont globalement plus basses que la valeur de 0,38 constatée dans le sciage à fil. Ces écarts peuvent provenir de la **différence de géométrie et d'aires des contacts** entre le procédé de sciage et le test d'abrasion. La diminution du coefficient de frottement avec l'augmentation de la pression de contact peut venir du fait qu'au delà d'un certain seuil de force, la majeure partie des grains d'abrasifs sont en contact avec les deux surfaces et l'espace séparant ces surfaces n'est plus suffisant pour permettre l'entrée des grains les plus grands qui, comme nous l'avons vu au chapitre 1, jouent un rôle important dans le mécanisme. Notons que le coefficient de

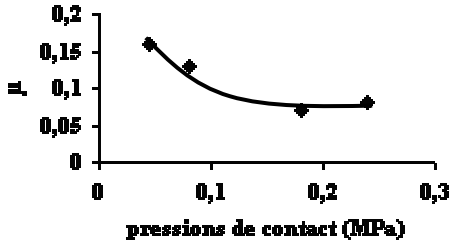


figure 4-16 : coefficients de frottement

frottement diminue de moitié lorsque la pression de contact est multipliée par 4, mais que la valeur correspondant à la pression constatée dans le sciage à fil (environ 0,05 MPa) donne un coefficient de frottement de 0,16.

Notons que l'on ne dispose pas d'autre mesures du frottement dans le sciage a fil, la mesure de la société Vibratec est en cela précieuse, puisqu'aucune publication ne traite de ce sujet. Toutefois, l'analyse thermique réalisée au chapitre 2 en confirme l'ordre de grandeur. Nous ne disposons que de valeurs de coefficient de frottement mesurées sur des tribomètres ou lors de tests de polissage sur des machines instrumentées qui sont également assez rares. Nous pouvons retenir les valeurs comprises entre 0,1 et 0,3 mesurées par Leu et Scattergood lors d'essais de rayure de verres avec des indenteurs sphériques dans l'air et dans l'huile [LEU-1988]. Misra et al. ont mesuré un coefficient de frottement de 0,25 lors d'essais d'abrasion trois corps d'aluminium par des grains de carbure de silicium [MISRA-1983]. Danyluk et al. ont mesuré un frottement de l'ordre de 0,35 lors d'essais de rayure de silicium par une pyramide Vickers [DANYLUK-1988]. L'étude se rapprochant le plus de notre cas est celle de Phillips et al. qui ont étudié les mécanismes d'enlèvement de matière de verres de silice par des abrasifs libres (carbure de silicium) grâce à un tribomètre plan-plan. Ils ont mesuré les coefficients de frottement résultant de ces interactions pour différents systèmes abrasifs. Leurs valeurs sont comprises entre 0,16 et 0,21 [PHILLIPS-1977]. Ces valeurs sont du même ordre que celles que nous avons mesurées et l'écart avec la valeur de 0,38 déterminée pour le sciage à fil viendrait donc de la différence importante de géométrie du contact et/ou de la différence importante de la vitesse relative (un facteur 10 entre le tribomètre et le sciage à fil).

Les mesures de la société Vibratec confirment donc les ordres de grandeur de nos résultats en termes de **pression de contact** exercée par le fil sur le silicium lors de la découpe, de **constante de vitesse d'usure** du silicium, et nous renseignent sur l'ordre de grandeur du **coefficient de frottement** de Coulomb.

4.1.4.b L'usure des pièces antagonistes : fil et anneau d'acier

L'usure du fil au cours du sciage est également un paramètre important puisque la diminution de son diamètre fait rapidement chuter sa résistance à la rupture. Cette usure peut également être régie par une loi d'Archard avec une autre constante de vitesse d'usure K_{acier} que nous allons estimer et rapprocher de celle calculée pour l'usure de la piste en acier sur laquelle frottent les pions de silicium lors du test de tribométrie.

- Nous avons donc pris un échantillon de fil ayant servi à découper les plaques de 150 µm car, la découpe s'étant effectuée en continu, la longueur de silicium que « voit » un point du fil peut être facilement calculée : 2 assemblages de 100 mm de côté, 1100 traits de scie environ, soit une longueur de 220 m. Son diamètre a été mesuré en plusieurs points : 155 µm, soit 5 µm d'usure au total. Considérons l'usure de 1 cm de fil, soit un volume correspondant à un tube de 1 cm de long, 160 µm de diamètre extérieur et 2,5 µm d'épaisseur : $1{,}24.10^{-11}\ m^3$. La force normale appliquée sur ce centimètre de fil est donc : $0{,}05\ MPa \times 1{,}6\ mm^2 = 0{,}08\ N$. La vitesse d'usure est donc estimée à :

$$K_{acier} = \frac{1{,}24.10^{-11}}{0{,}08 \times 220} = 7{,}0.10^{-13}\ Pa^{-1}$$

Cette valeur est 20 fois inférieure à celle du silicium ce qui est attendu compte tenu de la différence de nature entre le silicium, solide covalent semi-fragile et l'acier au carbone tréfilé de très grande dureté.

- Déterminons maintenant l'usure de la piste en acier du tribomètre lors du premier essai de frottement. La mesure de perte d'épaisseur a été réalisée au rugosimètre en faisant huit relevés de profil sur la surface de la piste, radialement. Les mesures s'effectuent donc avec une grande précision et nous donnent une profondeur moyenne $dz=5,4\ \mu m$. Le volume d'acier usé s'exprime de la manière suivante : $V = 2\pi.R.a.dz$, avec R : rayon de la piste, a : largeur de la piste, dz : perte de cote (profondeur usée). Ce volume est de $8,21.10^{-8}\ m^3$. La longueur de glissement est le périmètre de la piste multiplié par le nombre de tours : $L = 691\ m$. La constante de vitesse d'usure de la piste d'acier est donc pour ce premier essai :

$$K_{acier} = \frac{8,21.10^{-8}}{260 \times 691} = 4,6.10^{-13}\ Pa^{-1}$$

Cette valeur est bien du **même ordre de grandeur** que celle estimée par la mesure de l'usure du fil, il y a donc une **bonne concordance entre tribométrie et procédé** pour l'usure de l'acier.

- Nous avons tenté d'estimer la vitesse d'usure de l'acier par une troisième approche : trois pions d'acier de mêmes dimensions que les pions de silicium ont été usinés puis traités thermiquement pour leur donner une dureté de l'ordre de celle du fil (environ 700 H_v). Nous avons ainsi pu réaliser deux essais de tribométrie en faisant tourner ces pions sur la plaque d'acier en présence de *slurry*. Les conditions et les résultats des essais sont réunis dans le tableau 4-1.

	essai 1	**essai 2**
force normale	**119 N**	**286 N**
durée	**60 '**	**60 '**
vitesse de rotation	**50 tr/min**	**50 tr/min**
usure moyenne des pions	**0,09 mm**	**0,21 mm**

tableau 4-1 : conditions et résultats des essais de frottement des pions d'acier

Le premier essai a donné une constante de vitesse d'usure $K_{acier}=5,9.10^{-14}\ Pa^{-1}$ et le deuxième $K_a=5,7.10^{-14}\ Pa^{-1}$, soit des valeurs concordantes situées un ordre de grandeur en dessous de celles obtenues par les mesures d'usure de la plaque d'acier et du fil. Notons que la perte de cote des pions est 20 fois (essai 1) et 40 fois (essai 2) plus importante que celles de la plaque d'acier et du fil.

Cet écart de vitesses d'usure semble suggérer que la nature de la contre-pièce a une influence sur l'usure : le mouvement des abrasifs entre du silicium s'usant fortement et de l'acier s'usant peu peut être différent de celui généré entre deux pièces en acier. Le caractère permanent du contact du pion avec la contre-pièce est également susceptible de ralentir l'usure.

Le coefficient de frottement n'a été déterminé que pour le premier essai, il est de 0,11 environ, du même ordre que les valeurs obtenues lors des contacts acier / silicium et ne permet donc pas de conclure quant à une éventuelle différence de comportement des grains d'abrasif sur l'acier et sur le silicium.

4.1.5. Etude par tribométrie de l'abrasif

4.1.5.a Efficacité de l'abrasif usagé

Nous avons vu au chapitre précédent que l'abrasif ne subit que peu de modifications à l'usage : seuls les grains aciculaires les plus longs se fragmentent et tous les grains restent globalement coupants. Nous allons maintenant **quantifier** cette évolution grâce au tribomètre rotatif. Nous avons pour cela réalisé trois essais avec les mêmes pions de silicium enrobés dans la résine et les mêmes paramètres présentés ci-dessous :

- vitesse de rotation : 49 tr/min,
- temps de l'essai : 30 min,
- force normale : 110 N donnant une pression de contact de 0,056 MPa.

Le premier essai a été réalisé avec du *slurry* neuf, il a donné une constante de vitesse d'usure : $K_{si} = 1,44.10^{-11}\ Pa^{-1}$ et un coefficient de frottement de Coulomb $\mu = 0,13$. Les deux essais suivants ont été réalisés avec deux *slurry* usagés prélevés à Photowatt après leur dernière utilisation dans une scie (soit après la découpe d'une vingtaine d'assemblages). Les deux prélèvements ont eu lieu à plusieurs mois d'intervalle et sur des scies différentes afin d'être le plus représentatif possible de la réalité. Ces deux mesures ont donné des constantes de vitesse d'usure du silicium de : $K_{si} = 1,44.10^{-11}\ Pa^{-1}$ et $K_{si} = 1,34.10^{-11}\ Pa^{-1}$ et un coefficient de frottement de $\mu = 0,2$.

Nous obtenons donc des constantes de vitesse d'usure du silicium **identiques** pour le *slurry* neuf et pour les deux *slurry* usés, ce qui tend à confirmer que l'abrasif ne perd pas de son efficacité malgré une modification de certains de ses grains et que son recyclage est ainsi possible. Le frottement serait en revanche plus important et ceci peut être dû à plusieurs causes : disparition des grains aciculaires, dégradation de l'huile, présence de débris de silicium.

4.1.5.b Efficacité d'une formulation de slurry différente

Trois jeux de pions ont été testés avec une concentration d'abrasif différente dans l'huile et la formulation correcte à titre de comparaison. La concentration utilisée dans le sciage à fil est de 50 kg de carbure de silicium mélangés dans 32 kg d'huile, soit, compte tenu des densités différentes des deux constituants, de 1 volume de SiC dans 2 volumes d'huile. Nous avons testé une formulation qui inverse les quantités en masse : 32 kg de SiC dans 50 kg d'huile, soit 1 volume de SiC dans 5 volumes d'huile, soit moins de la moitié d'abrasif. Le tableau 4-2 présente les constantes de vitesse d'usure et les coefficients de frottement obtenus pour ces essais.

	formulation du sciage à fil		**formulation différente**	
Pions P	$K_{si} = 1,44.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,13$	$K_{si} = 1,77.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,10$
Pions B	$K_{si} = 1,37.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,11$	$K_{si} = 1,38.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,15$
Pions D	$K_{si} = 1,42.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,12$	$K_{si} = 1,41.10^{-11}\ Pa^{-1}$	$\mu = 0,10$

tableau 4-2 : influence de la formulation du *slurry* sur la vitesse d'usure

Ce tableau montre que les deux formulations de *slurry* donnent la même efficacité sur le tribomètre (vitesses d'usure équivalentes) avec une plus faible quantité d'abrasif dans le mélange. Il semble donc que la quantité de grains d'abrasifs présents dans la formulation habituelle soit supérieure à la quantité nécessaire à l'enlèvement de matière. Le coefficient de

frottement est également du même ordre. Nous avons montré au paragraphe 2.1 qu'il fallait fournir un débit de *slurry* important pour que la découpe fournisse des plaques de bonne qualité. Il semblerait en fait qu'un fort débit d'huile soit nécessaire, mais que le débit d'abrasif pourrait être réduit. Des essais sur les scies permettront de confirmer cette hypothèse.

4.1.5.c Efficacité d'un abrasif plus fin

Nous avons réalisé deux essais avec un abrasif de même nature mais de grade **F2000**. Ce grade correspond à une taille de grains de l'ordre de 7 µm, soit deux fois plus petits que les abrasifs utilisés habituellement (F500). Ces essais ont duré 30 minutes, avec une vitesse de rotation de 50 tr/min. Le premier essai, réalisé avec une force normale de 112 N a généré une pression de contact $p_c=0,08\ MPa$, proche de celle constatée dans le procédé. Il a donné une constante de vitesse d'usure $K_{si} = 0,8.10^{-11}\ Pa^{-1}$ et un coefficient de frottement $\mu=0,14$. L'abrasif plus fin a donc une efficacité presque **deux fois plus faible**. Le second essai a été mené avec une force normale de 131 N, donnant une pression de contact $p_c=0,12\ MPa$, plus importante que celle du procédé. La constante de vitesse d'usure est $K_{si} = 0,5.10^{-11}\ Pa^{-1}$ et le coefficient de frottement $\mu=0,09$. Ces valeurs sont plus faibles que celles obtenues lors du premier essai. La valeur nettement plus faible du coefficient de frottement du second essai indique que les mécanismes ne sont certainement pas exactement les mêmes à ces pressions de contact comme nous l'avons vu au paragraphe 4.1.4.a.

Toutefois, ces deux essais montrent que cet abrasif deux fois plus fin est environ deux fois moins efficace en terme de vitesse d'usure.

Des mesures de rugosité sur la surface de l'un de ces trois pions ont donné une rugosité moyenne $Ra= 0,4\ \mu m$, soit une valeur environ deux fois plus faible que celle généralement constatée avec l'abrasif F500.

En conséquence, la pression de contact avec cet abrasif serait environ doublée et le coefficient de frottement étant sensiblement équivalent, l'énergie de découpe aurait tendance à augmenter. L'épaisseur du trait de découpe diminuerait probablement, nous n'avons en revanche pas exploré l'évolution de l'usure du fil.

4.1.6. Mesures de constantes de vitesse d'usure de différents pions

4.1.6.a Vitesse d'usure de différentes zones du lingot

Nous avons montré au chapitre 3 (§3.1.1) par des mesures de microdureté que le haut des briques (provenant de la partie supérieure des lingots) pouvait être plus dur que le bas dans la direction parallèle à la direction de cristallisation de 10 % environ. Si la dureté plus importante peut laisser envisager une plus grande difficulté à découper le matériau par sciage à fil, il est intéressant de quantifier cette éventuelle vitesse d'usure différente. Nous avons donc prélevé un certain nombre d'échantillons de silicium provenant de localisations différentes et de lingots différents (repérés par le numéro de la brique dans laquelle ils sont prélevés) pour y découper des pions cubiques. Nous avons ainsi pu mesurer par tribométrie les différentes constantes de vitesse d'usure.

Six essais ont été réalisés avec des pressions de contact variant de 0,072 à 0,1 MPa (dépendant de la surface de frottement des pions), des vitesses de rotation de 49 tr/min et durant 30 minutes. les résultats de ces essais sont réunis dans le tableau 4-3.

n° de brique	Localisation	Vitesse d'usure	μ
23216	Haut	$K_{si} = 1{,}42.10^{-11}$ Pa^{-1}	0,12
	Bas	$K_{si} = 1{,}36.10^{-11}$ Pa^{-1}	0,11
80316	Haut	$K_{si} = \mathbf{1{,}03.10^{-11}}$ Pa^{-1}	**0,12**
	Bas	$K_{si} = 1{,}39.10^{-11}$ Pa^{-1}	0,12
22261	Haut	$K_{si} = 1{,}43.10^{-11}$ Pa^{-1}	0,12
22262	Haut	$K_{si} = \mathbf{0{,}69.10^{-11}}$ Pa^{-1}	**0,17**

tableau 4-3 : vitesse d'usure et coefficient de frottement des différents échantillons

La brique 23216 est homogène dans la hauteur, avec une vitesse d'usure de l'ordre de $1{,}4.10^{-11}$ Pa^{-1}, en revanche, la brique 80316 montre une plus grande résistance à l'abrasion dans la partie haute de l'ordre de **30 %**. Le haut de la brique 22261 n'est pas plus résistant que la moyenne, mais le haut de la brique 22262 présente une résistance à l'abrasion deux fois plus importante et un frottement plus élevé. Notons que deux de ces pions contenaient des inclusions.

En conclusion, le bas des briques est homogène et dans deux des quatre cas étudiés, le haut de ces briques présente une vitesse d'abrasion de 30 à 50 % plus faible et le frottement tend à être plus élevé. Cela voudrait donc dire que dans des conditions de découpe identiques à l'habitude (vitesses de table et de fil), les pressions de contact lors de la découpe de ces zones plus résistantes seraient **doublées**, et le fil s'userait donc **deux fois plus**. On aurait donc une usure moyenne de 28 μm au lieu de 14, et une force de rupture estimée de l'ordre de 30 N, soit proche de la tension du fil. Ceci pourrait expliquer certaines **ruptures du fil**.

4.1.6.b Vitesse d'usure de pions présentant des défauts de cristallisation

Nous avons montré au chapitre 3 (§ 3.1.1) qu'une cristallisation du silicium mal contrôlée peut générer deux principaux types de défauts liés aux grains : une taille de grains trop petite (défaut appelé « grit ») et la présence de macles dans des grains de taille normale par ailleurs. Il est donc intéressant de mesurer les constantes de vitesse d'usure de pions présentant ce type de défaut.

- pions présentant du grit : $K_{si} = 1{,}53.10^{-11}$ Pa^{-1} et $\mu = 0{,}08$
- pions présentant des macles : $K_{si} = 1{,}28.10^{-11}$ Pa^{-1} et $\mu = 0{,}10$

Par rapport à une valeur de $1{,}4.10^{-11}$ Pa^{-1} généralement admise pour du silicium sans défaut, ces valeurs ne présentent pas d'écart significatif et ne poseront donc aucun problème particulier au sciage à fil. Le coefficient de frottement est par ailleurs légèrement plus faible. Nous avons d'ailleurs pu constater cela lors des premières découpes expérimentales de plaques ultra-minces de 150 μm réalisées avec des blocs présentant du grit.

Nous allons maintenant aborder la deuxième partie de la simulation macroscopique du procédé de sciage à fil : le modèle mécanique permettant de prédire la hauteur et la courbure de la nappe de fil.

4.2. Le modèle mécanique

Le but de cette approche est, après avoir posé certaines hypothèses simplificatrices, de relier la géométrie du trait de découpe aux différents paramètres, notamment issus de la tribologie tels que la pression de contact, le coefficient de frottement, la vitesse de découpe, les tension et vitesse du fil. Certains de ces paramètres sont maintenant connus grâce aux essais de tribométrie. Le schéma de principe de la figure 4-17 présente les différentes variables utilisées dans cette approche et montre une brique de silicium traversant la nappe de fil de bas en haut.

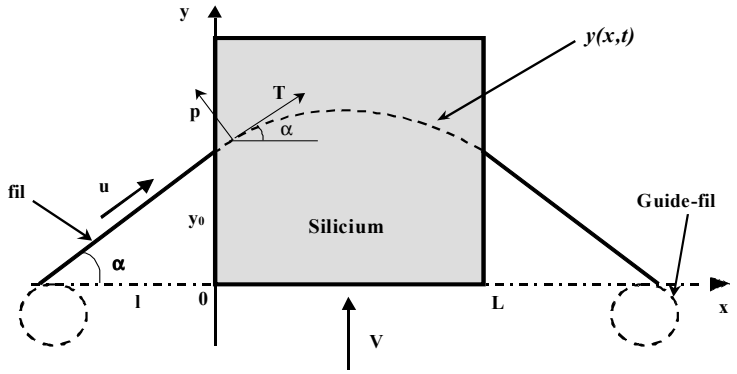


figure 4-17 : schéma de principe et variables

Le bloc de silicium remonte avec une vitesse V et est traversé par le fil tendu avec une tension T et enroulé sur les deux guide-fil représentés en pointillés.

4.2.1. Cas d'un assemblage en régime permanent

4.2.1.a Hypothèses

Nous considérons que le frottement entre le fil et le silicium est un frottement de Coulomb, de la forme : $\tau = \mu.p$ où p est la pression de contact et μ le coefficient de frottement comme nous l'avons vu plus haut. Le régime est supposé dans un premier temps permanent, ce qui implique que la vitesse d'évolution du trait de scie par rapport au temps est nulle : $\frac{\partial y(x,t)}{\partial t} = 0$.

4.2.1.b Expression de la pression de contact

La vitesse d'évolution du trait de scie par rapport au temps est égale à la différence entre la vitesse de montée du bloc de silicium V et la vitesse d'érosion :

$$\frac{\partial y}{\partial t} = V - K_{Si}\, pu.\cos\alpha = 0 \qquad \textbf{équation 4-5}$$

K_{Si} est la constante de vitesse d'usure au sens d'Archard que nous avons définie plus haut, u est la vitesse linéaire du fil. De plus, on a :

$$tg\alpha = \frac{\partial y}{\partial x} = y' \qquad \text{et} \qquad \cos\alpha = \frac{1}{\sqrt{1+\tan^2\alpha}} = \frac{1}{\sqrt{1+y'^2}}$$

On a donc :

$$V = K_{Si}\,pu.\cos\alpha \qquad \text{et} \qquad V = \frac{K_{Si}\,pu}{\sqrt{1+y'^2}}$$

Finalement :

$$\boxed{p = \frac{V}{K_{Si}u}\sqrt{1+y'^2}}$$ **équation 4-6**

4.2.1.c Equilibre mécanique du fil

La relation liant la pression de contact *p*, la tension du fil *T* et le rayon de courbure *R* du trait de scie est donnée par l'équation des membranes : *2rp=T/R* **(équation 4-7)**.

Nous allons en effet voir que l'on peut considérer le fil comme une corde, ou une membrane, c'est à dire que sa rigidité de flexion peut être négligée. Vérifions cette hypothèse en calculant le moment de flexion du fil en fonction de son rayon de courbure *R*. La figure 4-18 présente la section du fil.

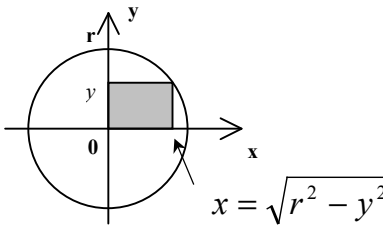


figure 4-18 : section du fil

La déformation élastique d'un segment élémentaire du fil à l'altitude y en fonction de la courbure est $\varepsilon = y/R$, la contrainte associée est $\sigma = E.y/R$. Le moment de flexion élastique du fil pour chacun des 4 quarts de section est le produit de cette contrainte par la surface sur laquelle elle s'applique (*x.y*) et par la hauteur par rapport à la fibre neutre (on intègre sur *y*, donc *dy*) :

$$M_f = 4.\int_0^r \frac{E.y}{R}.y.\sqrt{r^2 - y^2}.dy$$

On intègre en faisant le changement de variables : $y = r.\sin\theta$, et l'on obtient la valeur du **moment nécessaire pour fléchir élastiquement le fil** au rayon *R* :

$$\boxed{M_f = \frac{\pi}{4}.\frac{E.r^4}{R}}$$ **équation 4-8**

La courbure du fil en régime permanent vaut : $\frac{1}{R} = \frac{2.r.p}{T} = 0{,}32\ m^{-1}$, et pour imposer cette courbure au fil, il faut donc appliquer un moment $M_f = 2{,}16.10^{-6}\ N.m$. Le moment appliqué au fil est de l'ordre de $(2.r.p.L).L/2 = 4.10^{-2}\ N.m$.

Nous voyons donc que la rigidité de flexion M_f est négligeable devant le moment appliqué au fil pour le courber à la courbure de $0{,}32\ m^{-1}$ (courbure du régime permanent). En revanche, cette rigidité n'est peut-être plus négligeable lors des régimes transitoires où la courbure peut localement augmenter fortement.

Dans l'équation des membranes (équation 4-7), le terme *2rp* représente la force radiale exercée par le fil par unité de longueur sur le silicium qui est schématisée sur la figure 4-19 représentant une coupe transversale du fil (*r* est le rayon du fil).

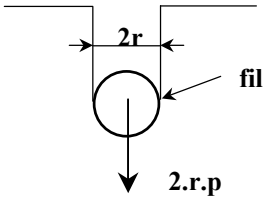


figure 4-19 : coupe transversale du système

La courbure R^{-1} peut ensuite être exprimée en fonction de y et de ses dérivées en partant de l'expression de l'abscisse curviligne :

$$ds = \sqrt{dx^2 + dy^2} \qquad \text{et} \qquad ds = \sqrt{1 + y'^2}\,dx$$

on a : $$\frac{d\vec{t}}{ds} = -\frac{\vec{n}}{R} \qquad \text{et} \qquad \vec{t}\left(\frac{1}{\sqrt{1+y'^2}}, \frac{y'}{\sqrt{1+y'^2}}\right)$$

donc : $$\left\|\frac{d\vec{t}}{ds}\right\| = -\frac{y''}{\left(1+y'^2\right)^{\frac{3}{2}}} = R^{-1}$$

Finalement :

$$2rp = \frac{-Ty''}{\left(1+y'^2\right)^{\frac{3}{2}}} \qquad \text{et} \qquad \boxed{y'' = \frac{-2rp\left(1+y'^2\right)^{\frac{3}{2}}}{T}} \qquad \textbf{équation 4-9}$$

Il existe également une relation entre la tension du fil et la contrainte de cisaillement au niveau du contact τ, s'appliquant sur la surface d'un demi-cylindre élémentaire, donc sur une longueur πr :

$$\frac{dT}{ds} = \tau.\pi r \qquad \text{donc} \qquad \boxed{\frac{dT}{ds} = \mu p \pi r} \qquad \textbf{équation 4-10}$$

Nous disposons maintenant des relations permettant d'expliciter la **pression de contact** en fonction de la vitesse de montée du bloc et de la vitesse du fil, la tension du fil en fonction du coefficient de frottement et de la pression de contact. Il reste à intégrer deux fois l'expression 4-9 de la dérivée seconde de la position du fil en ordonnée.

4.2.1.d Approximations et résolution simplifiée

On supposera en première approche pour intégrer plus aisément l'expression de y'' que l'angle α est faible. On aura donc $|y'|^2 << 1$, et on considèrera ainsi que $\sqrt{1+y'^2} = 1$. De ce fait, l'équation (4-6) montre que la pression de contact est uniforme. On a donc *ds* = *dx* et on peut facilement intégrer l'expression de la tension *T* :

$$\frac{dT}{ds} = \frac{dT}{dx} = \mu p \pi r \qquad \text{et} \qquad \boxed{T = \mu p \pi r.x + T_0} \qquad \textbf{équation 4-11}$$

On a de plus : $\left(1+y'^2\right)^{\frac{3}{2}} = 1$

et : $y'' = -\dfrac{2rp}{T}$ Finalement : $\boxed{y'' = \dfrac{-2rp}{\mu p \pi r.x + T_0}}$ avec :

r : rayon du fil, μ : coefficient de frottement,

p : pression de contact, T_0 : tension du fil à l'entrée du bloc.

On explicite avec la même approximation l'expression de la pression de contact :

$$\boxed{p_c = \frac{V}{K_{si} u}}$$ **équation 4-12**

On peut maintenant intégrer l'expression de y'' :

$$y' = -\frac{2}{\mu\pi}.\ln(\mu p \pi r.x + T_0) + A$$

En utilisant la relation : $\int \ln u = u \ln u - u$, on intègre une deuxième fois :

$$\boxed{y = -\frac{2}{\mu^2 \pi^2 pr}\{(\mu p \pi r.x + T_0).[\ln(\mu p \pi r.x + T_0) - 1]\} + Ax + B}$$ **équation 4-13**

Il reste à déterminer la valeur des constantes A et B en utilisant les conditions aux limites en $x = 0$ et en $x = L$:

en x = 0 : $y(0) = y_0$ et $y'(0) \approx \dfrac{y_0}{l}$

en x = L : $y(L) = y_1$ et $y'(L) \approx -\dfrac{y_1}{l}$

On obtient ainsi un système de quatre équations et quatre inconnues :

- $y(0) = \dfrac{-2T_0}{\mu^2 \pi^2 pr}(\ln(T_0) - 1) + B = y_0$
- $y(L) = \dfrac{-2}{\mu^2 \pi^2 pr}(\mu p \pi r L + T_0)[\ln(\mu p \pi r L + T_0) - 1] + AL + B = y_1$
- $y'(0) = -\dfrac{2}{\mu\pi}\ln(T_0) + A = \dfrac{y_0}{l}$
- $y'(L) = -\dfrac{2}{\mu\pi}\ln(\mu p \pi r L + T_0) + A = -\dfrac{y_1}{l}$

On extrait ainsi en résolvant le système les valeurs des constantes A et B :

$$A = \frac{2l\ \ln(\mu p \pi r L + T_0) + 2l\ \ln(T_0)}{\mu\pi(L + 2l)} + \frac{2(\mu p \pi r L + T_0)[\ln(\mu p \pi r L + T_0) - 1] - 2T_0(\ln T_0 - 1)}{\mu^2 \pi^2 pr(L + 2l)}$$

$$B = \frac{2l^2 \ln(T_0(\mu p \pi r L + T_0))}{\mu\pi(L + 2l)} - \frac{2l \ln T_0}{\mu\pi} + \frac{2l(\mu p \pi r L + T_0)[\ln(\mu p \pi r L + T_0) - 1] - 2lT_0(\ln T_0 - 1)}{\mu^2 \pi^2 pr(L + 2l)}$$
$$+ \frac{2T_0(\ln T_0 - 1)}{\mu^2 \pi^2 pr}$$

Ces constantes sont parfaitement définies, tous les paramètres étant connus. La hauteur du trait de scie, relative par rapport au plan horizontal passant par le point de contact du fil et

du premier guide-fil, est donc connue pour tout x variant entre 0 et L (largeur de la brique) et est donnée par la relation 4-13.

Nous pouvons maintenant tracer des profils de découpe en prenant différentes valeurs des paramètres sur lesquels on a de l'influence. La figure 4-20 présente par exemple la hauteur et la courbure du fil dans l'assemblage de silicium, calculés avec les valeurs suivantes : $p_c=0,05\ MPa$, $\mu=-0,5$, $l=0,21\ m$, $L=0,1\ m$, $r=0,08\ mm$. Deux exemples sont donnés avec des valeurs de tension différentes et l'on observe alors que lorsque le fil est moins tendu, il est plus courbé. On vérifie a posteriori que $|y'| < y_0/l$ vérifie bien $|y'|^2 << 1$. On a, en prenant le cas le plus défavorable de la figure 4-20 (T = 10 N), $(y_0/l)^2 = (9/210)^2 = 2.10^{-3}$ qui est bien négligeable devant 1. Cette approximation est donc justifiée.

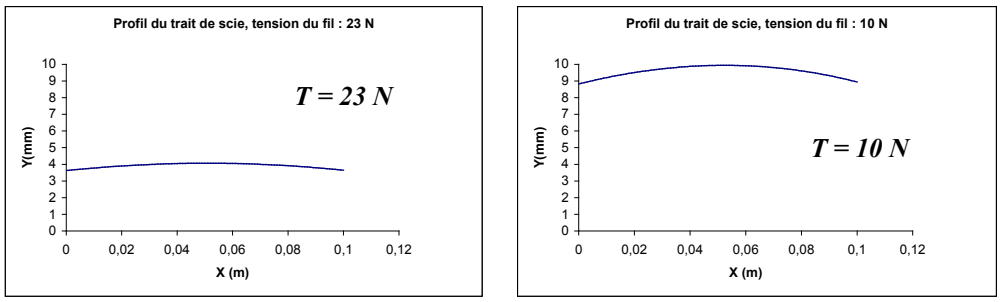


figure 4-20 : exemples de profil de trait de scie

Une première application de cette formulation est le calcul des conditions de tensions nécessaires à la rupture du fil. Nous avons vu que la force de rupture du fil usé est de 41 N, sa tension moyenne de 25 N, ce qui, compte tenu de l'analyse menée plus bas (paragraphe 4.3.1.), donne un ΔT de 32 N et une tension à l'entrée du bloc $T_0=25-16=9\ N$. Calculons la pression de contact et la constante de vitesse d'usure qui pourraient causer ce ΔT. On a $\Delta T = \mu\ p_c\ \pi\ r\ l$, (par l'équation 4-11) donc $p_c = 1,36\ MPa$ pour deux assemblages et $p_c = \dfrac{V}{K_{si}u}$, donc $K_{si} = 4,7.10^{-13}\ Pa^{-1}$. Or, en entrant cette valeur dans le modèle, le calcul n'aboutit pas : la hauteur de nappe est trop importante pour que les conditions géométriques puissent être respectées.

La figure 4-21 représente la plus forte hauteur de nappe que l'on peut obtenir (en considérant un seul bloc de largeur double). Elle correspond à une pression de contact d'environ 1 MPa, soit une constante de vitesse d'usure d'environ 6.10^{-13} Pa^{-1}. Ces conditions ne peuvent exister dans le sciage à fil compte tenu de la hauteur atteinte par la nappe, même en restant en régime transitoire.

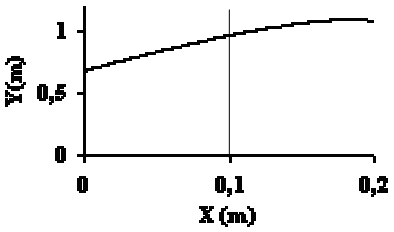


figure 4-21 : hauteur maximale du fil

Dans l'état actuel, ce modèle est relativement compliqué puisqu'il prend en compte un cas très général ; il peut être simplifié et nous allons également l'adapter précisément à la découpe de deux assemblages. Il faut également prendre en compte le **régime transitoire** pendant lequel la courbure du fil s'installe.

4.2.2. Approche simplifiée

Dans le cas d'une découpe effectuée dans de bonnes conditions ($p_c \approx 0{,}05\ MPa$) nous pouvons simplifier l'expression de la courbure du fil pour la raison suivante : le raisonnement ci-dessus prend en compte le frottement du fil sur le silicium par l'intermédiaire du *slurry*. La variation de tension du fil due au frottement au cours du passage dans le silicium est $\Delta T = \mu.p.\pi.r.L = 0{,}5N$: elle est donc négligeable en première approximation devant la tension (*25 N*), on peut donc **négliger le frottement** dans cette approche mécanique et considérer que le trait de scie est symétrique et présente une courbure constante. Nous pouvons donc écrire l'équation du fil sous la forme d'une **parabole** :

$$\boxed{y = y_0 + \frac{y_0}{l}.x + \gamma.y_0.x^2}$$

avec les condition aux limites suivantes : $y'(L/2) = 0 \quad \Rightarrow \quad \gamma = -\frac{1}{l.L}$

L'équation des membranes présentée en 4.2.1.c nous donne : $-y'' = \frac{2.r.p}{T} \Rightarrow y_0 = \frac{r.p.l.L}{T}$ et :

$$\boxed{y = \frac{r.p.L}{T}\left(l + x - \frac{x^2}{L}\right)} \qquad \textbf{équation 4-14}$$

avec : *r = 0,08 mm,* *p = 0,05 MPa,*
L = 100 mm, *l = 210 mm.*

Le tableau 4-4 présente les hauteurs de la nappe et les flèches maximales pour des tensions de 10 N et de 25 N comparées aux valeurs obtenues avec les mêmes paramètres par la formulation tenant compte du frottement.

	formulation sans frottement		formulation avec frottement	
T (N)	10	25	10	25
y_0 (mm)	8,4	3,36	8,71	3,41
y_{max} (mm)	9,4	3,76	9,77	3,82
flèche (mm)	1	0, 4	1,06	0,41

tableau 4-4 : hauteurs de nappe et flèches maximales

Nous obtenons des valeurs identiques pour la flèche par les deux formules et très proches pour les hauteurs, légèrement supérieures pour la formulation avec frottement, mais cet écart est négligeable. Les approximations faites sont donc validées.

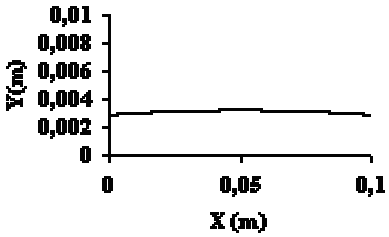


figure 4-22 : profil sans frottement (T=25 N)

4.2.3. Cas de deux assemblages en régime permanent

Les découpes réelles s'effectuent avec deux assemblages à la fois sur chaque partie haute et basse de la nappe (donc quatre au total), espacés de 50 mm comme le montre la figure 4-23.

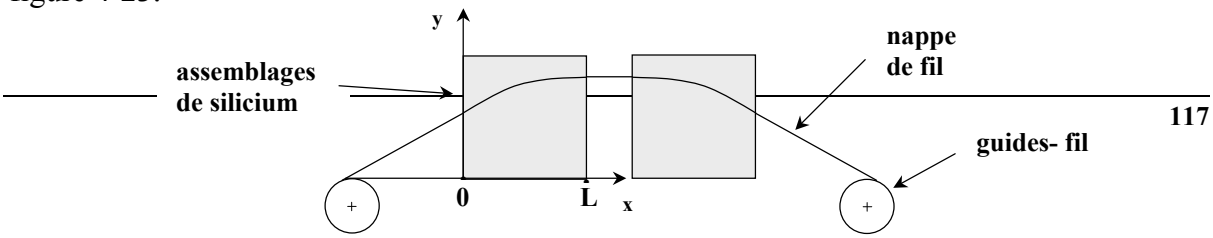


figure 4-23 : schéma de découpe à deux assemblages

La formulation est la même dans ce cas que pour un assemblage, seule la condition limite change : *y'* est nul en *x = L* et non plus en *x = L/2* :

on a donc : $\alpha = -\dfrac{1}{2.l.L}$ et $y_0 = \dfrac{2.r.p.l.L}{T}$

$$\boxed{y = \frac{2.r.p.L}{T}\left(l + x - \frac{x^2}{2.L}\right)}$$

équation 4-15

Pour une tension de 25 N, ceci nous donne une hauteur maximale y_{max} de *5,92 mm* et une hauteur de la nappe à l'entrée dans le bloc y_0 de *4,32 mm*, soit une flèche dans le bloc de *1,6 mm* comme nous le voyons sur la figure 4-24. Ces valeurs semblent raisonnables compte tenu des observations faites sur des blocs dont la découpe a été interrompue par la casse du fil.

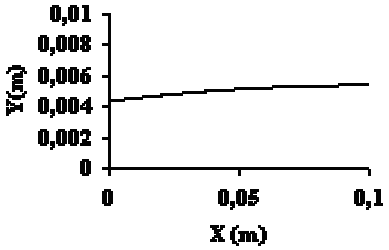


figure 4-24 : profil sans frottement, assemblage de gauche (T=25 N)

4.2.4. Etude du régime transitoire

L'hypothèse de départ du modèle mécanique était d'égaler les vitesses d'érosion et de descente du bloc à travers la nappe, soit :

$$\frac{\partial y}{\partial t} = V - K_{si}.p.|u| = 0$$

Pour l'étude du régime **transitoire**, nous nous intéressons à cette variation $\partial y/\partial t$ que nous allons expliciter. La relation d'équilibre des membranes (équation 4-7) nous donne :

$$2.r.p = -\frac{\partial^2 y}{\partial x^2}.T \quad \text{donc} \quad p = -\frac{\partial^2 y}{\partial x^2}.\frac{T}{2.r} \quad \text{et} \quad \frac{\partial y}{\partial t} = V + \frac{K_{si}.|u|.T}{2.r}.\frac{\partial^2 y}{\partial x^2}$$

Pour résoudre simplement cette équation, on intègre une fois sur x :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left[\int_0^L y.dx\right] = V.L + \frac{K_{si}.|u|.T}{2.r}.\left[\left(\frac{\partial y}{\partial x}\right)_{x=L} - \left(\frac{\partial y}{\partial x}\right)_{x=0}\right]$$

Avec deux assemblages, $\left(\dfrac{\partial y}{\partial x}\right)_{x=0}$ est la pente à l'entrée dans le bloc, y_0/l, et

$\left(\dfrac{\partial y}{\partial x}\right)_{x=L} = 0$ (pente à la sortie du bloc).

On connaît l'équation de la position du fil en fonction de *x* si on suppose sa courbure uniforme:

$$y = y_0\left[1+\frac{x}{l}-\frac{x^2}{2.l.L}\right] \qquad \text{donc} \qquad \left[\int_0^L y.dx\right] = y_0.L.\left[1+\frac{L}{3.l}\right] \qquad \text{et finalement :}$$

$$\boxed{\left(1+\frac{L}{3.l}\right).\frac{dy_0}{dt} = V - \frac{K_{si}.|u|.T}{2.r.l.L}.y_0} \qquad \textbf{équation 4-16}$$

On obtient ainsi une équation différentielle en y_0 qui nous donne l'évolution de la hauteur de la nappe en fonction du temps. Au démarrage : $t = 0$ et $y_0 = 0$ *et* en régime permanent : $\frac{dy_0}{dt} = 0$, $y_0 = \frac{V.2.r.l.L}{K_{si}.u.T}$ et $\frac{V}{K_{si}.u} = p^p$: pression du régime permanent.

La solution générale de l'équation 4-16 est donc :

$$\boxed{y_0 = \frac{2.r.l.L.p^p}{T}.\left[1-e^{-\frac{V.T}{2.r.l.L.p^p.\left(1+\frac{L}{3.l}\right)}.t}\right] = \frac{2.r.l.L.p^p}{T}\left[1-e^{-t/\tau}\right]} \qquad \textbf{équation 4-17}$$

avec τ, temps caractéristique :

$$\tau = \frac{2.r.l.L.p^p}{V.T}.\left(1+\frac{L}{3.l}\right) = 1042\ s \cong 17\ \text{min} \qquad \text{et} \qquad y_0 = \frac{V.2.r.l.L}{K.u.T} = 4{,}32\ mm$$

Il faut donc un temps non négligeable de **17 minutes** pour que le profil d'équilibre s'établisse. Pour les variations de vitesse rapides liées au *back & forth* (inversion de sens de défilement), le profil évoluera donc peu et la pression de contact restera constante en première approximation (fixée par le profil et la tension). La puissance dissipée par le frottement lié à la découpe et la température du bloc décroissent donc comme la vitesse.

<u>Remarque :</u>

Lors du régime transitoire, la pression de contact évolue avec y_0 :

$$p = \frac{T}{2.r.l.L}.y_0 = p^p.\left[1-e^{-\frac{t}{\tau}}\right]$$

La hauteur de silicium découpée à chaque instant est donc donnée par :

$$h = \int_0^t K_{si}.u.p.dt = K_{si}.u.p^p.\left[t+\tau\left(e^{-t/\tau}-1\right)\right] = V.\left[t-\tau\left(1-e^{-t/\tau}\right)\right]$$

Le temps de découpe est donc augmenté de τ par rapport au temps *l/V*. La fin de la découpe sur les scies se termine effectivement par une phase appelée « **retard au stop** » qui consiste à continuer la découpe en annulant la vitesse de la table pour résorber la flèche de la nappe et découper correctement le centre de la brique. Ce retard au stop est généralement de 15 minutes, donc bien du même ordre que τ (≅17 minutes). Ce bon accord confirme la pertinence des estimations de pression de contact.

4.3. Evolution de la tension du fil dans la nappe

Nous avons vu que la tension du fil a un effet direct sur sa courbure (§ précédent) et que nous pensons que la diminution de cette tension tend a provoquer des **ondulations** sur les plaques (§ 3.1.3). Si la tension du fil entrant dans la nappe est contrôlée, son évolution dans les deux kilomètres environ de fil la constituant est inconnue. Lors de l'observation de blocs de silicium provenant d'une découpe interrompue par la rupture du fil (§ 3.1.3.b), nous avons remarqué des zones où le fil est en retard sur le reste de la nappe, sans déceler la présence d'inclusions. Ceci serait manifestement dû à des chutes de tension du fil, peut-être causées par des zones où la vitesse d'usure du silicium serait plus faible et le frottement plus fort. Nous allons maintenant étudier ces évolutions de tension et leur propagation.

4.3.1. Tension d'un brin de fil

Le fil entre dans la nappe avec la tension T_0. La conservation de sa longueur impose alors que sa tension moyenne reste égale à T_0 en régime permanent. Analysons la manière avec laquelle évolue la tension entre deux guides-fil en supposant que l'évolution des tensions sur ces guides-fil assure l'indépendance de comportement entre différents brins du fil (nous en préciserons ultérieurement les conditions). La figure 4-25 représente un schéma du haut de la nappe découpant deux assemblages, les différentes longueurs et les tensions du fil. La variation de tension due au frottement sur un bloc de silicium est donnée par l'équation 4-11 : $\delta T = \pi.r.\mu.p.L$ (supposée identique pour deux assemblages), avec r : rayon du fil, L : largeur des assemblages et p : pression de contact.

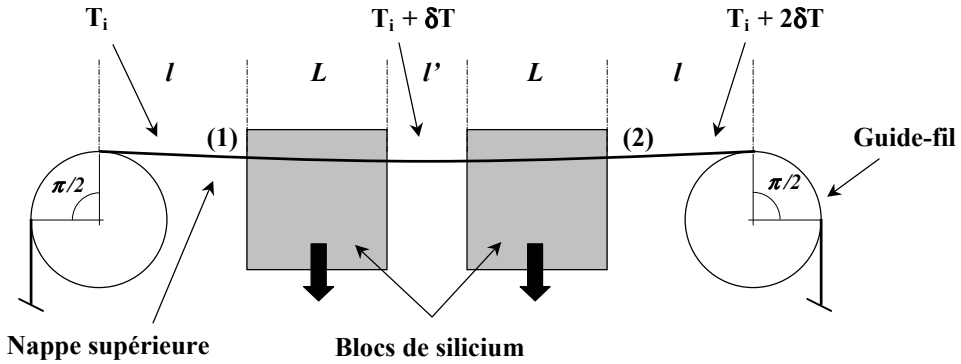


figure 4-25 : représentation des tensions d'un brin de fil

Lors du passage du fil dans le silicium, le frottement provoque une variation linéaire de sa tension avec la distance à l'entrée du bloc. La condition de conservation de la tension moyenne s'écrit donc :

$$l.T_i + L.\left(T_i + \frac{\delta T}{2}\right) + l'.(T_i + \delta T) + L.\left(T_i + \frac{3\delta T}{2}\right) + l.(T_i + 2\delta T) = (2l + 2L + l').T_0 \quad \textbf{équation 4-18}$$

soit $T_i = T_0 - \delta T$. Tout se passe donc comme s'il suffisait de considérer le **brin d'entrée** (1) et le **brin de sortie** (2) : $T_i.l + (T_i + 2\delta T).l = 2T_0$, donnant : $T_i = T_0 - \delta T$. Au total, la tension maximale n'est pas $\boldsymbol{T_0 + 2\delta T}$ comme nous pouvions le supposer, mais $\boldsymbol{T_0 + \delta T}$.

4.3.2. Condition d'indépendance des brins

Supposons que chaque brin actif pour le sciage ne soit en contact qu'avec un seul guide-fil moteur, ce qui est la réalité des scies HCT : seuls les deux guides-fil du haut (ou du bas suivant les machines) sont entraînés par un moteur, les deux autres sont libres. Le contact se fait donc sous un angle de $\pi/2$ avec un frottement μ'. Si les quatre guides-fil étaient moteurs, le contact sur guides-fil moteurs se ferait sur un angle π. Nous allons considérer deux brins actifs successifs *n-1* et *n* tels qu'ils sont représentés sur la figure 4-26.

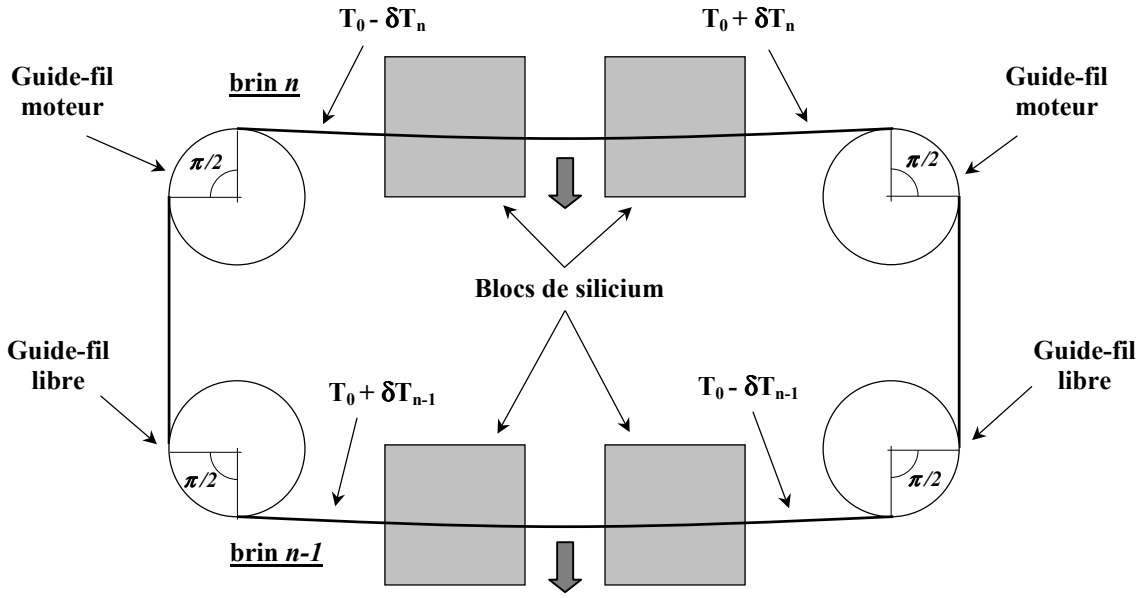


figure 4-26 : brins *n-1* et *n* et leurs tensions

Les différents brins de fil sont indépendants quant à leur tension si l'on a : $(T_0 + \delta T_{n-1})e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} \leq T_0 - \delta T_n$ (**équation 4-19**), quel que soit *n*. En effet, le premier terme représente la chute de tension maximale possible par effet cabestan sur le guide-fil moteur et le respect de cette condition implique qu'il existe un angle de glissement du fil sur le guide-fil $\alpha \leq \pi/2$ tel que : $(T_0 + \delta T_{n-1})e^{-\mu'\alpha} = T_0 - \delta T_n$. Sur l'arc $\pi/2 - \alpha$, il y a non glissement du fil sur le guide-fil. La condition 4-19 s'écrit aussi de manière équivalente :

$$\begin{cases} \delta T_n \leq T_0\left(1 - e^{-\mu'\frac{\pi}{2}}\right) - \delta T_{n-1}.e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} & \textbf{équation 4-20} \\ \mu' \geq \dfrac{2}{\pi}\ln\left(\dfrac{T_0 + \delta T_{n-1}}{T_0 - \delta T_n}\right) & \textbf{équation 4-21} \end{cases}$$

<u>Application numérique :</u> en fonctionnement normal :

$\delta T = \mu p \pi r L = 0{,}47\ N \cong 0{,}5\ N$ avec :

$\mu = 0{,}38$ $\quad$ $r = 0{,}08\ mm$
$p = 0{,}05\ MPa$ $\quad$ $L = 100\ mm$

La relation 4-21 fournit alors la valeur de frottement sur le guide-fil minimale nécessaire en fonction de la tension initiale représentée sur la figure 4-27.

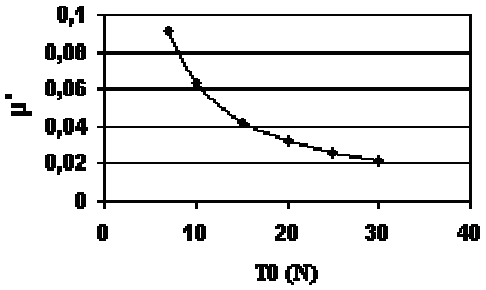


figure 4-27 : frottement minimal en fonction de la tension initiale

Pour $T_0 = 25\ N$, on trouve que le frottement μ' doit être supérieur à 0,025, soit, $e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} \leq 0{,}96$. Ainsi, plus la prétension du fil est importante, moins la condition de frottement est restrictive, plus la nappe est régulière, et mieux sera assuré l'entraînement du fil par les guides-fil. A L'inverse, pour des conditions de sciage uniformes ($\delta T_n = \delta T \quad \forall n$), la force de frottement δT ne doit pas dépasser, selon l'équation 4-21 :

$$\boxed{\delta T \leq T_0 \frac{1-e^{-\mu'\frac{\pi}{2}}}{1+e^{-\mu'\frac{\pi}{2}}}} \qquad \textbf{équation 4-22}$$

Ainsi, pour $e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} \leq 0{,}9$ ($\mu' = 0{,}067$) et $T_0 = 25\ N$, la force de frottement doit être inférieure à $2{,}25\ N$. Même pour un frottement sur les guides-fil modéré, la marge de manœuvre est donc assez large par rapport aux conditions actuelles. La croissance de la force de frottement peut être due à une dégradation des conditions de frottement (augmentation de μ') ou à une baisse de la vitesse d'usure du silicium, provoquant une augmentation de la pression de contact : $p = \dfrac{V}{K_{si}u}$.

4.3.3. Analyse d'un incident de sciage

Supposons que sur tous les brins du fil s'exerce la force de frottement δT, mais que sur un brin s'exerce une force ΔT plus importante. La présence d'inclusions de carbure de silicium dans la matériau qui diminue fortement la vitesse d'érosion du bloc peut par exemple expliquer cette situation comme nous l'avons vu au paragraphe 4.1.6. : la vitesse d'érosion peut être divisée par deux, ce qui a pour conséquence directe de doubler la pression de contact. Il y aura glissement sur les guides-fil et interaction entre les brins lorsque la condition 4-21 n'est plus respectée, soit si :

$$\Delta T \geq T_0\left(1-e^{-\mu'\frac{\pi}{2}}\right) - \delta T.e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} \qquad \textbf{équation 4-23}$$

Ainsi pour $T_0 = 25\ N$, $\delta T = 0{,}5\ N$, et $e^{-\mu'\frac{\pi}{2}} = 0{,}9$, lorsque $\Delta T \geq 2{,}05\ N$. Il y aura alors glissement sur les guides-fil adjacents pour diminuer la tension en amont du brin perturbateur, l'augmenter en aval et assurer ainsi le raccordement avec les autres brins. Posons $q = e^{-\mu'\frac{\pi}{2}}$ et soient T et $T + 2.\Delta T$ les tensions initiale et finale de ce brin perturbateur.

- Sur le brin précédent, la tension vaut :

$$T_1 = \frac{T}{q} \quad et \quad T_2 = \frac{T}{q} - 2\delta T$$ **équation 4-24**

et ainsi de proche en proche : $T_{2i-1} = \frac{T_{2i-2}}{q}$ et $T_{2i} = \frac{T_{2i-2}}{q} - 2\delta T$

Le nombre de brins ainsi concernés en amont par ce frottement plus important *n* est défini par la condition d'existence d'un arc de non-glissement sur un guide-fil : $(T_0 + \delta T).q \leq T_{2n}$ (**équation 4-25**).

- Sur les brins suivants, on a les relations équivalentes suivantes :

$$T_1' = (T + 2\Delta T).q \quad \text{et} \quad T_2' = (T + 2\Delta T).q + 2\delta T$$ **équation 4-26**

et donc : $T_{2j-1}' = T_{2j-2}'.q$ et $T_{2j}' = \left(T_{2j-2}'.q\right) + 2\delta T$

le nombre *p* de brins concernés en aval est donc défini par la relation : $T_{2p}'.q \leq T_0 - \delta T$ (**équation 4-27**).

T est défini par le fait que la tension moyenne vaut T_0. Par approximations successives, on peut donc calculer *n*, *p* et *T*. La première approximation raisonnable consiste à prendre $T = T_0 - \Delta T$. La condition spécifiant que la tension moyenne vaut T_0 s'écrit :

$$\sum_{i=1}^{n} T_i + T + T + 2\Delta T + \sum_{j=1}^{p} T_j' = 2(n + p + 1).T_0$$ **équation 4-28**

<u>Application numérique :</u>

En partant des tensions du brin perturbateur estimées à partir de l'approximation $T = T_0 - \Delta T$, soit $T = 15\ N$ et $T + 2\Delta T = 35\ N$, on calcule de proche en proche les tensions des brins amont et aval jusqu'à satisfaire les conditions 4-25 et 4-27. On obtient à la première itération que 8 brins sont perturbés en amont (tensions du 8è brin : 23,9 / 22,9 N) et 3 en aval (tension du 3è brin : 27,2 / 26,2 N). Or ces tensions doivent également satisfaire la condition que la tension moyenne vaut T_0 (4-28), qui n'est pas respectée à cette itération (somme des tension = 537 N pour une somme des tensions moyennes = 600 N). La somme des tensions étant inférieure à celle des tensions moyennes, augmentons la tension du brin perturbateur de 1 N et calculons à nouveau les tensions : on obtient ainsi à la deuxième itération 7 brins perturbés en amont et 4 en aval. La somme de ces tensions vaut 574 N, toujours inférieure à 600 N. On augmente donc à nouveau la tension du brin perturbateur de 1 N, et on obtient **6 brins perturbés en amont et 4 en aval**. La somme des tensions vaut 552 N, pour une somme des tensions moyennes de ces 11 brins de 550 N, les résultats corrects sont donc obtenus à la **troisième itération**.

La tension du brin perturbateur évolue de 17 N à 37 N, **évolution différente de 2 N** de celle correspondant à un brin indépendant (15 à 25 N) et la tension maximale est plus élevée de 2 N environ (10 %). Pour les brins amont, la tension évolue de 25 / 24 N (brin 6) à 18,8 / 17,9 N (brin 1). Pour les brins aval, la tension évolue de 33,3 / 34,3 N (brin 1) à 26,7 / 27,7 N (brin 4). La flèche du fil augmente ainsi progressivement quand il approche du brin perturbateur puis chute à une valeur inférieure à sa valeur normale qu'elle reprend

progressivement. Le modèle mécanique développé au paragraphe précédent nous donne les valeurs de ces flèches maximales : en utilisant la formule du cas de deux assemblages en régime permanent (§ 4.2.3.), on obtient que la flèche maximale (hauteur du brin par rapport au plan des guides-fil) qui est de 7 mm pour un brin tendu normalement à 25 N va augmenter progressivement jusqu'à 10 mm à l'approche du brin perturbateur puis diminuer brutalement à 5,4 mm pour reprendre ensuite sa hauteur initiale.

La figure 4-28 représente les tensions des 11 brins concernés par l'application numérique ci-dessus. Chaque trait vertical schématise un guide-fil sur lequel s'accommode ces tensions. En gris sont représentées la tension moyenne T_0 et les tensions des différents brins si elles n'étaient pas perturbées.

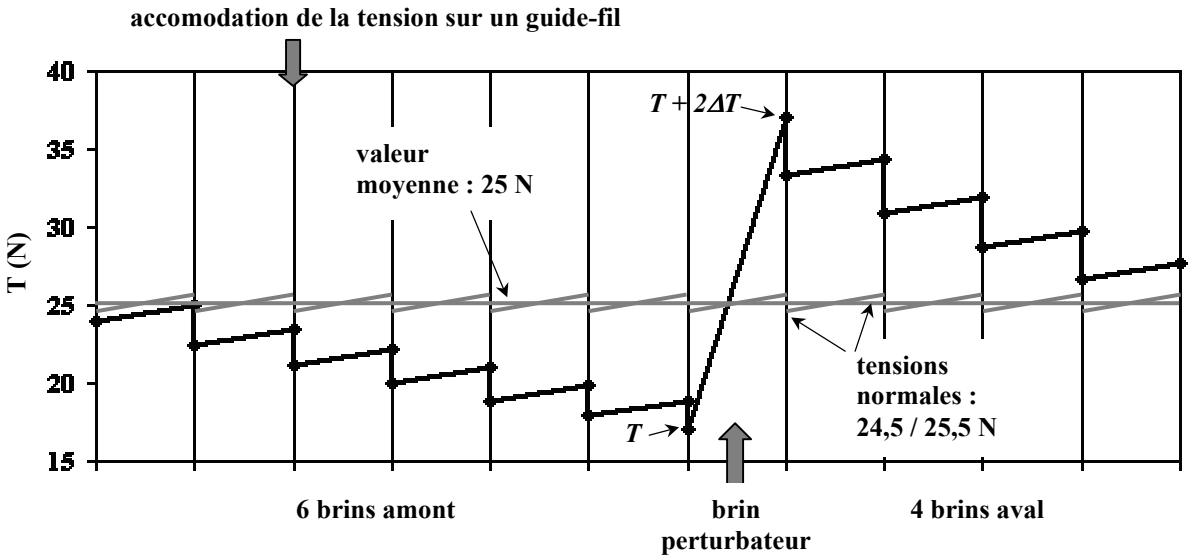


figure 4-28 : schématisation des tensions des 10 brins perturbés et du brin perturbateur

4.4. Synthèse des connaissances et prédictions possibles

Dans cette approche de simulation macroscopique du procédé de sciage à fil, nous pouvons classer en trois parties les résultats applicables : **données, explications et prédictions**.

4.4.1. Résumé des principales valeurs numériques connues

Les essais de tribologie, le modèle mécanique, les conclusions des mesures réalisées par la société Vibratec à Photowatt et nos mesures thermiques nous ont permis de déterminer des valeurs jusque là inconnues. Elles sont rappelées ci-dessous, ainsi que les principaux paramètres du sciage à fil :

- tension du fil : $T = 25\ N$
- rayon du fil : $r = 80\ \mu m$
- vitesse du fil : $u = 8\ m/s$
- vitesse de la table ; $V = 310\ \mu m/min$
- pression de contact exercée par le fil sur le silicium : $p_c = 0{,}05\ MPa$

- coefficient de frottement de Coulomb du fil sur le silicium : $\mu = 0,38$
- constante de vitesse d'usure du silicium : $K_{si} = 1,4.10^{-11}\ Pa^{-1}$
- constante de vitesse d'usure du fil d'acier : $K_{acier} = 7,0.10^{-13}\ Pa^{-1}$

4.4.2. Explications et confirmations

La pression de contact exercée par le fil sur le silicium a été déterminée de plusieurs manières : les résultats des mesures effectuées par la société Vibratec : $p_c = 0,04\ MPa$, le modèle mécanique et la simulation tribologique : $p_c = 0,05\ MPa$.

De même, la constante de vitesse d'usure du silicium par le fil a été déterminée de deux manières et nous donne $K_{si} = 1,4.10^{-11}\ Pa^{-1}$ par la simulation tribologique et $K_{si} = 1,95.10^{-11}\ Pa^{-1}$ par les résultats de Vibratec, soit des valeurs du même ordre.

La constante de vitesse d'usure du fil d'acier lors du contact acier / silicium a été également déterminée par deux approches : l'usure du fil et la tribométrie nous donnent une valeur de l'ordre de $K_{acier} = 6.10^{-13}\ Pa^{-1}$, environ 20 fois plus faible que celle du silicium. Un contact acier / acier donne en revanche une valeur située un ordre de grandeur en dessous, environ $6.10^{-14}\ Pa^{-1}$, la différence de nature du contact suffisent certainement à expliquer cette différence.

Le coefficient de frottement de Coulomb nous permet d'estimer la variation de tension du fil due à son frottement sur le silicium : de l'ordre de *1 N* dans les conditions actuelles de découpe de deux assemblages de 101,5 mm de largeur.

4.4.3. Prédictions

- *Pression de contact*

La connaissance de la constante de vitesse d'usure du silicium nous permet de prédire la pression de contact en fonction des vitesses de fil et de table grâce à l'expression suivante : $p_c = \dfrac{V}{K_{Si}u}$, soit $p_c = 0,05\ MPa$ dans les conditions actuelles de découpe, et nous avons vu que selon l'hydrodynamique, la pression d'arrêt du *slurry* sur le silicium résultante de son inertie est du même ordre de grandeur : $p_a = \dfrac{\rho u^2}{2} \approx 0,05\ MPa$.

- *Débit de slurry*

Le débit de *slurry* nécessaire au bon déroulement de la découpe pour un régime de *back & forth* peut être estimé de la manière suivante :

$$q = \left(l \times 2r - \pi r^2\right).\rho.u.n \ \ x\ 3\ buses \approx 120\ kg/min$$

ramené à 80 kg/min par la suppression d'une buse pour un régime d'aller seul.

avec : q : débit de *slurry* nécessaire pour remplir l'espace contenu entre les spires de fil,
ρ : masse volumique du *slurry* = 1570 kg/m^3,
r : rayon du fil = 80 µm,

u : vitesse du fil = 8 m/s,
n : nombre d'intervalles remplis = 800.

- *Vitesse d'usure du fil*

Nous pouvons maintenant prédire l'usure du fil en fonction des paramètres de découpe et de la longueur de silicium découpée grâce à la loi d'Archard et à la connaissance de la constante de vitesse d'usure du fil.

- *Courbure du fil*

Nous pouvons prédire la hauteur de la nappe de fil par rapport aux guides-fil et la flèche maximale en fonction des paramètres de découpe en régimes transitoire et permanent. Ceci nous permet d'évaluer les diminutions de tension du fil responsables d'une courbure plus prononcée.

- *Entraînement du fil*

La condition d'entraînement du fil par les guides-fil moteurs s'écrit en fonction des paramètres de découpe :

$$\delta T = \mu \pi r L \frac{V}{K_{si} u} \leq T_0 \left(\frac{1 - e^{-\mu' \beta}}{1 + e^{-\mu' \beta}} \right) \qquad \textbf{équation 4-29}$$

L'angle β est égal à $\pi/2$ si deux guides-fil sont motorisés, et égal à π si les quatre le sont. Nous voyons dans cette expression l'importance de T_0 dans la condition d'entraînement du fil. La motorisation des quatre guides-fil permet une accommodation maximale de la tension plus importante : concrètement, les irrégularités de tension seront absorbées beaucoup plus vite et la tension sera mieux régulée dans la nappe.

- *Conditions d'usure et de rupture du fil*

La tension de rupture du fil T_r est la somme de la prétension T_0 et de la force résistante : $T_r = T_0 + \mu p \pi r L$. Le critère de non rupture du fil peut donc s'écrire :

$$\sigma_r \pi r^2 \geq T_0 + \mu \pi r L \frac{V}{K_{si} u} \qquad \textbf{équation 4-30}$$

La loi d'Archard nous permet d'écrire la perte de rayon du fil due à son usure :

$$r = r_0 - K_{acier} . 4 n L \left(\frac{1 + \alpha}{1 - \alpha} \right) \frac{V}{K_{si} u} \qquad \textbf{équation 4-31}$$

n étant le nombre de traits de scie et α le paramètre de *back & forth* explicité au paragraphe 3.4.1. La seconde raison de l'évolution du fil est sa fatigue : les essais de traction réalisés sur des échantillons de fil neuf et usé (§ 3.2.1) ont mis en évidence cette fatigue puisque la contrainte de rupture σ_r a sensiblement baissé. La loi de fatigue du fil est toutefois difficile à établir.

- *Estimation du travail de découpe*

Nous allons estimer le travail nécessaire à la découpe d'une unité de surface de plaque de silicium. La puissance dissipée pour un trait de découpe vaut : $\dot{W} = \pi r_0 l \mu p u = \pi r_0 l \mu \frac{V}{K_{si} u} u$. Le temps de découpe est de l'ordre de l / V, le travail pendant ce

temps de découpe est : $W = \pi r_0 l \mu \frac{V}{K_{si}} . \frac{l}{V} = \frac{\pi r_0 l^2 \mu}{K_{si}}$. Le travail de découpe par unité de surface est donc :

$$\boxed{W_s = \frac{W}{l^2} = \pi r_0 \frac{\mu}{K_{si}}}$$ **équation 4-32**

Il est de l'ordre de 7.10^6 J/m² dans les conditions actuelles. La diminution de ce travail de découpe peut ainsi se faire en diminuant le diamètre du fil, le coefficient de frottement, ou en augmentant la constante de vitesse d'usure du silicium.

4.5. Conclusion partielle

Nous avons traité dans ce chapitre de deux approches permettant de simuler macroscopiquement deux aspects du procédé de sciage à fil : **un montage expérimental de tribométrie et un modèle mécanique théorique**.

Après avoir présenté le principe et les différentes géométries classiques de tribomètres, nous avons introduit les caractéristiques de notre dispositif et les modifications que nous avons apportées pour l'adapter à notre système d'abrasion trois corps. Nous avons montré que les mécanismes d'enlèvement de matière sont bien similaires à ceux du sciage à fil, ce qui nous a permis de mesurer la **constante de vitesse d'usure du silicium** dans ce système abrasif.

Nous avons alors pu observer que l'abrasif usagé ne semble pas perdre son efficacité, ce qui confirme que **son recyclage est possible**. Nous avons également remarqué que l'effet d'une formulation de *slurry* différente n'est pas significatif sur la vitesse d'usure du silicium. Le tribomètre nous a encore permis de mesurer les constantes de vitesse d'usure de différentes zones du lingot de silicium et ainsi de confirmer le caractère critique des conditions d'élaboration des lingots.

L'utilisation d'un abrasif plus fin permettrait vraisemblablement une économie de silicium sur la largeur du trait de scie, mais induirait une augmentation du travail de découpe. Cette option peut toutefois être intéressante, notamment si l'amélioration de l'état de surface (diminution de R_a) est favorable à l'application photovoltaïque.

Un modèle mécanique a été mis en place : après avoir posé des hypothèses simplificatrices et vérifié leur validité, nous avons exprimé la pression de contact exercée par le fil sur le silicium en fonction de vitesses de fil et de table et de la constante de vitesse d'usure du silicium, puis donné une expression de la position et de la courbure du fil dans un assemblage en régime permanent. Nous avons ensuite simplifié cette expression après avoir vérifié que c'était légitime et nous l'avons adaptée à la découpe (réelle) de deux assemblages côte à côte toujours en régime permanent. Nous pouvons ainsi calculer la hauteur de la nappe et sa flèche en fonction des divers paramètres de découpe. Une étude du régime transitoire fournit l'expression de la hauteur relative de la nappe à son entrée dans le silicium en fonction du temps pendant la phase d'établissement de la courbure du régime permanent, qui dure 17 minutes dans les conditions actuelles de découpe. La pertinence de cette démarche est

confirmée par le fait que les ordres de grandeur ainsi obtenus sont compatibles avec les observations faites sur le procédé

L'évolution de la tension du fil dans la nappe a été analysée. Nous avons vu que la variation de tension d'un brin due au frottement sur le silicium se répartit en amont et en aval des assemblages. La tension moyenne T_0 diminue donc avant le premier assemblage puis augmente progressivement jusqu'à la sortie du deuxième. En considérant la possibilité de glissement du fil sur les guides-fil moteurs, nous avons écrit la condition d'indépendance des brins et la relation liant le coefficient de frottement minimal sur les guides-fil à la pré-tension T_0. Nous avons alors étudié le cas d'un brin de fil confronté à un frottement beaucoup plus fort (rencontre d'une inclusion par exemple) et son effet sur les tensions des brins amont et aval. Un schéma présente les tensions des dix brins ainsi perturbés.

Une synthèse des connaissances acquises par ces approches de simulation expérimentale et théorique macroscopiques résume enfin les données du système, les principales explications et les valeurs que nous pouvons maintenant prédire.

CHAPITRE 5 : SIMULATION NUMERIQUE MICROSCOPIQUE DE L'ABRASION

La complexité du procédé de sciage à fil rend son approche théorique particulièrement vaste, notamment par le fait que l'on peut l'aborder à au moins deux échelles. On peut en effet se placer à l'échelle **macroscopique** du fil tendu entraînant le *slurry* et découpant un bloc comme cela a été fait notamment avec le modèle mécanique au chapitre précédent, ou à l'échelle **microscopique** d'un grain d'abrasif qui attaque la surface du silicium. C'est cette approche que nous traitons dans ce chapitre, sur un plan théorique, en rappelant tout d'abord les modes d'interaction existant entre un grain d'abrasif et la surface de silicium, puis en exposant les principales caractéristiques de l'outil numérique que nous avons utilisé. Nous mettons en évidence la manière dont s'effectue l'enlèvement de matière, l'influence du frottement, les contraintes et les constantes de vitesse d'usure résultant de ces interactions.

5.1. Contexte, méthode et outil utilisés

5.1.1. Présentation théorique de l'enlèvement de matière modélisé

Nous avons vu au premier chapitre de quelle manière se fait l'enlèvement de silicium par les grains de carbure de silicium. Nous avons notamment vu que deux mécanismes sont présents : le mécanisme de **roulement-indentation** des grains d'abrasif les plus grands dont nous estimons la part à 10 % environ et l'enlèvement de matière par **micro-rayures** et formation de copeaux qui est dominant. En effet, seuls les grains les plus grands sont susceptibles d'être en contact avec les surfaces de fil et de silicium simultanément. Les grains les plus nombreux ont une taille de l'ordre de la moitié de l'épaisseur du film de *slurry* contenu entre le fil et le silicium (cf § 1.5.). Subramanian et al. confirment cette interprétation dans leur étude de l'interaction grain d'abrasif / surface lors de la rectification de céramiques [SUBRAMANIAN-1997].

Cette approche permet d'expliquer le frottement relativement fort mesuré entre fil et silicium (de l'ordre de 0,38) puisqu'une partie des grains transmet la force directement du fil au silicium. En revanche, cette partie de grains est minoritaire, et ne génèrerait pas à elle seule le très bon état de surface des plaques. Les grains les plus nombreux, de taille inférieure à

l'épaisseur du trait de scie, attaquent, eux, la surface de silicium avec des forces bien plus faibles, puisqu'elles ne sont pas transmises **directement** du fil à la surface de silicium.

Un calcul approximatif détaillé en annexe 4 montre que les particules abrasives ne sont espacées que de quelques microns dans le *slurry*, ce qui explique leur entraînement et la transmission des forces essentiellement par **contacts** entre elles. Le mécanisme n'est donc pas le même, il n'y a pas a priori de roulement, mais simplement indentations et rayures. Ces grains forment de petits copeaux [SCOTT-1992], par un mécanisme de micro-usinage ductile très exploité pour le polissage de semi-conducteurs [BIFANO-1991], [SREEJITH-2001]. Ce mécanisme est en effet responsable du très bon état de surface (Ra < 1 µm) et de la très faible profondeur de zone endommagée (< 2,5 µm) comme nous l'avons montré au chapitre 2, il est prépondérant. Les travaux de Moore et King résument parfaitement ces mécanismes [MOORE-1980].

La figure 5-1 est une observation au microscope électronique à balayage de la surface d'une plaque découpée avec un grossissement de 5000. Elle montre les micro-rayures générées par les grains d'abrasifs les plus nombreux.

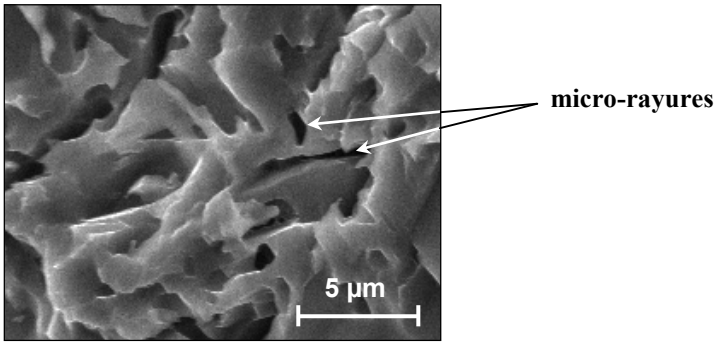


figure 5-1 : micro-rayures

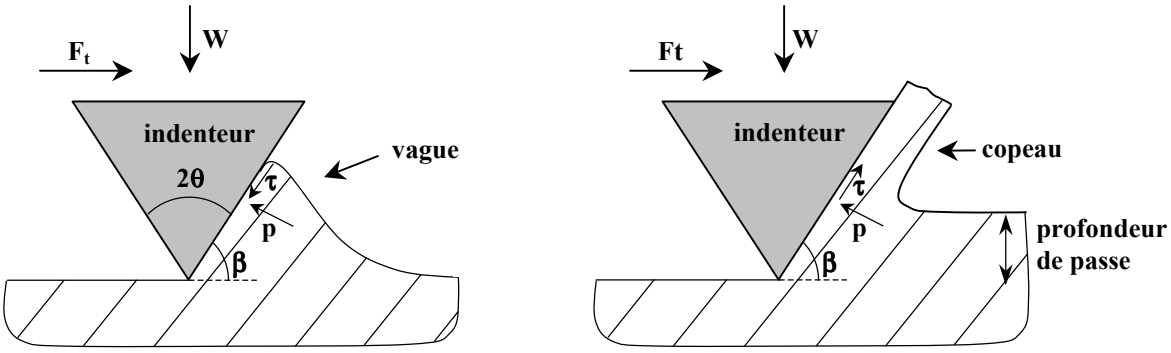
Ces micro-rayures sont formées de manière ductile, avec écoulement plastique du silicium et s'accompagnent de la formation d'un copeau. En première approximation, ces phénomènes sont analogues à ceux engendrés lors d'un **essai de rayure** du matériau par un indenteur rigide glissant à la surface du matériau sous une force normale donnée. L'intérêt de la simulation numérique est alors de déterminer les conditions les plus favorables à la formation de ces copeaux afin d'augmenter la vitesse d'usure du silicium en simulant des essais de rayure par le calcul.

Nous allons donc, grâce à un code de calcul par éléments finis (Forge2®), simuler l'interaction entre un grain d'abrasif et la surface de silicium. Pour une description complète de l'essai de rayure, on se réfèrera à l'étude et à la bibliographie de Bucaille et al. [BUCAILLE-2001]. Nous mettons ainsi en évidence les principaux modes d'interaction possibles entre un indenteur et la matière lors d'un essai de rayure en fonction de l'angle de l'indenteur (donc de l'angle d'attaque du grain d'abrasif) décrits notamment par Challen et Oxley [CHALLEN-1979]. Nous calculons pour chaque cas le frottement apparent (rapport de la force tangentielle sur la force normale), puis nous étudions l'influence du frottement local (frottement indenteur/silicium) sur le comportement du silicium. Nous en déduisons enfin des conséquences pratiques.

5.1.2. Différents régimes de frottement et d'usure

Lors d'un essai de rayure, le sens de la cission τ exercée par la matière sur l'indenteur est en rapport direct avec les deux principaux modes de comportement de la matière comme le montre la figure 5-2. Lorsque cette cission est dirigée vers le haut, la matière se divise en deux flux : une partie passe sous l'indenteur et l'autre est évacuée vers le haut, formant ainsi un copeau. On est alors en mode **usinage**.

En revanche, lorsque la cission est dirigée vers le bas, la totalité du flux de matière s'écoule sous l'indenteur, formant généralement une vague de matière déformée plastiquement en avant de l'indenteur, laissant la surface en arrière cisaillée. On est en mode de **labourage ductile**.



Labourage ductile : Ft/W augmente avec τ/p **Usinage : Ft/W diminue quand τ/p augmente**

figure 5-2 : deux principaux types d'écoulement de matière en rayure (β=90-θ)

Sedricks et al. ont réalisé des essais de rayure sur du plomb avec des pyramides triangulaires présentant différents angles d'attaque β et ont mesuré les forces tangentielles et les sections des rayures obtenues [SEDRICKS-1963]. Ils ont ainsi déterminé une valeur du frottement local de l'ordre de 0,65 pour le mécanisme d'usinage et de 0,5 pour le labourage. Ils ont par ailleurs établi des expressions analytiques de l'aire de la section de la rayure en fonction notamment de la force normale, du frottement local et de l'angle d'attaque pour les mécanismes d'usinage et de labourage. Ils ont ainsi pu confronter les résultats expérimentaux et calculés, représentés sur la figure 5-3.

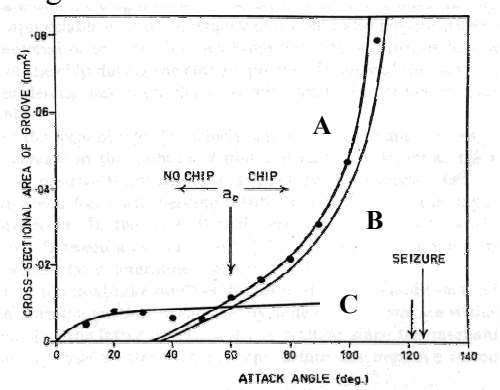
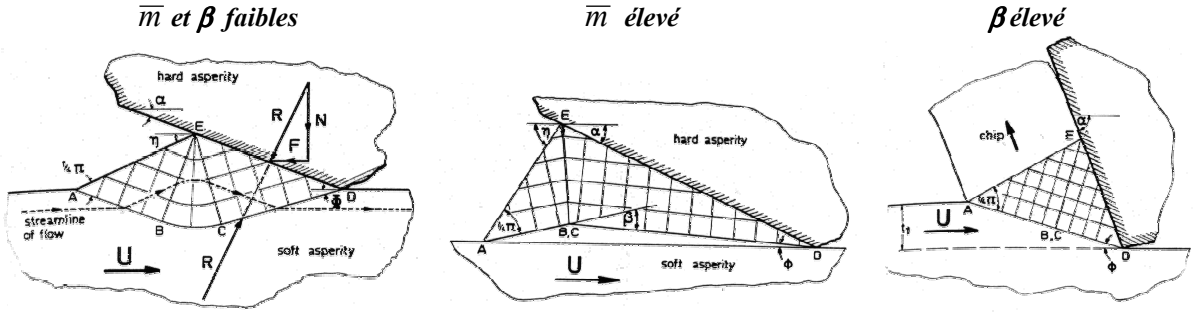


figure 5-3 : variation des aires de sections des rayures formées sur plomb avec l'angle d'attaque β [SEDRICKS-1963]

A et **B** représentent les courbes calculées pour l'usinage avec des valeurs de frottement local de 0,6 et 0,7 respectivement. **C** est la courbe calculée pour le labourage. Les valeurs mesurées expérimentalement sont représentées par les cercles noirs. Cette figure montre un bon accord entre calculs et mesures et semble indiquer que la population des abrasifs serait divisée en deux parties. La partie correspondant à un angle d'attaque β>60° évacuerait la

matière sous forme de copeaux par un mécanisme d'usinage et l'autre (β<60°) formerait des vagues plastiques (labourage).

Les régimes de frottement et d'usure entre deux aspérités, dont l'une est un dièdre rigide, ont été modélisés par Challen et al. à l'aide de la méthode du champ des lignes de glissement [CHALLEN-1979]. Cette méthode permet de déterminer le champ de contraintes d'un problème en déformation plane pour un corps rigide parfaitement plastique. En effet, l'expression en un point de la matière des contraintes principales, de la pression hydrostatique et de la cission maximale permet de déterminer les directions principales et ainsi les directions où la cission est maximale. Les lignes de glissement sont les lignes où la cission est maximale. Les auteurs ont utilisé cette méthode pour modéliser les régimes de frottement et d'usure entre deux aspérités. La figure 5-4 présente ainsi les trois principaux régimes.



5-4a : labourage **5-4b : bourrelet adhésif** **5-4c : usinage**

figure 5-4 : interactions entre aspérités modélisées par la méthode du champ des lignes de glissement [CHALLEN-1979]

Ces trois modélisations reprennent le principe de la figure 5-4 : une cission dirigée vers le bas correspond à la formation d'une vague plastique (labourage, figure 5-4a), la cission dirigée vers le haut correspond à l'évacuation de la matière vers le haut dans un copeau (usinage, figure 5-4c). Lorsque la cission est élevée, la vague se bloque et la matière s'accumule devant l'indenteur sous la forme d'un bourrelet dont la base se cisaille, jusqu'à se détacher de la surface. C'est le seul régime non-permanent (bourrelet adhésif, figure 5-4b).

Une limite de ce modèle est qu'il ne tient pas compte de la formation des bourrelets latéraux de part et d'autre de la rayure, ce qu'a réalisé Torrance grâce à un modèle en trois dimensions de la rayure de métaux avec une pyramide Vickers [TORRANCE-1988].

Une modélisation plus complète a été proposée par Gilormini et al., elle prend en compte le bourrelet frontal [GILORMINI-1983]. Les auteurs ont modélisé le labourage d'une surface rigide plastique à l'aide d'un champ de vitesse calculé en minimisant la puissance dissipée. Ils ont ainsi trouvé un bon accord avec les résultats donnés par une simulation expérimentale réalisée sur un matériau modèle (la plasticine). Le volume de matière déplacée est réparti en un bourrelet frontal, deux bourrelets latéraux et deux copeaux. Le champ de vitesse dépend de paramètres déterminés en minimisant la puissance totale dissipée par la déformation plastique et le frottement (modélisé par l'expression de Tresca, § 5.1.3.b). En prenant la profondeur de pénétration comme unité de longueur, le problème dépend alors de six paramètres indépendants qui sont calculés numériquement. Un court calcul donne enfin les forces tangentielle et normale appliquées à l'indenteur. Pour le cas d'un contact lubrifié dans différentes conditions, une expression simplifiée à deux paramètres indépendants est donnée, elle ne modélise que les bourrelets latéraux (pas de bourrelet frontal ni de copeau), et donne des valeurs du rapport des forces et de la hauteur des bourrelets satisfaisantes, en accord avec des essais de rayure réalisés par Kudo et al. sur un acier bas carbone [KUDO-1975].

Des essais de rayure expérimentaux ont également été réalisés par Kailas et al. pour comparer le comportement de 4 métaux différents, avec des angles d'attaque et des vitesses de rayage différents [KAILAS-1993]. Ils ont ainsi mis en évidence les différents modes d'écoulement de la matière présentés ci-dessus.

Chacun de ces trois modes pourra être rencontré en fonction de l'angle d'attaque de l'indenteur et du frottement à l'interface. Le but de l'approche présentée dans ce chapitre est de déterminer dans quelles conditions ces différents modes apparaîtront lors de la rayure de surfaces de silicium et en particulier dans quels cas un copeau se formera. On prendra en compte en particulier la **forte élasticité du silicium**. Il faut noter que pour un corps rigide parfaitement plastique (RPP), un problème n'a pas forcément une solution unique. L'existence de surfaces libres est de plus un facteur qui aggrave encore les risques de solutions multiples. La simulation numérique de ces phénomènes semble très peu développée, si l'on excepte l'approche **tridimensionnelle** récente de Bucaille grâce au logiciel Forge3® [BUCAILLE-2001] et l'approche **bidimensionnelle** de Steinmetz par Forge2® [STEINMETZ-2002].

5.1.3. L'approche développée

5.1.3.a la méthode des éléments finis

Apparue dans les années soixante-dix, la simulation numérique des procédés de mise en forme est devenue indispensable dans de nombreux secteurs (automobile, aéronautique, etc) pour prédire la déformation de la pièce au cours du procédé. Elle permet ainsi un gain significatif de rapidité et de coût dans la conception de l'opération par rapport à une approche empirique. Elle utilise la méthode des éléments finis pour résoudre un problème thermo-mécanique (qui est **continu**) sous forme **discrète**, c'est une simplification. La structure étudiée est découpée en un certain nombre d'éléments de forme géométrique simple : triangles, quadrilatères, tétraèdres… auxquels on affecte un certain nombre de **nœuds**. L'ensemble de ces éléments constitue le **maillage** de la pièce. La modélisation par éléments finis des procédés de mise en forme pour une écriture élasto-plastique du comportement (celle que nous utilisons) est présentée par Chenot [CHENOT-1990]. Le code de calcul donne alors une approximation locale de la solution sur chacun de ces nœuds [DHATT-1984], [CRAVEUR-1996]. La limitation due à la forme s'applique maintenant à l'élément et non plus à la structure entière : aussi complexe soit-elle, une structure peut toujours être subdivisée en éléments de forme simple. On impose la continuité du champ de déplacement aux nœuds de la structure ; sur les frontières de tous les éléments on impose les conditions adéquates : continuité du déplacement normal, loi de frottement pour un contact solide / solide ; vecteur contrainte nul sur les surfaces libres.

5.1.3.b Le code de calcul Forge2®

Le logiciel Forge2® est utilisé pour simuler le forgeage (à froid ou à chaud) de formes géométriques bi-dimensionnelles (produits longs étudiés par tranche, produits axisymétriques). Ce code utilise des lois visco-plastiques pour le forgeage à chaud et des lois élasto-plastiques pour le forgeage à froid. Les champs de vitesse, températures et contraintes

peuvent ainsi être calculés. Les travaux de Boyer contiennent toutes les formulations de ces approches et des calculs [BOYER-2001].

Afin de reproduire les phénomènes de manière réaliste, le logiciel doit prendre en compte deux aspects importants :

- la modélisation du **comportement du matériau**, c'est à dire sa rhéologie : il est déformé sous les sollicitations qui lui sont imposées et son comportement dépend d'un certain nombre de facteurs physiques.
- la modélisation du **frottement** qui influence l'écoulement du matériau, il conditionne souvent la possibilité d'obtenir ou non la forme finale du produit. Nous verrons dans notre étude que le frottement peut modifier le mode d'écoulement de la matière induit par l'indenteur.

- ***La rhéologie du matériau***

Nous utilisons une formulation **élasto-plastique** pour modéliser le comportement du silicium. Ce matériau a en effet un comportement élastique à la température ambiante à laquelle nous faisons nos simulations et peut avoir un comportement plastique comme nous l'avons vu au premier chapitre lorsqu'on le déforme dans un volume suffisamment petit, ce qui est le cas ici.

L'élasticité du matériau linéaire et isotrope utilisée dans Forge2® est définie par la loi de **Hooke** liant contraintes et déformations par l'intermédiaire du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν. Le critère de plasticité est celui de **von Mises**, il est défini par une surface de charge et fait intervenir pour un matériau isotrope le tenseur des contraintes σ et la contrainte d'écoulement σ_0. Le critère de plasticité délimite le domaine d'élasticité à l'intérieur duquel toute variation de contrainte n'entraîne que des variations de déformations élastiques. En utilisant la définition de la contrainte équivalente $\overline{\sigma}$, l'écoulement est plastique si $\overline{\sigma} = \sigma_0$. Cet écoulement plastique se fait selon la loi associée : la vitesse de déformation plastique est normale à la surface de charge.

- ***La modélisation du frottement***

La loi de frottement permet de déterminer la composante tangentielle du vecteur contrainte (cission) à l'interface métal-outil en fonction des principales variables thermo-mécaniques : pressions de contact, vitesse de glissement, température, etc [FELDER-1989]. Les modèles de frottement de Forge2® sont les lois classiques de Coulomb, Tresca et Norton. Nous présentons ici rapidement les lois de Coulomb et Tresca, car la loi de Norton est analogue à une loi de comportement visco-plastique, elle tient compte de la vitesse de glissement. Ce sont des lois à seuil : le glissement ne peut se produire que si la cission atteint une valeur critique τ. A l'interface métal-outil, en cas de glissement, la cission τ est opposée à la vitesse de glissement V_g : $\tau = -\tau \frac{V_g}{\|V_g\|}$. Pour satisfaire au critère de plasticité, la cission de

frottement est limitée : $\tau \leq k$. k est la cission maximale du corps le plus mou en contact. Pour un critère de von Mises, on a $k = \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$, σ_0 étant la contrainte d'écoulement.

- **Le modèle de Coulomb**

Il relie les composantes normale (p) et tangentielle (τ) du vecteur contrainte :

$$\boxed{\tau = \min(\mu p ; k)} \qquad \textbf{équation 5-1}$$

μ est le coefficient de frottement. Le frottement de Coulomb correspond à une interaction sous forme de micro-contacts représentant l'aire réelle de contact, inférieure à l'aire apparente de contact. C'est l'interprétation qu'a fournie Tabor et qui est devenue classique [TABOR-1950]. Augmenter la force normale a donc pour effet d'augmenter cette aire réelle de contact et lorsque les deux aires deviennent proches, cette loi n'est plus valide.

- **Le modèle de couche limite ou loi de Tresca**

La cission a dans ce cas un module constant :

$$\boxed{\tau = \overline{m} k} \qquad \textbf{équation 5-2}$$

$\overline{m}$ est le coefficient de frottement et varie dans l'intervalle [0 ;1]. Le critère de plasticité est donc toujours satisfait. Le cas $\overline{m} = 1$ correspond au frottement maximal, souvent appelé frottement collant, abusivement car on peut avoir frottement maximal et glissement. Dans ce modèle, aires réelle et apparente de contact sont égales, l'interface est considérée comme une couche mince moins dure que les deux antagonistes. τ est alors la cission nécessaire pour cisailler plastiquement cette couche intermédiaire.

- ***Le déroulement d'un calcul Forge2®***

Un pré-processeur intégré au logiciel permet de créer la géométrie de la pièce, des outils et d'entrer les conditions aux limites (axes de symétrie, etc). Il permet également la discrétisation de la pièce (maillage), qui est réalisée avec des éléments triangulaires quadratiques à six nœuds comme nous pouvons le voir sur la figure 5-5. On choisit alors un modèle rhéologique, les conditions thermiques, un modèle tribologique et le pilotage de l'outillage.

Le calcul proprement dit peut alors débuter, son déroulement est exposé au paragraphe suivant. Lorsque des éléments du maillage sont trop déformés, une procédure de remaillage automatique se met en place pour rétablir des éléments triangulaires non dégénérés. On arrête le calcul lorsque le régime permanent est atteint (cf §5.2.2.).

Un post-processeur nous permet ensuite de visualiser les résultats du calcul en représentant les outils, la pièce déformée et les isovaleurs (contraintes, déplacements, etc) représentées en couleur, chaque couleur correspondant à une fourchette de valeurs numériques données.

5.2. La démarche de nos simulations

5.2.1. Le principe

Les simulations que nous avons réalisées consistent donc à déterminer l'effet d'un grain d'abrasif qui est appliqué avec un certaine force normale et déplacé sur la surface de silicium. Le grain est symbolisé par un dièdre indéformable dont nous allons faire varier l'angle pour représenter les différents grains d'abrasif. Le massif de silicium est de taille suffisamment importante pour que les résultats des calculs ne soient pas faussés par les effets de bords. Les deux surfaces verticales et la surface supérieure sont libres, seule la surface inférieure est bloquée sur l'outil inférieur de la même manière que le bloc de silicium est collé sur le support en verre dans le sciage à fil.

La force verticale d'indentation *W* est appliquée par le bloc qui remonte sur l'indenteur jusqu'à atteindre la valeur choisie, l'indenteur se déplace ensuite à force normale fixe horizontalement à vitesse constante après avoir pénétré la matière pour créer la rayure. La figure 5-5 présente le bloc de silicium maillé et l'indenteur.

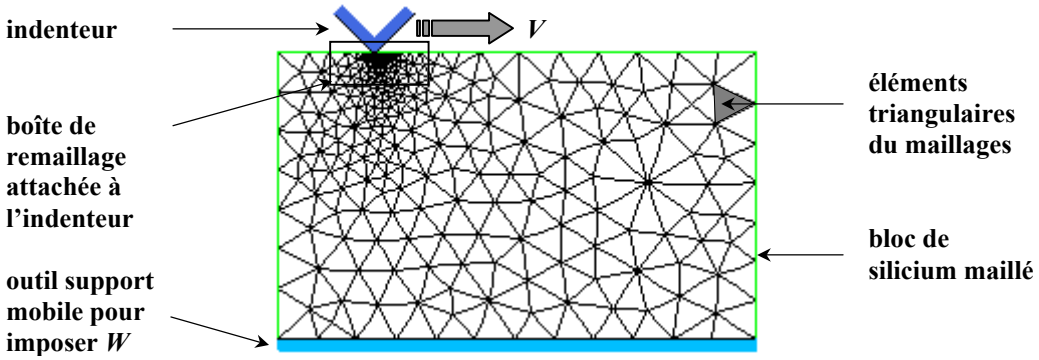


figure 5-5 : indenteur, outil inférieur et bloc de silicium maillé

Nous pouvons voir sur la figure 5-5 que le maillage est plus fin sous l'indenteur pour une meilleure précision des résultats. La zone maillée plus finement (appelée boîte) est reliée à l'indenteur et se déplace donc avec lui. Lorsque le maillage se déforme trop et que le logiciel procède à un **remaillage automatique** de la pièce, il déplace alors la boîte de remaillage pour la repositionner sous l'indenteur et remaille le bloc. Ceci permet d'obtenir à chaque incrément un calcul de bonne précision, tout en concentrant la puissance de calcul sur la zone où les valeurs évoluent le plus, c'est à dire sous l'indenteur.

5.2.2. Les paramètres et conditions des calculs

Nous avons précédemment montré que le silicium se comporte de manière ductile à de faibles profondeurs de pénétration (ou d'indentation) et nos mesures thermiques ont mis en évidence un faible échauffement macroscopique du silicium, nous avons donc réalisé des calculs élasto-plastiques à température ambiante. Les paramètres rhéologiques considérés pour ce matériau ont les valeurs suivantes, mesurées sur le Polix par un laboratoire de Dresde, sauf la contrainte d'écoulement estimée à partir de sa dureté (la théorie de Johnson, résumée dans les travaux de Laval, montre en effet que pour les matériaux élasto-plastiques, la contrainte d'écoulement est de l'ordre du triple de la dureté [LAVAL-1995]) :

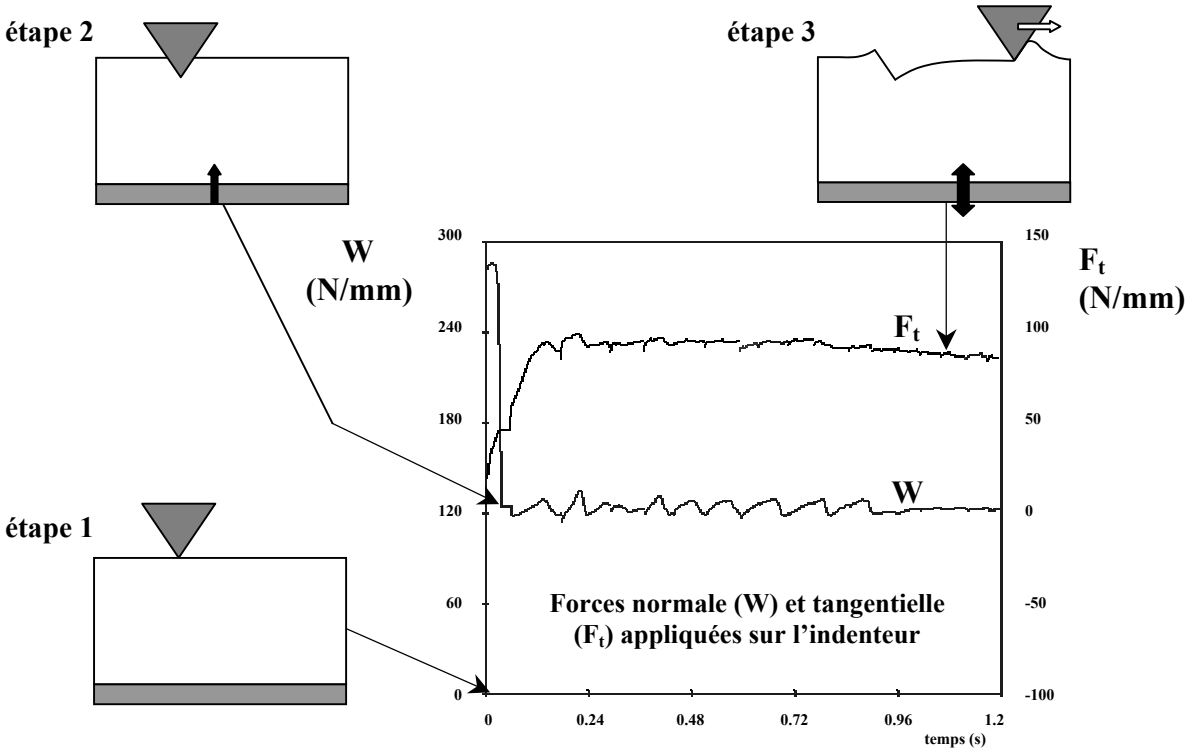
- le module d'Young : E = 127 GPa,

- le coefficient de Poisson : $\nu = 0{,}239$
- la contrainte d'écoulement (ou limite élastique) : $\sigma_0 = 4{,}4$ GPa.

L'outil, lui, ne possède pas de paramètres rhéologiques, il est considéré comme indéformable comme peut vraisemblablement l'être un grain de carbure de silicium au contact du silicium, compte tenu de la différence de dureté entre les deux antagonistes (il est 2,5 fois plus dur). Nous considérons par ailleurs que la vitesse de rayage n'a pas d'influence sur le comportement du silicium à la rayure puisque sa visco-élasticité n'est pas prise en compte (comme le suggère le comportement du silicium) ; elle sera généralement de 0,04 mm/s.

La figure 5-6 présente les différentes étapes du calcul : la première est la configuration de départ, puis dans un premier temps du calcul, l'outil inférieur (support) fait remonter le bloc pour appliquer la force normale sur l'indenteur provoquant ainsi l'indentation (étape 2). En réalité, le logiciel applique le plus souvent dans les premiers incréments du calcul à l'indenteur une valeur trop forte de la force normale.

Ce n'est qu'ensuite que l'indenteur se déplace vers la droite à vitesse constante, l'outil inférieur redescend alors légèrement pour continuer à ajuster la force normale à la valeur choisie (étape 3) et ce, tout au long du calcul. Durant cette phase, la consigne de la force normale est, à des fluctuations près, bien respectée. C'est le mode d'écoulement de la matière qui génèrera ou non une profondeur de passe (différence d'altitude entre la pointe de l'indenteur et la surface initiale du bloc de silicium).



1 : point de départ
2 : indentation (remontée du bloc sur l'indenteur)
3 : ajustement de la pénétration en fonction de la force normale imposée

figure 5-6 : Principales étapes de l'essai de rayure :

Lorsque le régime permanent est atteint, ce qui correspond à la stabilisation de F_t et à l'annulation de la vitesse verticale du bloc, nous pouvons observer le mode d'écoulement du silicium et nous relevons la force tangentielle appliquée sur l'outil et la profondeur de

pénétration (appelée profondeur de passe en usinage). Connaissant ainsi la force tangentielle appliquée sur l'indenteur et la force normale d'indentation, nous en déduisons le **frottement apparent** $\mu_0 = F_t / W$ **(équation 5-3)** [BUCAILLE-2001]. Ce frottement apparent résulte de la somme d'une force adhésive induite par le frottement local (entre indenteur et matière) et de la force induite par la déformation plastique du matériau. L'influence du frottement local sur le frottement apparent et sur le mode d'écoulement du silicium sera traité au paragraphe 5.3.

En observant les grains d'abrasif, nous avons noté que l'angle entre leurs arêtes est souvent d'environ **90°** et que certains sont un peu plus ouverts ou plus fermés. Afin de rendre compte au mieux de la réalité des interactions, nous avons donc choisi les angles d'indenteurs suivants pour nos calculs :

60° 90° 105° 120° 135° 150°

Pour des raisons numériques, la pointe des indenteurs est légèrement arrondie pour éviter que cette pointe ne s'enfonce trop profondément entre deux nœuds du maillage à l'intérieur d'une maille, ce qui provoquerait la pénétration de la matière dans l'outil et une dégénérescence des calculs. Dans la mesure où un indenteur arrondi a tendance à favoriser le labourage, nous avons vérifié que cet arrondi ne faussait les résultats que dans de faibles proportions. Nous avons pour cela comparé l'ordre de grandeur de la hauteur de contact indenteur / silicium obtenue pour chaque angle à frottement nul en régime permanent à la perte de hauteur résultant de l'arrondi de la pointe. La figure 5-7 présente les grandeurs comparées et le tableau 5-1 les valeurs.

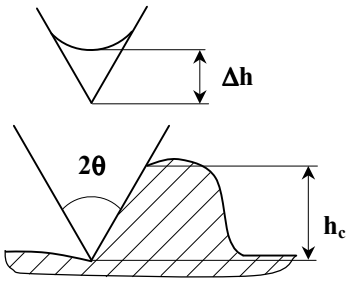


figure 5-7 : arrondi et hauteur de contact

angle de l'indenteur 2θ (°)	arrondi Δh (µm)	hauteur moyenne de contact hc (µm)	écart en pourcentage
60	5	31	16 %
90	2	22	9 %
105	1,3	15	9 %
120	0,8	10	8 %
135	0,4	5	8 %
150	0,2	2,5	8 %

tableau 5-1 : rapport arrondi / hauteur de contact

Le cas le plus défavorable (2θ = 60°) ne provoque qu'un écart de 16 %, les autres sont de 8 à 9 %, l'influence de l'arrondi sera donc négligée et les résultats seront considérés comme identiques au cas idéal d'un dièdre sans défaut de pointe.

Le niveau de déformation au cours de l'essai de rayure du matériau est imposé par la géométrie de l'indenteur (cône, pyramide, sphère) : plus l'indenteur est aigu, plus le niveau de déformation imposé est important. Dans le cas d'une pyramide, il est indépendant de la pénétration, donc de la force normale appliquée sur l'indenteur. Une variation de W ne produit qu'une **homothétie de l'écoulement de matière**.

En revanche, dans le cas de rayures réalisées avec un indenteur sphérique, Hokkirigawa et al. ont montré que le mécanisme passe du labourage à la formation de copeau au fur et à mesure que la pénétration augmente. En effet, augmenter la profondeur de pénétration d'une sphère revient à augmenter le niveau de déformation, puisque tout se passe comme si l'angle d'attaque augmentait [HOKKIRIGAWA-1988]. Notons que si pour un cône ou une pyramide, le niveau de déformation est indépendant de la pénétration, il n'est pas le même en indentation et en rayure. Felder estime qu'il est cinq fois plus important en rayure qu'en indentation pour des métaux [FELDER-1989].

Nous avons dans cette partie réalisé une série de calculs avec un frottement local (entre indenteur et matériau) nul : la matière est libre de glisser sans frottement sur la paroi de l'indenteur. Nous verrons l'influence du frottement local au paragraphe 5.3.

5.2.3. L'influence de la géométrie sur le mode d'écoulement ($\overline{m} = 0$)

Pour étudier les conditions dans lesquelles peuvent apparaître les différents modes, nous considérons dans cette partie le cas idéal d'un frottement indenteur-silicium nul. La figure 5-8 présente le résultat d'un essai de rayure avec un indenteur de 60° (*β=60°*). L'isovaleur représentée est le champ de vitesse relative, par rapport à l'indenteur. La couleur rouge correspond à la valeur maximale de cette vitesse relative qui est égale à la vitesse de rayage.

Les valeurs de cette vitesse sont ici sans importance. En revanche, les lignes tracées, qui représentent la direction du champ de vitesse nous renseignent sur l'écoulement de la matière : nous voyons sur cette figure qu'au contact matière-indenteur, la vitesse est dirigée vers le haut, le silicium remonte donc en avant de l'indenteur pour former un copeau, suivant le même schéma que la deuxième partie de la figure 5-2, on est en mode usinage.

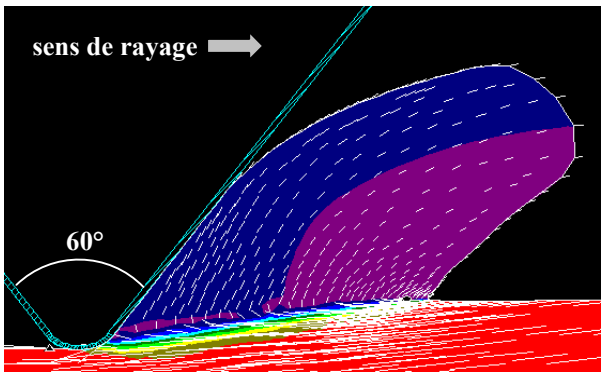


figure 5-8 : rayure réalisée avec un indenteur de 60° (β=60°)

De la même manière, la figure 5-9 montre les résultats de rayures obtenus avec des indenteurs de 90° (*β=45°*) et 105° (*β=37,5°*).

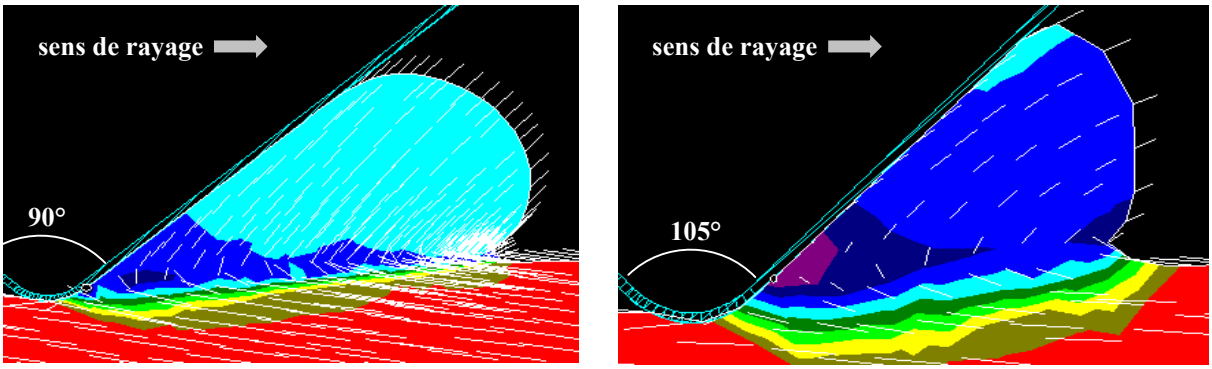


figure 5-9 : copeaux formés avec des indenteurs de 90° et 105° (β=45° et 37,5°)

On voit encore nettement sur ces deux figures l'écoulement de la matière vers le haut pour former un copeau. En revanche, la figure 5-10 montre l'essai de rayure réalisé avec un indenteur de 120° (*β=30°*). La partie gauche de cette figure est une image à l'incrément 360, alors que la partie droite est à l'incrément 410, c'est à dire que l'indenteur a parcouru une distance plus longue sur le silicium.

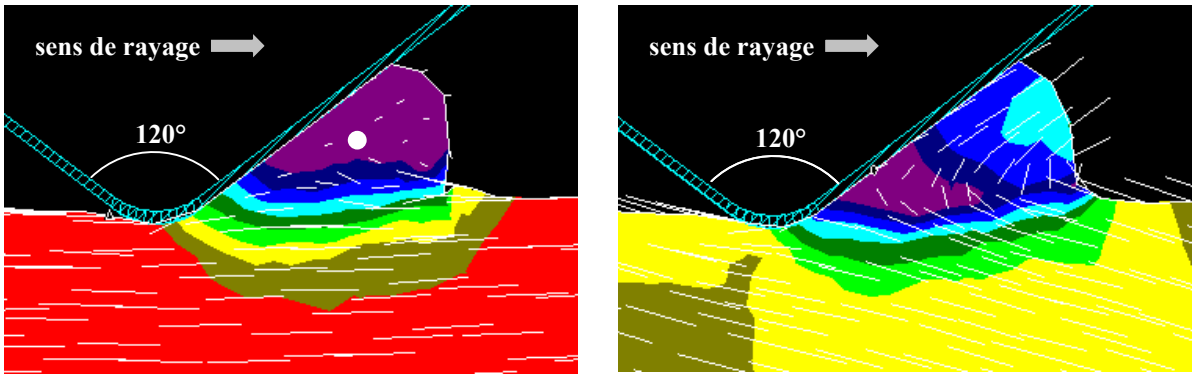


figure 5-10 : essai de rayure avec un indenteur de 120° (β=30°), incréments 360 et 410

Le point blanc sur la figure de gauche représente le point où la vitesse relative de la matière et de l'outil est la plus faible (deux ordres de grandeurs plus faible que la vitesse de l'indenteur). On observe sur cette figure que le flux de matière remonte vers l'indenteur perpendiculairement à sa surface puis se divise en deux : une partie commence à former un copeau et l'autre replonge sous l'indenteur. Sur la partie droite, on observe un mode usinage non permanent et on note un retour élastique important à l'arrière de l'indenteur.

Cet angle d'indenteur qui semble provoquer un écoulement non stable (incertitudes numériques ?) marque apparemment la transition entre le régime d'usinage et celui de labourage ductile comme le montre la figure 5-11 pour l'indenteur de 135° ($\beta=22,5°$).

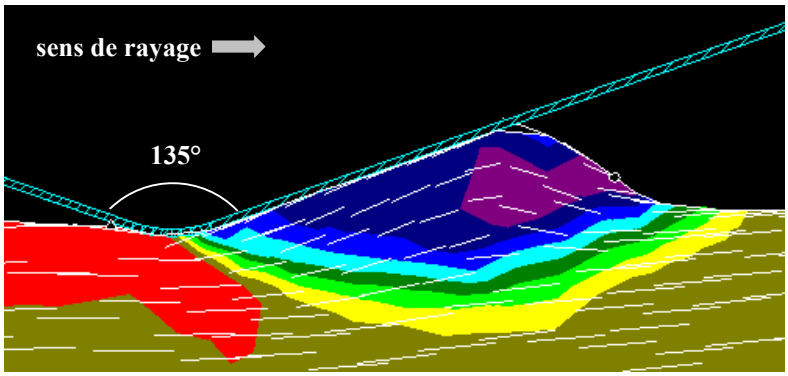


figure 5-11 : rayure créée par un indenteur de 135° (β=22,5°)

Comme l'explique la première partie de la figure 5-2, nous voyons ici que le flux de matière remonte vers l'indenteur, puis replonge vers le bas : la totalité du flux passe sous l'indenteur pour se retrouver à l'arrière, simplement **cisaillée**.

Notons que le bourrelet formé devant l'indenteur est bien une zone déformée plastiquement, c'est bien une vague plastique, comme le montre également la figure 5-12, où l'on voit bien la vague créée par l'indenteur de 150°.

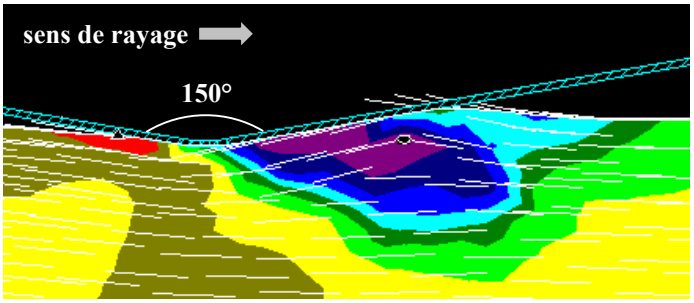


figure 5-12 : rayure créée par un indenteur de 150° (β=15°)

La figure 5-13 présente les déformations de ce cas. On note que la déformation après passage de l'indenteur peut dépasser **1**. La partie droite de cette figure montre l'importance de la prise en compte de l'élasticité : à la fin du calcul, la force appliquée sur l'outil est relâchée,

la matière remonte alors et l'on peut voir la déformation résiduelle du silicium. L'outil est simplement représenté comme point de repère, il est à l'emplacement qu'il occupait à la fin de la rayure.

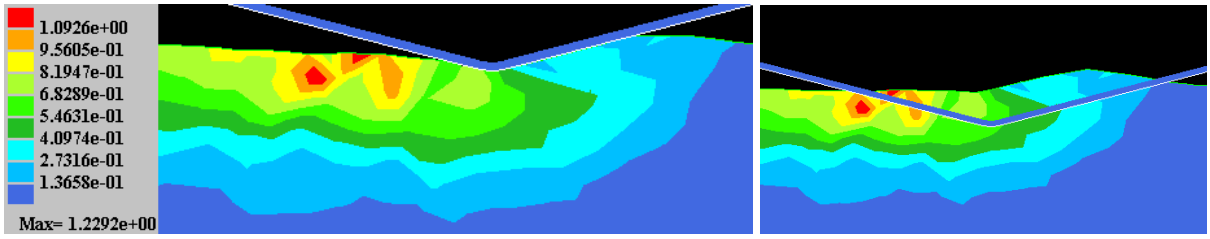
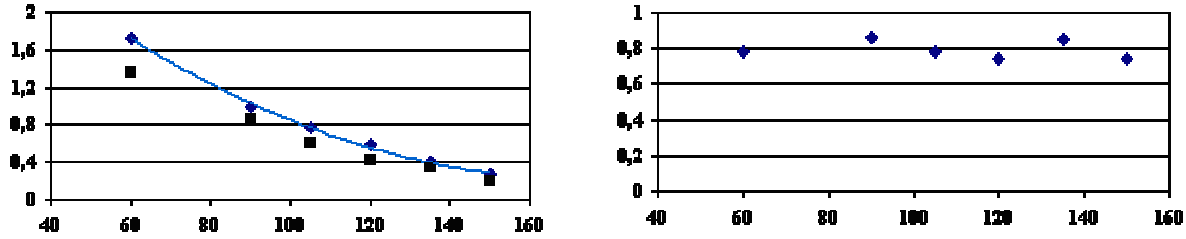


figure 5-13 : déformation générées par la rayure d'un indenteur de 150°

Nous avons également un aperçu ici de la **déformation élastique** imposée par l'indenteur : la matière remonte nettement à l'arrière de celui-ci, l'effet de ce retour élastique sera discuté plus bas.

Nous venons donc de voir qu'avec un angle d'indenteur assez aigu, la rayure provoque la formation d'un **copeau** ; à un angle de 120° (β=30°) se produit une **transition entre usinage et labourage** : il n'y a plus formation de copeau, mais d'une vague de matière déformée plastiquement en avant de l'indenteur.

Nous pouvons maintenant calculer pour chacun de ces cas le **frottement apparent**, c'est à dire le rapport de la force tangentielle sur la force normale appliquée à l'indenteur. Dans le cas d'un contact lubrifié, permettant donc de négliger la composante adhésive de la force de frottement, Williams propose la formule suivante pour une pyramide arête en avant ou un dièdre (notre cas) : $\mu_0 = \tan\beta$, β étant l'angle d'attaque [WILLIAMS-1996]. La figure 5-14a présente l'évolution du frottement apparent pour chacun des angles de dièdre à frottement local nul : valeurs provenant de la formule de Williams en bleu, valeurs calculées par nos simulations en carrés noirs. La figure 5-14b présente le rapport $\mu_0/\tan\beta$.



5-14a : frottement apparent **5-14b : rapport μ_0/tan β**

figure 5-14 : évolution du frottement apparent avec l'angle du dièdre (en °) ($\overline{m} = 0$)

Nous observons un bon accord entre l'évolution avec β des valeurs déduites de l'expression de la force de labourage et celles calculées par nos simulations. Toutefois, le rapport $\mu_0/\tan\beta$ est environ égal à **0,8** pour tous les cas, plus faible que l'unité à cause du **retour élastique en arrière de l'indenteur** qui tend à diminuer la force de frottement.

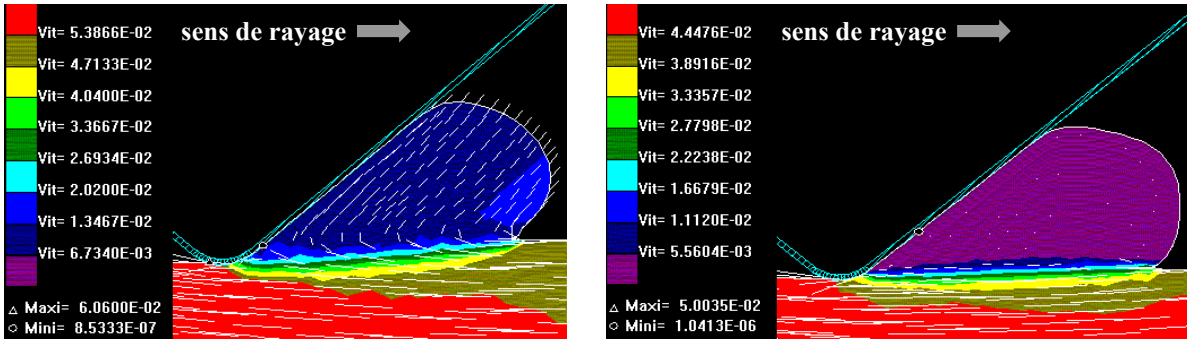
Nous allons maintenant étudier l'effet du frottement local (indenteur-matériau) sur le comportement du silicium à la rayure.

5.3. L'influence du frottement local

Nous nous concentrons dans cette partie sur les indenteurs d'angle 90°, 105°, 120° et 135°. En effet, nous venons de voir que l'indenteur de 60° provoque le même comportement que celui de 90° et de même celui de 150° induit la même vague que celui de 135°. Le frottement local est modélisé par la loi de Tresca. Nous avons effectué 17 simulations correspondant aux frottements de 0 / 0,1 / 0,4 et 0,3 pour l'indenteur de 135°. Les figures ci-dessous ne représentent que les cas marquants. Les différents modes obtenus pour chaque cas sont résumés sur la figure 5-18 en fin de paragraphe.

5.3.1. L'effet du frottement local sur le mode d'écoulement

La figure 5-15 présente le résultat d'un essai de rayure réalisé avec un indenteur de 90° avec un frottement $\overline{m} = 0{,}1$ (5-15a) et de $\overline{m} = 0{,}4$ (5-15b). Nous représentons toujours ici la vitesse relative du silicium par rapport à l'indenteur.

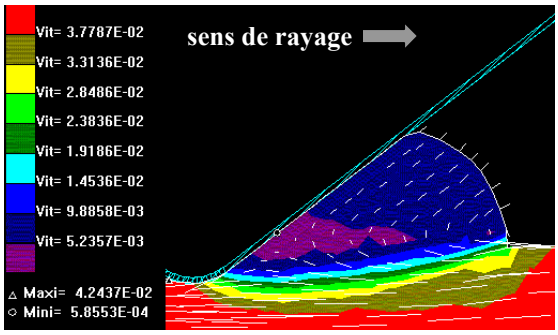


5-15a : $\overline{m} = 0{,}1$ **5-15b :** $\overline{m} = 0{,}4$

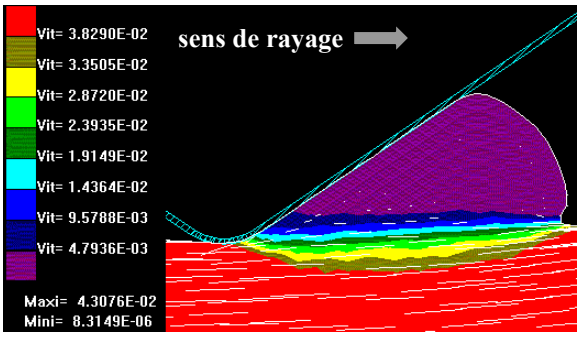
figure 5-15 : évolution du mode d'écoulement avec le frottement local (β=45°)

Nous voyons que l'augmentation du frottement gêne la formation du copeau, qui est encore possible avec un frottement de 0,1 comme le montrent les lignes de directions du champ de vitesse, mais ne l'est plus avec le frottement de 0,2 et donc a fortiori de 0,4. C'est ce frottement de 0,4 qui est représenté sur la figure 5-15b car le phénomène est plus visible. Il se produit en effet sur la figure 5-15b une forte discontinuité de la vitesse relative indenteur-matériau dans le plan de la surface du bloc. Le bourrelet qui s'est formé en avant de l'indenteur a une vitesse nulle par rapport à celui-ci, alors que la matière passe à la vitesse de rayage sous l'indenteur. La profondeur de passe chute de 6,6 µm pour un frottement nul à 2,8 µm à $\overline{m} = 0{,}4$ pour une longueur de rayure de 80 µm. La base de ce bourrelet est **cisaillée**, il finira par se détacher. Le frottement empêche donc la matière de remonter devant l'indenteur et de former un copeau, c'est le mode de **bourrelet adhésif**.

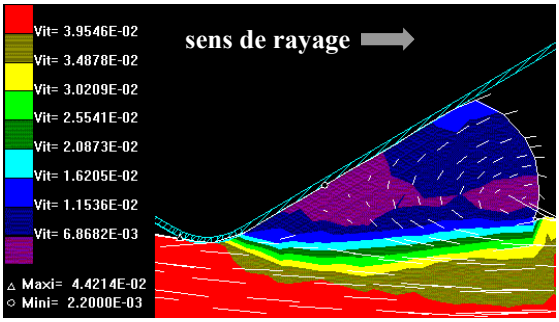
La figure 5-16 compare les écoulements de silicium obtenus avec les indenteurs de 105° et 120° à frottement nul et avec un frottement de 0,1 car la transition entre les deux régimes se situe pour ces deux angles entre les frottements nul et 0,1.



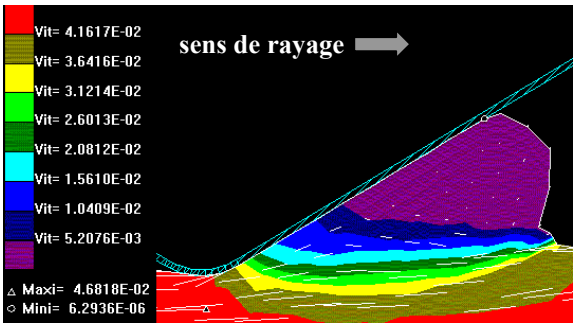
5-16a : indenteur 105°, $\overline{m} = 0$ (β=37,5°)



5-16b : indenteur 105°, $\overline{m} = 0{,}1$ (β=37,5°)



5-16c : indenteur 120°, $\overline{m} = 0$ (β=30°)

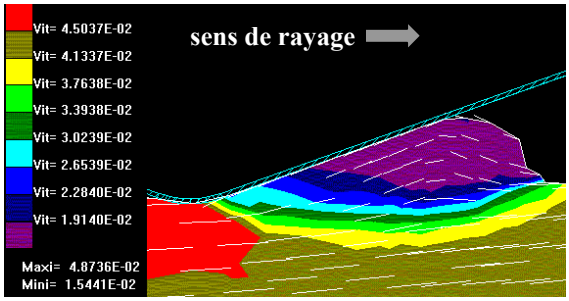


5-16d : indenteur 120°, $\overline{m} = 0{,}1$ (β=30°)

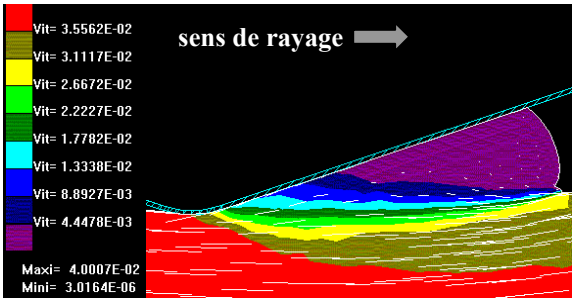
figure 5-16 : évolution du mode d'écoulement avec le frottement local

Pour ces deux angles, qui sont regroupés sur la même figure car ils provoquent le même comportement, un frottement de 0,1 suffit à empêcher la matière de former un copeau et l'on obtient à nouveau un bourrelet adhésif. Le même comportement est obtenu avec les frottements de 0,2 et 0,4. On remarque toutefois que la concentration du cisaillement au bas du bourrelet est d'autant plus forte que $\overline{m}$ est élevé ; pour $\overline{m}$ faible, on observe une légère circulation de matière à la base du bourrelet.

Ces trois angles d'indenteur provoquaient sans frottement la formation d'un copeau. La figure 5-17 présente le cas de l'indenteur de 135° qui engendrait, lui, une vague plastique à frottement nul.



5-17a : indenteur 135°, $\overline{m} = 0{,}2$



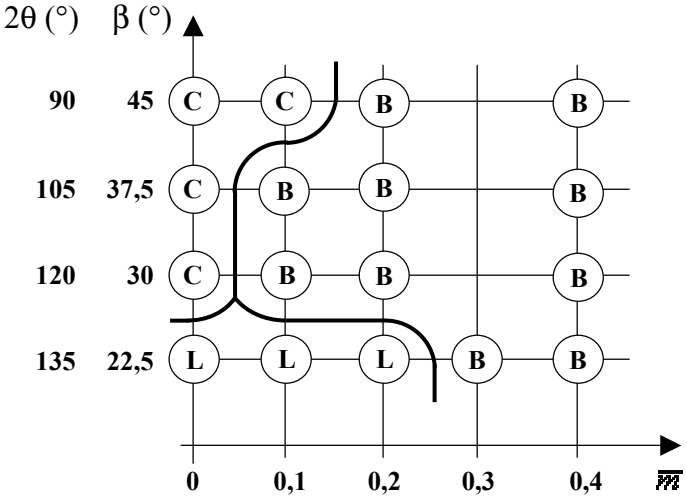
5-17b : indenteur 135°, $\overline{m} = 0{,}4$

figure 5-17 : évolution du mode d'écoulement avec le frottement local, indenteur de 135°

Nous voyons sur cette figure qu'avec un frottement de 0,2, la formation de la vague plastique est encore possible (à 0,1 également), la matière peut encore glisser sous l'indenteur. En revanche, le frottement de 0,4 bloque cette matière et provoque la formation d'un bourrelet adhésif.

Lorsque l'on impose un frottement, on introduit donc une difficulté pour le silicium à passer sous l'indenteur ou à remonter pour former un copeau. La figure 5-18 résume les

différents régimes obtenus en fonction du frottement local, la ligne noire délimitant chaque domaine.



C : copeau, L : labourage, B : bourrelet adhésif
figure 5-18 : évolution du mode d'écoulement avec le frottement local

A faible angle d'attaque, nous confirmons donc les résultats d'Oxley et al., à savoir la formation d'une vague à $\overline{m}$ faible, puis d'un bourrelet adhésif à $\overline{m}$ élevé. La transition vague / usinage se produit en revanche entre 22,5° et 30° et non à 45°. Enfin, dans le domaine exploré, le copeau se transforme en bourrelet adhésif à $\overline{m}$ élevé, résultat qui semble original.

5.3.2. L'effet du frottement local sur le frottement apparent

Ces calculs, réalisés avec différents angles et frottements nous permettent maintenant d'observer l'évolution du frottement apparent. Le calcul nous donne en effet accès à l'enregistrement des forces normale et tangentielle. Le rapport F_t/W peut être ainsi facilement calculé, il est reporté sur la figure 5-19.

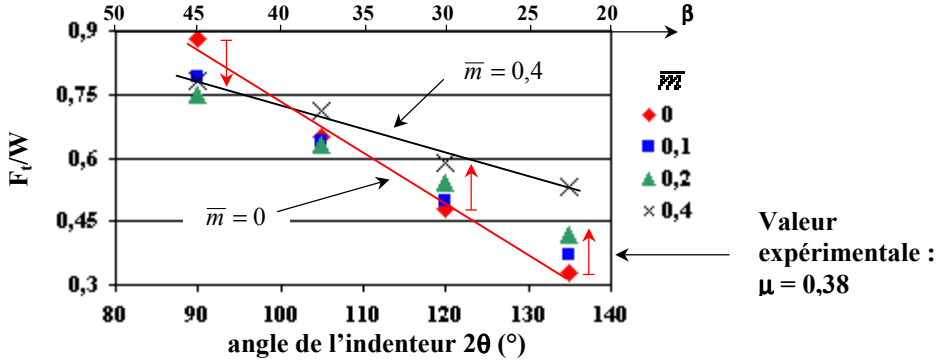


figure 5-19 : évolution du frottement apparent avec l'angle de l'indenteur pour différents frottements

Nous observons qu'à $\overline{m}$ fixé, le frottement augmente quand l'angle de l'indenteur diminue, et ce, pour les quatre cas de frottement. L'augmentation de $\overline{m}$ induit une diminution moins marquée de la force tangentielle avec la diminution de l'angle de l'indenteur. Dans le cas de l'usinage, bien représenté par le dièdre de 90°, l'augmentation du frottement local tend à diminuer le frottement apparent. En revanche, pour le labourage (135°), l'effet est inverse : l'augmentation de $\overline{m}$ augmente la force de frottement de manière significative. Ces conclusions sont conformes aux considérations résumées sur la figure 5-2. A noter que

lorsque le bourrelet adhésif se forme (105°), F_t/W augmente avec $\overline{m}$, car l'augmentation de $\overline{m}$ tend à limiter la remontée de matière dans le bourrelet.

5.4. Conséquences pratiques de ces simulations

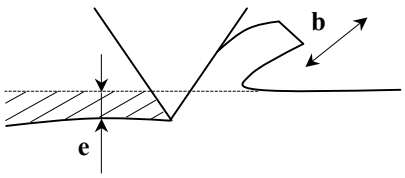
L'intérêt de cette démarche de simulation est de déterminer les conditions les plus favorables à l'enlèvement de matière par les grains d'abrasif d'une part et d'estimer les niveaux de contraintes résiduelles engendrées par les interactions.

5.4.1. Estimation des constantes de vitesse d'usure engendrées par chacun des cas

Nous allons pour chacun des 16 calculs déterminer la constante de vitesse d'usure K_{si} au sens d'Archard que nous utilisons pour prédire l'enlèvement de matière. Nous avons vu que trois cas pouvaient être rencontrés en fonction de l'angle d'attaque β et du frottement local $\overline{m}$. Sur ces trois cas, seuls deux produisent un enlèvement de matière : **l'usinage et le bourrelet adhésif**, avec l'hypothèse que le cisaillement intense entre le bourrelet et le substrat va produire très rapidement la séparation du bourrelet (figures 5-4 b et c). Le labourage ne provoque que la formation d'une vague plastique qui plonge sous l'indenteur laissant la matière en arrière simplement cisaillée, **K_{si} est donc nul**. En réalité, le passage répété d'aspérités va, par fatigue mécanique, provoquer progressivement l'ablation de la couche cisaillée plastiquement.

Dans le cas de l'usinage, l'enlèvement de matière peut être quantifié par le volume du copeau formé. Pour le bourrelet adhésif, c'est le volume du bourrelet créé en avant de l'indenteur après une certaine longueur de rayure qui nous permet de calculer K_{si}. La figure 5-20 présente ces méthodes de calcul.

Usinage

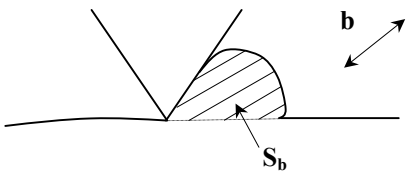


$V = e.b.L$

avec V : volume ôté
e : profondeur de passe
L : longueur de rayure

$$K_{si} = \frac{V}{P.L} = \frac{e.b.L}{P.L} = \frac{e}{P/b} = \frac{e}{W} \quad \text{équ. 5-4}$$

Bourrelet adhésif



$V = S_b.b$

S_b : aire de la coupe transversale du bourrelet
b : largeur du contact
W : force normale (par unité de largeur)

$$K_{si} \leq \frac{V}{P.L} = \frac{S_b.b}{P.L} = \frac{S_b}{P/b.L} = \frac{S_b}{W.L} \quad \text{équ. 5-5}$$

figure 5-20 : méthode de calcul des constantes de vitesse d'usure

Nous voyons que dans le cas de l'usinage, la longueur de rayure n'intervient pas dans le calcul de K_{si}, elle intervient en revanche pour le bourrelet adhésif. Nous choisissons donc une longueur de rayure de référence : ***L = 80 µm*** pour tous les cas pour pouvoir les comparer.

Les valeurs des constantes de vitesse d'usure et des profondeurs de passe obtenues pour chacun des cas après des rayures de 80 µm sont détaillés en annexe 6. La figure 5-21 représente les constantes de vitesse d'usure en fonction de l'angle d'attaque β et du coefficient de frottement. Notons que la faible circulation de matière dans le bourrelet adhésif à $\overline{m}$ faible fait que la valeur de K est d'autant plus surestimée que $\overline{m}$ est faible.

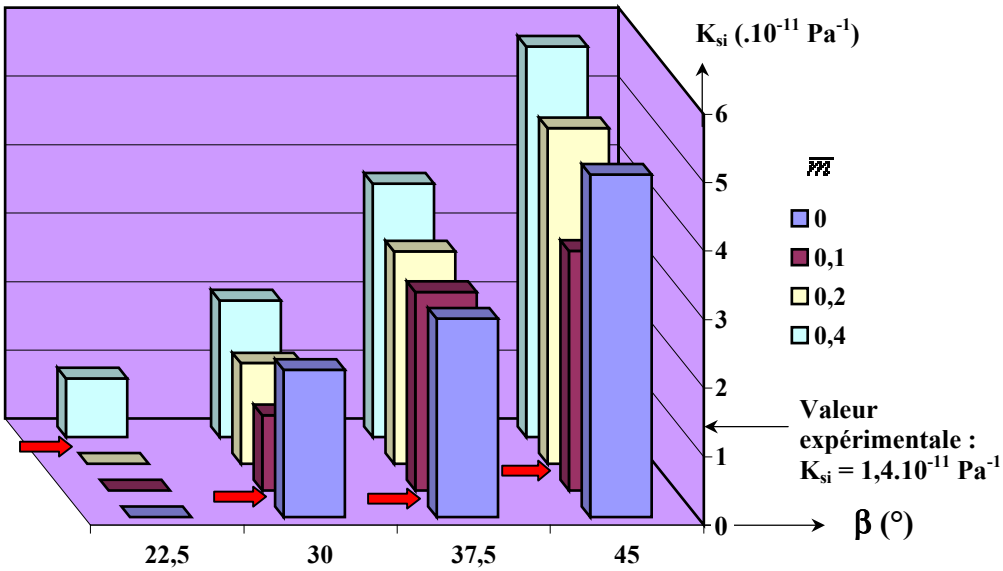


figure 5-21 : évolution de la constante de vitesse d'usure en fonction de l'angle d'attaque et du coefficient de frottement

Les flèches rouges représentent pour chaque cas la **transition entre usinage ou labourage et bourrelet adhésif**. La première constatation générale est que l'ordre de grandeur des résultats est bien le même que celui des valeurs déterminées expérimentalement par tribométrie.

Lorsque l'angle d'attaque augmente, la constante de vitesse d'usure augmente, et ce, quel que soit le frottement, donc le régime obtenu. Nous avons vu que le mode de bourrelet adhésif est rapidement atteint lorsque l'on impose un frottement local, nous voyons ici que la constante de vitesse d'usure augmente pour tous les angles dans ce mode lorsque le frottement augmente. La figure 5-21 montre les trois cas pour lesquels l'usure est quasiment nulle (β = 22,5°) et montre également que l'usure générée par le bourrelet adhésif est du même ordre de grandeur que celle produite par l'usinage. La transition copeau / bourrelet adhésif fait baisser la valeur de K.

La figure 5-19 nous indique que le frottement apparent de 0,38 constaté dans le sciage à fil correspond à une valeur d'angle d'attaque de l'ordre de 22,5°. La figure 5-21 montre de plus que la constante de vitesse d'usure estimée dans le sciage à fil correspond aux angles d'attaque de 22,5° à 30°. Ces deux approches permettent de penser que **l'angle d'attaque des grains d'abrasifs dans le sciage serait de l'ordre de 25°**.

La figure 5-21 montre également l'augmentation globale de la constante de vitesse d'usure lorsque l'angle d'attaque augmente. Nous pouvons en déduire que pour obtenir une constante de vitesse d'usure importante (favorisant l'efficacité de l'enlèvement de matière), il faut éviter le phénomène de labourage, donc éviter les angles d'attaque d'abrasifs (β) trop faibles. L'angle d'attaque de 45° semble produire la meilleure efficacité en termes d'usure et nous constatons qu'à cet angle, l'influence du frottement local devient faible. En revanche, pour les angles d'attaque inférieurs et en bourrelet adhésif, l'augmentation du frottement local

(donc une diminution de la lubrification locale du contact) fait augmenter les constantes de vitesse d'usure.

5.4.2. Etendue et valeurs des contraintes

Nous avons vu précédemment que le labourage, par exemple, laisse la matière en arrière de l'indenteur cisaillée plastiquement. Nous avons également, grâce aux essais de flexion quatre points (chapitre 2), estimé une contrainte de rupture de 160 MPa environ. Nous allons maintenant mettre en évidence l'ordre de grandeur des contraintes engendrées par les essais de rayure que nous avons simulés.

Les quatre cas étudiés ci-dessous recouvrent pour moitié la situation du sciage à fil ($\beta \approx 22{,}5°$), des frottements locaux nuls et forts et un angle $\beta = 45°$ qui correspondrait à un cas plus efficace en termes de constante de vitesse d'usure. Les trois modes d'écoulement du silicium sont ainsi représentés.

Les figures 5-22, 5-23, 5-24 et 5-25 représentent les contraintes principales maximales résultant des rayures provoquées par les indenteurs de 90° ($\beta = 45°$) et 135° ($\beta = 22{,}5°$) et des frottements locaux nul et de 0,4. Les lignes blanches indiquent leur direction. La valeur de 160 MPa estimée comme contrainte de rupture est présente dans l'échelle des isovaleurs, ainsi que le 0. Les zones représentées en marron et en rouge sont donc en traction, toutes les autres sont en compression, et dans les zones rouges, la contrainte principale maximale est supérieure à la contrainte de rupture. Les variations un peu erratiques sont sans doute induites par les incertitudes numériques, entre autres choses par les remaillages. Les résultats devraient donc être améliorés, on peut néanmoins en tirer quelques conclusions.

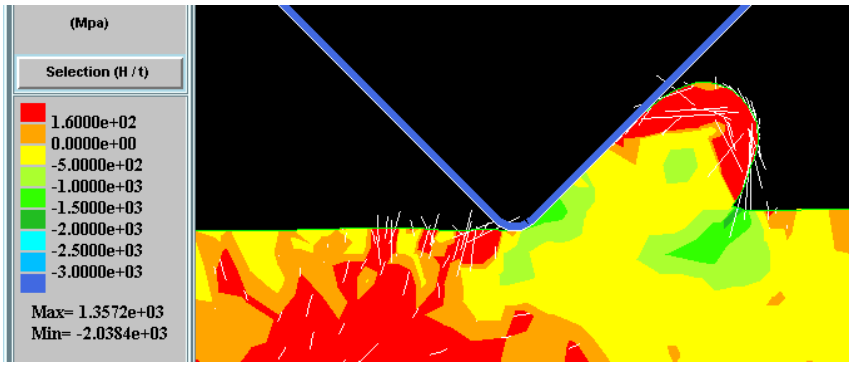


figure 5-22 : contraintes principales maximales, indenteur 90°, (β=45°), $\overline{m} = 0$, mode usinage

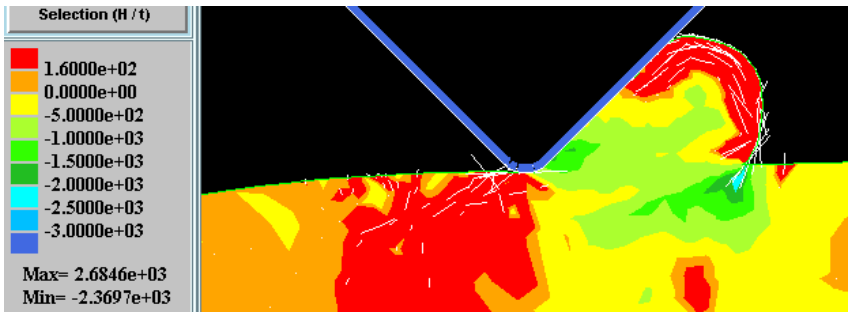


figure 5-23 : contraintes principales maximales, indenteur 90°, (β=45°), $\overline{m} = 0{,}4$, mode bourrelet adhésif

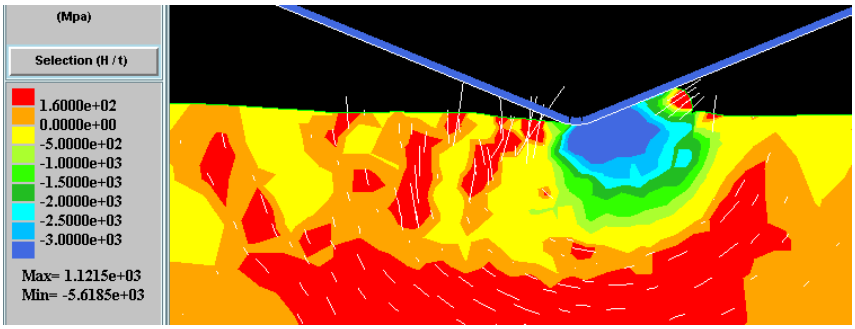


figure 5-24 : contraintes principales maximales, indenteur 135°, (β=22,5°), $\overline{m} = 0$, mode labourage

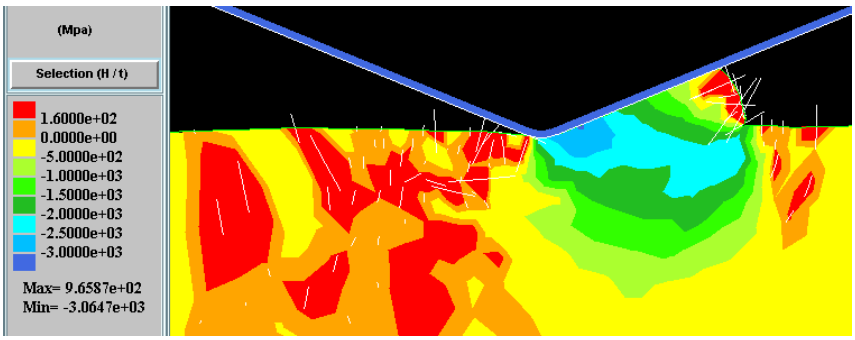


figure 5-25 : contraintes principales maximales, indenteur 135°, (β=22,5°), $\overline{m} = 0{,}4$, mode bourrelet adhésif

Nous observons dans tous les cas en arrière de l'indenteur une alternance de contraintes résiduelles de traction (marron et rouge) dirigées verticalement et de compression (jaune). Les tensions sont supérieures à 160 MPa sous la surface et débouchent en surface. Cet état de tension génère probablement un endommagement (porosité, micro-fissures…).

Dans le cas de l'indenteur de 90°, le frottement local modifie assez peu la distribution des contraintes principales. Les surfaces libres du copeau et du bourrelet sont en **forte tension**, le silicium en avant de l'indenteur est en compression de l'ordre de 1000 MPa. Pour l'indenteur de 135° en revanche, le frottement local a une forte influence : à frottement nul, la zone en avant de l'indenteur est en **forte compression** (> 3000 MPa), contrainte nécessaire à la formation de la vague plastique. Cette zone en forte compression agit en profondeur comme une indentation, générant une zone courbe sous l'indenteur en état de forte traction.

Le cas de l'indenteur de 135° à frottement $\overline{m} = 0{,}4$ est un mélange des cas 135° / $\overline{m} = 0$ et 90° / $\overline{m} = 0{,}4$: une forte compression en avant de l'indenteur et un schéma des contraintes résiduelles en arrière de l'indenteur identique au cas 90° / $\overline{m} = 0{,}4$.

Les figures 5-26, 5-27 et 5-28 présentent les déformations du silicium engendrées par les rayures des quatre cas présentés ci-dessus. Les échelles des déformations sont les mêmes pour les quatre figures et la valeur maximale est indiquée.

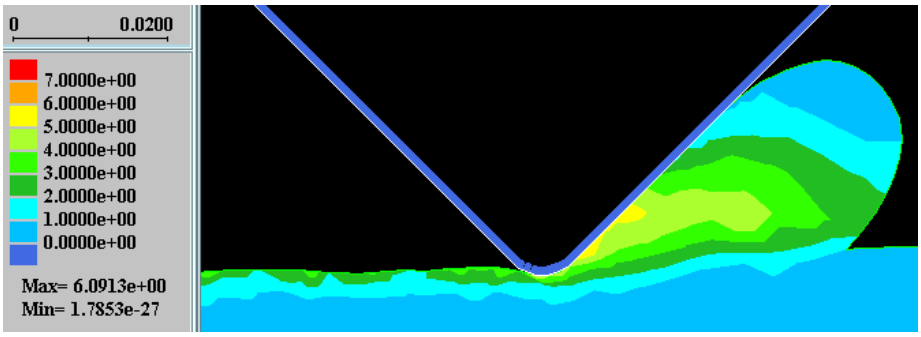


figure 5-26 : déformations, indenteur 90°, (β=45°), $\overline{m} = 0$, mode usinage

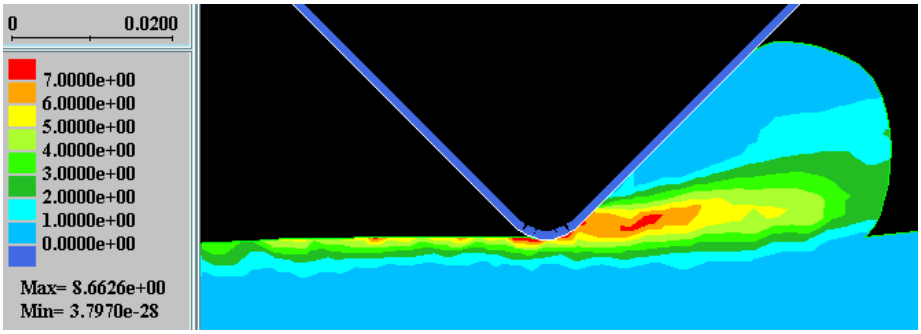


figure 5-27 : déformations, indenteur 90°, (β=45°), $\overline{m} = 0{,}4$, mode bourrelet adhésif

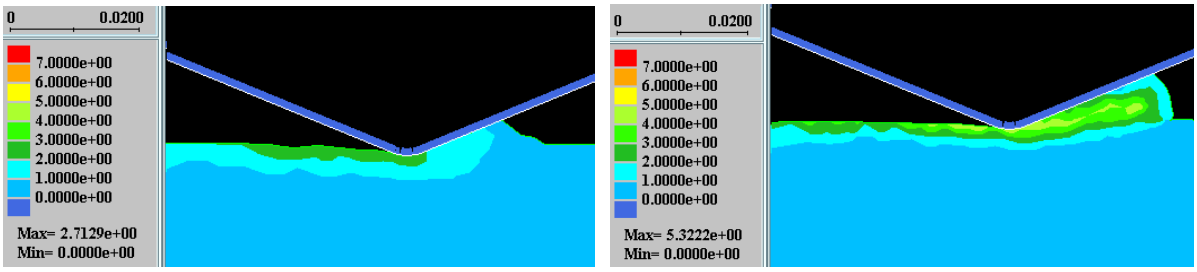


figure 5-28a $\overline{m} = 0$, mode labourage **figure 5-25 : $\overline{m} = 0{,}4$, mode bourrelet adhésif**

figure 5-28 : déformations, indenteur 135°, (β=22,5°)

La première observation est que les déformations sont plus importantes pour l'indenteur de 90° que pour celui de 135°, notamment pour $\overline{m} = 0$: 6 contre 2,7. La figure 5-13 montrant les déformations engendrées par le passage d'un indenteur de 150° va également dans ce sens : le maximum est de 1,3. Les déformations sont globalement plus importantes en mode de bourrelet adhésif $\overline{m} = 0{,}4$ qu'en usinage ou en labourage $\overline{m} = 0$. Le passage de l'indenteur dans tous les cas laisse une couche superficielle déformée dont la déformation en surface est proche de la valeur maximale. Cette déformation rend encore plus probable le développement d'endommagement par les tensions résiduelles.

5.5. Conclusion partielle

Nous avons montré dans ce chapitre que la simulation numérique microscopique de l'abrasion du silicium par des essais de rayure par des dièdres indéformables est pertinente. Après avoir précisé le mécanisme d'enlèvement de matière que nous pouvons simuler (le micro-usinage ductile par formation de micro-rayures), nous avons présenté les différents régimes d'écoulement du silicium possibles lors de ces interactions. Le sens de la cission à l'interface indenteur / silicium dépend du régime d'écoulement. Trois régimes d'écoulement peuvent être obtenus : **usinage, labourage et formation d'un bourrelet adhésif**.

Nous avons ensuite présenté la méthode des éléments finis, le code de calcul Forge2® utilisé, la démarche que nous avons retenue pour nos simulations ainsi que le déroulement précis des calculs élasto-plastiques.

Une première série de calculs réalisés à frottement local nul a permis de mettre en évidence les différents écoulements de silicium obtenus avec des indenteurs de différents angles de dièdres : on obtient un mode usinage jusqu'à un angle de 120° (angle d'attaque $\beta \geq 30°$) et un mode labourage au delà ($\beta \leq 30°$).

Le calcul du frottement apparent (rapport de la force tangentielle à la force normale appliquée à l'indenteur) à frottement local nul a montré l'importance de la prise en compte de la forte élasticité du silicium : le retour élastique en arrière de l'indenteur a tendance à diminuer la force tangentielle.

Une seconde série de calculs a été réalisée en imposant différents frottements locaux pour observer leur influence sur le mode d'écoulement notamment. De manière générale, le copeau ou la vague dégénèrent en bourrelet adhésif pour un frottement local élevé. Nous avons ainsi défini les limites des domaines des trois modes d'écoulement du silicium en fonction de l'angle d'attaque et du frottement local. La dégénérescence du copeau en bourrelet adhésif à partir d'un frottement de 0,2 semble être un résultat original. De plus, dans le cas de l'usinage, l'augmentation du frottement local tend à diminuer le frottement apparent, effet qui est inverse de celui obtenu dans le cas du labourage.

Nous avons finalement estimé les constantes de vitesse d'usure produites par chaque cas. Ceci nous a permis de montrer que l'angle d'attaque dominant dans le sciage serait de l'ordre de 25° et qu'une augmentation de cet angle et du frottement local (donc une diminution de la lubrification) aurait pour effet d'augmenter la performance du mécanisme d'abrasion.

Les calculs des contraintes principales mettent en évidence des contraintes résiduelles de traction en arrière de l'indenteur dépassant la contrainte de rupture de 160 MPa estimée au chapitre 2, ce qui pourrait engendrer la formation de micro-fissures débouchant en surface, d'autant que la surface du matériau subit une forte déformation plastique, croissante avec le frottement, décroissante avec l'angle d'attaque.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Cette étude s'inscrit dans une collaboration entre le Centre de Mise en Forme des Matériaux où elle s'est déroulée, l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie et la société industrielle Photowatt International SA. Son but est de répondre à un besoin industriel de Photowatt concernant l'une des étapes de la fabrication des modules photovoltaïques : la découpe de briques de silicium en plaques minces. Le sciage à fil utilisé pour cette découpe a été développé notamment par Photowatt, essentiellement empiriquement jusque là. L'objectif est donc de fiabiliser et optimiser la découpe par une étude scientifique des phénomènes et mécanismes mis en jeu dans le sciage à fil. La motivation principale de cette étude est, compte tenu du coût du silicium, de l'économiser en réduisant l'épaisseur des plaques, la largeur du trait de scie et en cherchant à minimiser la présence de défauts sur les plaques et d'incidents de découpe.

Nous avons globalement retenu la démarche suivante : une analyse qualitative et quantitative des différents aspects du procédé de manière expérimentale et théorique et ce, à deux échelles : microscopique et macroscopique.

Après avoir présenté les conditions macroscopiques du sciage (description des scies et des paramètres de découpe), nous nous sommes attachés dans un premier temps à la compréhension des mécanismes microscopiques responsables de l'enlèvement de matière. Une étude bibliographique et l'observation des plaques découpées nous ont permis de répondre à ce besoin. En effet, si la littérature est très pauvre sur le sujet du sciage à fil, des analogies peuvent aisément être faites avec d'autres procédés, notamment le polissage de semi-conducteurs, de verres ou de céramiques. Nous avons ainsi pu montrer que le sciage à fil produit de l'abrasion trois corps et que le mécanisme dominant d'enlèvement de matière est le micro-usinage ductile par formation de micro-copeaux. Ce résultat est a priori inattendu dans la mesure où le silicium est considéré comme fragile à température ambiante. Toutefois, l'étude de la plasticité des matériaux fragiles montre que tout matériau peut se déformer plastiquement si la déformation est localisée dans un volume suffisamment petit. Il existe ainsi une profondeur d'indentation (ou de rayure) à laquelle se produit une transition entre mécanisme ductile (écoulement de la matière et formation de copeaux) et fragile (fissuration et écaillage). Cette transition n'est pas franchie dans le sciage à fil.

Nous avons ensuite étudié différents aspects ou paramètres du sciage à fil : comportement du *slurry*, thermique du procédé, endommagement créé par la découpe, identification de défauts, usure et régime de défilement du fil, évolution de l'abrasif.

1. Nous avons étudié plusieurs dizaines de plaques afin de déterminer l'endommagement créé par le sciage, par une attaque chimique à la soude analogue à celle réalisée en production. Les épaisseurs dissoutes ont été appréciées par pesées, la résistance mécanique des plaques avant et après attaque par un essai de flexion quatre points spécialement réalisé. Nous avons ainsi pu mettre en évidence une zone endommagée par la découpe de 2,5 µm de profondeur abaissant la contrainte de rupture des plaques de 150 MPa à 100 MPa environ. Ceci confirme que le mécanisme d'enlèvement de matière se fait par micro-usinage. Cette zone est totalement dissoute par l'attaque chimique et les figures d'attaque nécessaires à l'application photovoltaïque apparaissent après une attaque de 4 minutes.

2. Nous avons établi que le débit de *slurry* est un paramètre très influent sur l'état de surface des plaques. Nous estimons sa valeur minimale pour obtenir un bon état de surface à 120 kg/min. En revanche, un tel débit de *slurry* associé au régime de défilement alternatif du fil (*back & forth*) génère des stries régulières à la surface des plaques responsables d'une chute de 10 % de leur résistance mécanique par effet d'entaille.

3. Une étude thermique du procédé a permis de montrer que le régime thermique des blocs de silicium est étroitement lié à celui du fil. La température de la découpe a été mesurée : elle ne dépasse pas 50°C environ et dépend de l'évacuation de la chaleur. Les 12 kW environ dissipés par la découpe sont évacués principalement par le *slurry* et les guides-fil par l'intermédiaire du fil.

4. Parmi la population des défauts identifiés, certains proviennent du matériau, d'autres du sciage à fil. Les défauts de taille de grains ou de macles ne posent pas de problème au sciage. Nous avons identifié en revanche deux types d'inclusions responsables de fortes stries sur les plaques et parfois de rupture du fil en cours de découpe : ce sont des carbures et nitrures de silicium. Nous n'avons décelé d'autres impuretés qu'à l'état de traces. Les principaux défauts des plaques provenant du sciage ont été identifiés : stries, ondulations, variations d'épaisseur, des solutions pour y remédier ont été proposées.

5. L'usure du fil de découpe a été étudiée : nous avons mesuré une diminution de son diamètre d'environ 10 % et de sa force à la rupture de 40 %. Il est donc vraisemblable que sa micro-structure a évolué, faisant baisser sa contrainte de rupture. Son régime de défilement est alternatif (*back & forth*) et ce, depuis plusieurs années, pour des raisons qui étaient raisonnables mais qui ne nous semblent plus justifiées aujourd'hui. Nous pensons en effet qu'il serait plus efficace d'adapter le diamètre du fil à la longueur de silicium découpée et de rétablir un défilement continu. Les avantages seraient les suivants : gain de silicium par une diminution de la largeur du trait de scie, meilleure résistance mécanique des plaques par la suppression des stries régulières, gain d'énergie (suppression des phases d'accélération et de décélération, temps de découpe diminué), risque diminué de marches sur les plaques par la suppression de deux buses d'alimentation de *slurry*. Une découpe expérimentale de 10 briques en plaques de 150 µm d'épaisseur avec un régime de défilement du fil continu a permis de confirmer une partie des avantages de la découpe en continu et a montré la faisabilité de la découpe de plaques si minces. Les essais de tribométrie ont permis de retrouver la vitesse d'usure du fil.

6. L'abrasif (carbure de silicium) est un consommable coûteux et utilisé en grande quantité. Il est actuellement jeté après un certain nombre d'utilisations. Nous avons pu montrer grâce à des observations microscopiques qu'il ne subit qu'une seule modification : les grains les plus allongés se fragmentent en grains plus petits mais toujours coupants, les autres sont inchangés. L'essai de frottement que nous avons mis en place nous a de plus permis de confirmer quantitativement que l'abrasif ne perd pas de son efficacité à l'usage. Son recyclage est donc possible, reste à mettre au point une technique industrielle de séparation des grains, des copeaux et de l'huile, ce qui sort du cadre de notre travail.

Compte tenu de la difficulté d'accès aux scies en fonctionnement (machines totalement fermées), la modélisation (microscopique et macroscopique) permet de comprendre et de valider les hypothèses :

1. Un dispositif expérimental rotatif de tribométrie a donc été réalisé. C'est un essai de frottement permettant d'user des pions cubiques de silicium sur une plaque d'acier ayant la dureté du fil en intercalant le *slurry*. La formulation classique de la loi d'Archard a été utilisée pour décrire l'usure du silicium dans le procédé et des pions dans l'essai de frottement. Elle traduit la proportionnalité entre volume usé, force normale et longueur de glissement par l'intermédiaire d'une constante K_{si} appelée constante de vitesse d'usure. Après avoir vérifié cette proportionnalité dans le test de frottement, la mesure de K_{si} dans des conditions différentes nous a permis de quantifier l'usure. Par cette méthode, nous avons montré que l'abrasif usagé ne perd pas de son efficacité et qu'une formulation de *slurry* moins riche en abrasifs semble également avoir la même efficacité. Un abrasif plus fin a été testé, il permettrait certainement une diminution de la largeur du trait de scie, mais induit une augmentation du travail de découpe. Ce peut être une direction à retenir si l'amélioration de l'état de surface est favorable à l'application photovoltaïque. La mesure des constantes de vitesse d'usure de différentes zones du lingot de silicium nous a en outre permis de confirmer le caractère critique de l'élaboration de ces lingots.

2. L'établissement d'un modèle mécanique est la deuxième approche macroscopique de cette étude. Il permet de prédire la hauteur de la nappe de fil et sa flèche en fonction des paramètres de découpe. Nous avons exprimé la pression de contact exercée par le fil sur le silicium puis donné une expression de la courbure du fil en régime permanent dans le cas général. Nous avons alors pu, après avoir vérifié nos hypothèses, simplifier ces expressions, puis les établir en régime transitoire (phase d'établissement de la courbure). La concordance avec les observations faites sur le procédé confirme la pertinence de cette démarche. Nous avons également analysé l'évolution de la tension du fil dans la nappe. La longueur de fil contenue dans cette nappe est en effet de l'ordre de 2 km, et l'on ne contrôle que la tension du brin entrant. Nous avons vu que la variation de tension d'un brin provoquée par le frottement sur le silicium se répartit en amont et en aval des assemblages. En considérant la possibilité de glissement du fil sur les guides-fil, nous avons écrit la condition d'indépendance des brins et la relation liant le coefficient de frottement minimal sur les guides-fil à la prétension du fil. L'étude du cas d'un brin de fil confronté à un frottement beaucoup plus fort dans le silicium (rencontre d'une inclusion par exemple) nous a montré son influence sur les tensions des brins amont et aval. Notons que la motorisation des quatre guides-fil (au lieu de deux aujourd'hui) permettrait d'accommoder une variation de tension deux fois plus importante et permettrait ainsi une plus grande régularité de la tension du fil dans la nappe. Au total, nous disposons donc de données numériques et d'équations permettant une analyse mécanique du procédé.

Enfin, nous avons abordé le sujet à un niveau microscopique par une approche de simulation numérique, afin de tenter de dégager des tendances concernant notamment les abrasifs et les conditions de frottement abrasifs / silicium qui pourraient permettre d'augmenter l'efficacité de la découpe. Après avoir présenté le mécanisme de micro-usinage que nous pouvons simuler, la description de l'essai de rayure d'une surface de silicium par un dièdre indéformable et des différents régimes d'écoulement du silicium possibles ont été introduits : formation d'un copeau (usinage), d'une vague plastique (labourage) ou d'un bourrelet adhésif. Nous avons réalisé des calculs élasto-plastiques isothermes. Une première série de calculs à frottement local avec différents angles d'indenteurs nul a ainsi montré que l'on obtient un mode usinage jusqu'à un angle de 120° (angle d'attaque $\beta \leq 30°$) et un mode labourage au delà ($\beta \geq 30°$). Ce mode labourage ne produit quasiment pas d'enlèvement de matière, les angles des grains devront donc être inférieurs à 120°. La forte élasticité du silicium se traduit par un retour élastique en arrière de l'indenteur qui tend à diminuer la force tangentielle. Le calcul du frottement apparent (rapport de la force tangentielle sur la force normale) a montré l'importance de cette prise en compte.

Le rôle du frottement local (indenteur / silicium) a été étudié dans une seconde série de calculs pour observer son influence sur le mode d'écoulement et sur l'usure. Vague et copeau dégénèrent en bourrelet adhésif à frottement local élevé. Les domaines des trois régimes ont ainsi été délimités et la dégénérescence du copeau en bourrelet adhésif a été mise évidence pour la première fois. L'estimation des constantes de vitesse d'usure de chaque cas a donné les mêmes ordres de grandeur que celles mesurées par tribométrie et a montré que l'angle d'attaque dominant dans le sciage à fil serait de l'ordre de 25°. De plus, une augmentation de cet angle et une diminution de la lubrification (augmentation du frottement local) aurait tendance à augmenter cette constante de vitesse d'usure et donc à rendre le sciage plus efficace.

Les protagonistes du procédé de sciage à fil étant nombreux (fil, abrasif, huile, etc), les perspectives de ce travail sont diverses.

L'une des constatations globales concerne l'estimation du travail de découpe par unité de surface détaillée au chapitre 4 :

$$W/l^2 = \pi . r_0 . \mu_0 / K_{si}$$

L'objectif de diminution de ce travail de découpe peut être rempli de plusieurs manières : une diminution du diamètre du fil (r_0), que nous avons abordée plus haut, une diminution du frottement apparent (μ_0) qui peut être réalisée par une augmentation du frottement local (par une diminution de la lubrification) comme nous l'a montré la simulation numérique, une augmentation de la constante de vitesse d'usure K_{si} grâce aux pistes également fournies par la simulation numérique.

Ceci suppose notamment un travail sur la forme et la taille des abrasifs sur la base des constatations que nous avons faites. Nous avons montré que l'utilisation de grains d'abrasifs deux fois plus petits donne une constante de vitesse d'usure deux fois plus faible. Une publication récente de Zhou et al. montre que cette linéarité ne semble pas respectée au delà d'un certain seuil. Pour ces auteurs, la taux d'enlèvement de matière présenterait un maximum

à une valeur de taille d'abrasif donnée [ZHOU-2002]. Si leurs abrasifs sont bien plus petits que ceux employés dans le sciage à fil, cette piste est toutefois certainement à explorer.

Concernant le fil, des essais réalisés en continu en adaptant son diamètre à la longueur de silicium découpée sur la base de la constante de vitesse d'usure que nous avons fournie permettraient de valider nos conclusions.

Une maquette simplifiée de scie à fil pourrait être réalisée pour mieux comprendre et visualiser la forme de la nappe, l'écoulement et la circulation du *slurry* et faire des comparaisons plus précises avec les expériences de tribométrie et le modèle mécanique.

L'épaisseur des plaques découpées a déjà été réduite, une modification du régime du fil et de son diamètre et un travail sur l'abrasif devraient permettre de la diminuer encore, tout en conservant une tenue mécanique correcte.

La simulation numérique du mécanisme d'abrasion se révèle un outil prometteur permettant de dégager des tendances de formes pour les abrasifs et les angles d'attaque et d'estimer les ordres de grandeur du frottement local, donc de la lubrification optimale. L'analyse thermique du procédé à cette échelle pourrait ainsi être abordée.

Enfin, le lubrifiant (huile de coupe) utilisé aujourd'hui semble neutre chimiquement et n'a pas fait l'objet d'étude particulière. Son rôle est essentiellement l'entraînement des particules abrasives dans la zone de coupe. Son prix de revient doit également être bas puisqu'il est jeté, comme l'abrasif, après un certain nombre d'utilisations. Il pourrait toutefois être récupéré au cours du recyclage de l'abrasif, ce qui rendrait envisageable l'utilisation d'un fluide plus coûteux. En effet, Desa et al. ont réalisé une étude sur l'abrasion de céramiques avec six fluides différents et quatre additifs [DESA-1999]. Ils ont ainsi classé ces fluides par le taux d'enlèvement de matière qu'ils produisent, montrant ainsi le caractère critique du lubrifiant. L'action chimique du fluide peut être importante et peut notamment améliorer sensiblement l'état de surface produit (polissage chimio-mécanique) comme le montre l'étude de Jiang et al. [JIANG-1998]. Des expériences peuvent ainsi être réalisées sur le tribomètre rotatif pour sélectionner un fluide qui aurait pour effet de diminuer la lubrification, d'augmenter l'enlèvement de matière et d'améliorer l'état de surface produit.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[ADEME-2000] « Electricité solaire photovoltaïque, situation et perspectives », Séminaire sur la recherche et le développement technique CNRS-ADEME, Sophia-Antipolis, novembre 2000

[ANGELELIS-1998] ANGELELIS C., « Analyse mécanique des essais d'indentation sur matériaux élastoplastiques homogènes ou multicouches – Application à la caractérisation de la rhéologie et de la tenue mécanique des films minces », *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1998)

[ANSTIS-1981] ANSTIS G.R., CHANTIKUL P., LAWN B.R., MARSHALL D.B., « A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness : I, Direct cracks measurements », *Journal of American Ceramic Society*, **64(9)**, p.533-538, (1981)

[ARCHARD-1953] ARCHARD J.F., « Contact and rubbing of flat surfaces », *Journal of Applied Physics*, **24 (8)**, p.981-988, (1953)

[ARCHARD-1956] ARCHARD J.F., HIRST W., « The wear of metals under unlubricated conditions », *Proc. Roy. Soc. London, Ser. A*, **236**, p.397-410, (1956)

[ARCHARD-1967] ARCHARD J.F., « Wear », Interdisciplinary approach to friction and wear, *Proceedings of a NASA sponsored symposium*, San Antonio Texas, (1967)

[BALTHAZARD-1993] BALTHAZARD P., « Caractérisation des efforts de coupe sur une scie à fil », *Rapport Vibratec n°243-003*, (1993)

[BANINI-2001] BANINI G.K., CHAUDHRI M.M., SMITH T., HAYWARD I.P., « Measurement of residual stresses around Vickers indentations in a ruby cristal using a Raman luminescence microscope », *J. Phys. D : Applied Physics*, **34**, L122-L124, (2001)

[BARWELL-1956] BARWELL F.J., « Lubrication of bearings », *Butterworth & Co Ltd.*, London, (1956)

[BHAGAVAT-2000] BHAGAVAT M., PRASAD V.,KAO I., « Elasto-hydrodynamic interaction in the free abrasive wafer slicing using a wire saw : modeling and finite element analysis », *ASME Journal of Tribology*, **122(2)**, p.394-404, (2000)

[BIFANO-1991] BIFANO T.G., DOW T.A., SCATTERGOOD R.O., « Ductile regime grinding : a new technology for machining brittle materials », *Transaction of the ASME : Journal of engineering for industry*, **113**, p.184-189, (1991)

[BLAKE-1990] BLAKE P.N., SCATTERGOOD R.O., « Ductile regime machining of germanium and silicon », *J. Am. Ceram. Soc.*, **73 (4)**, p.949-957, (1990)

[BLACKLEY-1991] BLACKLEY W.S., SCATTERGOOD R.O., « Ductile regime machining model for diamond turning of brittle materials », *Precision Engineering*, **13 (2)**, p.95-103, (1991)

[BOYER-2001] BOYER B., « Méthode inverse et calcul de sensibilité semi-analytique : application à l'identification de paramètres rhéologiques et tribologiques au cours des procédés de mise en forme », *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2001)

[BUCAILLE-2001] BUCAILLE J.L., FELDER E., « L'essai de rayure sur polymères et métaux », *Matériaux et Techniques*, **3-4**, p.29-44, (2001)

[BUIJS-1993] BUIJS M., KORPEL VAN-HOUTEN K., « Three-body abrasion of brittle materials as studied by lapping », *Wear*, **166**, p.237-245, (1993)

[BURWELL-1957] BURWELL J.T., « Survey of possible wear mechanisms », *Wear*, **1**, p.119-133, (1957)

[CERETTI-1986] DARQUE-CERETTI E., Thèse de Doctorat, Besançon, (1986)

[CHALLEN-1979] CHALLEN J.M., OXLEY P.L.B., « An explanation of the different regimes of friction and wear using asperity and deformation models », *Wear*, **53**, p.229-243, (1979)

[CHANG-2000] CHANG Y.P., HASHIMURA M., DORNFELD D.A., « An investigation of material removal mechanisms in lapping with grain size transition », *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **122**, p.413-419, (2000)

[CHAPIN-1954] CHAPIN D.M., FULLER C.S., PEARSON G.L., *J. Appl. Phys.*, **25**, p.676, (1954)

[CHEN-2000] CHEN K.S., AYON A., SPEARING S.M., « Controlling and testing the fracture strength of silicon on the mesoscale », *J. Am. Ceram. Soc.*, **83 (6)**, p.1476-1484, (2000)

[CHENOT-1990] CHENOT J.L., BELLET M., « A velocity approach to elasto-plastic and elasto-viscoplastic calculation by the finite element method », *ASME*, **112**, p.150-154, (1990)

[CLARKE-1988] CLARKE D.R., KROLL M.C., KIRCHNER P.D., COOK R.F., « Amorphization and conductivity of silicon and germanium induced by indentation », *Physical Review Letters*, **60 (21)**, p.2156-2159, (1988)

[CRAVEUR-1996] CRAVEUR J.C., « Modélisation des structures : calcul par éléments finis », Editions Masson, Paris, (1996)

[DANYLUK-1988] DANYLUK S., LEE S.W., *J. Appl. Phys*., **64 n°8**, p.4075, (1988)

[DESA-1999] DESA O., BAHADUR S., « Material removal and subsurface damage studies in dry and lubricated single-point scratch tests on alumina and silicon nitride », *Wear*, **225-229**, p.1264-1275, (1999)

[DESSUS-1996] DESSUS B., PHARABOD F., « L'énergie solaire », Presses Universitaires de France, Paris, (1996)

[DHATT-1984] DHATT G., TOUZOT G., « Une présentation de la méthode des éléments finis », deuxième édition, Editions Maloine S.A., (1984)

[EDF-2000] « La lutte contre l'effet de serre », Dossier de presse, Conférence de La Haye, novembre 2000

[FELDER-1989] FELDER E., « Le contact métal-outil en mise en forme des métaux » tome II, Ecole des Mines de Paris, (1989)

[FINNIE-1981-a] FINNIE I., MISRA A., « some observations on two-body abrasive wear », *Wear*, **68**, p.41-56, (1981)

[FINNIE-1981-b] FINNIE I., MISRA A., « Correlations between two-body and three-body abrasion and erosion of metals », *Wear*, **68**, p.33-39, (1981)

[GEORGES-1974] GEORGES J.M., LAMY B., DELASSAUSSE L., « Effect of wear particles on the contact of unlubricated sliding metals », *Wear*, **28**, p.89-94, (1974)

[GILORMINI-1983] GILORMINI P., FELDER E., « Theoretical and experimental study of the ploughing of a rigid-plastic semi-infinite body by a rigid pyramidal indenter », *Wear*, **88**, p.195-206, (1983)

[GODDARD-1962] GODDARD J., WILMAN H., « A theory of friction and wear during the abrasion of metals », *Wear*, **5**, p.114-135, (1962)

[HOKKIRIGAWA-1988] HOKKIRIGAWA K., KATO K., « The effect of hardness on the transition of the abrasive wear mechanism of steels », *Wear*, **123**, p.241-251, (1988)

[HOLM-1946] HOLM R., « Electrical contacts », H. Gerbers, Stockholm, (1946)

[HUFFSTUTLER-1967] HUFFSTUTLER M.C., KERNS B.T., « Wire-saw cutting technique for optical crystals », *Ceramic Bulletin*, **46 (11)**, p.1098- 1101, (1967)

[JIANG-1998] JIANG M., KOMANDURI R., « On chemo-mechanical polishing (CMP) of silicon nitride workmaterial with various abrasives », *Wear*, **220-1**, p.59-71, (1998)

[KAILAS-1993] KAILAS S.V., BISWAS S.K., « Material response to two-dimensionnal scratching by wedges », *Wear*, **162-164**, p.110-118, (1993)

[KAO-1998-a] KAO I., BHAGAVAT M., PRASAD V., « Integrated modeling of wiresaw in wafer slicing », NSF Grantees Conference, (1998).

[KAO-1998-b] KAO I., PRASAD V., CHIANG F.P., BHAGAVAT M.,WEI S., CHANDRA M., COSTANTINI M., LEYVRAZ P., TALBOTT J., GUPTA K., « Modeling and

experiments on wiresaw for large silicon wafer manufacturing », In *the 8th Int. Symp. on silicon mat. sci. and tech*., San Diego, (May 1998)

[KHRUSCHOV-1974] KHRUSCHOV M.M., « Principles of abrasive wear », *Wear*, **28**, p.69-88, (1974)

[KLOCKE-2000] KLOCKE , « Flat rates on future silicon wafers : precision grinding », *Industrial diamond review*, **2**, p.149-156, (2000)

[KRULEVITCH-2001] KRULEVITCH BORN D., GOODMAN W.A., « An empirical survey on the influence of machining parameters on tool wear in diamond turning of large single-cristal silicon optics », *Journal of the International Societies for Precision Engineering and Nanotechnology* , **25**, p.247-257, (2001)

[KUDO-1975] KUDO H., TSUBOUCHI M., « Development of a simulation testing machine for friction and wear characteristics of lubricant and tool for extrusion and forging », *ann. CIRP*, **24**, p.185, (1975)

[LAMY-1984] LAMY B., « Effect of brittleness index and sliding speed on the morphology of surface scratching in abrasive or erosive processes », *Tribology International*, **17(1)**, p.35-38, (1984)

[LAVAL-1995] LAVAL P., « Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus», *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1995)

[LAWN-1977-a] LAWN B.R., EVANS A.G., « A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields », *Journal of Materials Science*, **12**, p.2195-2199, (1977)

[LAWN-1977-b] LAWN B.R., MARSHALL D.B., « Hardness, toughness and brittleness : an indentation analysis », *Journal of American Society*, **62**, p.347-350, (1977)

[LEU-1988] LEU H.J., SCATTERGOOD R.O., « Sliding contact fracture on glass and silicon », *Journal of Materials Science*, **23**, p.3006-3014, (1988)

[LEUNG-1998] LEUNG T.P., LEE W.B., LU X.M., « Diamond turning of silicon substrates in ductile regime », *Journal of Materials Processing Technology*, **73**, p.42-48, (1998)

[Li-1998] LI J., KAO I., PRASAD V., « Modeling stresses of contacts in wiresaw slicing of polycristalline and cristalline ingots ; application to silicon wafer production », *ASME Journal of Electronic Packaging*, **120 (2)**, p.123-128, (1998)

[MARSHALL-1983] MARSHALL D.B., EVANS A.G., KHURI YAKUB B.T., TIEN J.W., KINO G.S., « The nature of machining damage in brittle materials », *Proc. Roy. Soc. Lond.*, **A385**, p.461-475, (1983)

[MARSHALL-1986] MARSHALL D.B., LAWN B.R., « Indentation of brittle materials », *Microindentations techniques in materials science and engineering, ASTM STP 889*, Philadelphia, p.26-46, (1986)

[MINOMURA-1962] MINOMURA S., DRICKAMER H.G., *Phys. Chem. Solids*, **23**, p.451, (1962)

[MISRA-1980] MISRA A., FINNIE I., « A classification of three-body abrasive wear and design of a new tester », *Wear*, **60**, p.111-121, (1980)

[MISRA-1983] MISRA A., FINNIE I., « An experimental study of three-body abrasive wear », *Wear*, **85**, p.57-68, (1983)

[MOORE-1974] MOORE M.A., « A review of two-body abrasive wear », *Wear*, **27**, p.1-17, (1974)

[MOORE-1980] MOORE M.A., KING F.S., « Abrasive wear of brittle solids », *Wear*, **60**, p.123-140, (1980)

[MORRIS-1994] MORRIS J.C., CALLAHAN D.L., « Origins of microplasticity in low load scratching of silicon », *J. Mater. Sci.*, **9 (11)**, p.2907-2913, (1994)

[NATHAN-1965] NATHAN G.K., JONES W.J.D., « The empirical relationship between abrasive wear and the applied conditions », *Wear*, **9**, p.300-309, (1966)

[NIIHARA-1991] NIIHARA K., *J. Ceram. Soc. Japan*, **99**, p.974, (1991)

[PHILLIPS-1977] PHILLIPS K., CRIMES J. M., WILSHAW T.R., « On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica », *Wear*, **41**, p.327-350, (1977)

[PRESTON-1921] PRESTON F.W., « The structure of abraded glass surfaces », *Trans. Opt. Soc.*, **23**, p.141-164, (1921)

[QU-2000] QU W., WANG K., MILLER M.H., HUANG Y., CHANDRA A., « Using vibration assisted grinding to reduce subsurface damage », *Journal of the International Societies for Precision Engineering and Nanotechnology*, **24**, p.329-337, (2000)

[QUANTIN-1986] Quantin J.C., « Application de la rugosimétrie tridimensionnelle à l'étude des surfaces », *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1986)

[RABINOWICZ-1951] RABINOWICZ E., TABOR D., « Metallic transfert between sliding metals : an autoradiographic study » », *Proc. Roy. Soc. London, Ser. A*, **208**, p.455-475, (1951)

[RABINOWICZ-1961] RABINOWICZ E., DUNN L.A., RUSSEL P.G., « A study of abrasive wear under three-body conditions», *Wear*, **4**, p.345-355, (1961)

[RABINOWICZ-1984] RABINOWICZ E., « The least wear », *Wear*, **100**, p.533-541, (1984)

[REHBINDER-1948] REHBINDER P.A., SCHREINER L.A., ZHIGACH K.F., « Hardness reducers in drilling », *Academy of Science*, Moscow, (1944), *Translation from the Council for Scientific and Industrial Research,* Melbourne, (1948)

[SAHOO-1998] SAHOO R.K., PRASAD V., KAO, I., TALBOTT J., GUPTA K., « An integrated approach for analysis and design of wafer slicing by a wire saw », *ASME Journal of Electronic Packaging*, **120**, p.16-21, (1998)

[SCOTT-1992] SCOTT C.G., DANYLUK S., « Examination of silicon wear debris generated in a linear scratch test », *Wear*, **152**, p.183-185, (1992)

[SEDRICKS-1963] SEDRICKS A.J., MULHEARN T.O., « Mechanics of cutting and rubbing in simulated abrasive processes », *Wear*, **6**, p.457-466, (1963)

[SEIDEL-1990] H. SEIDEL, L. CSEPREGI, A. HEUBERGER, H. BAUMGÄRTEL, « Anisotropic etching of cristalline silicon in alkaline solutions », *J. Electrochem. Soc.*, **137**, p.3612-3625, (1990)

[SREEJITH-2001] SREEJITH P.S., NGOI P.K.A., « Material removal mechanism in precision machining of new materials », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **41**, p.1831-1843, (2001)

[STEINMETZ-2002] STEINMETZ G., « Etude du frottement statique et dynamique des tôles en emboutissage », *Thèse de doctorat à soutenir*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2002)

[SUBRAMANIAN-1997] SUBRAMANIAN K., RAMANATH S., TRICARD M., « Mechanisms of material removal in the precision production grinding of ceramics », *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **119**, p.509-519, (1997)

[TABOR-1950] TABOR D., « The harness of solids », Clarendon Press-Oxford, (1950)

[THORE-1984] THORE Y., « Etude théorique et expérimentale du frottement et de l'usure par abrasion des matrices en forgeage à chaud des aciers. Influence d'une nitruration », *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1984)

[TORRANCE-1988] TORRANCE A.A., « a three dimensionnal cutting criterion for abrasion », *Wear*, **123**, p.87-96, (1988)

[TREZONA-1999] TREZONA R.I., HUTCHINGS I.M., « Three-body abrasive wear testing of soft materials », *Wear*, **233-235**, p.209-221, (1999)

[TREZONA-1999] TREZONA R.I. , ALLSOPP D. N., HUTCHINGS I. M., « transition between two-body and three-body abrasive wear : influence of test conditions in the microscale abrasive wear test », *Wear*, **225-229**, p.205-214, (1999)

[VANDELLE-1998] VANDELLE B., Rapport de Stage, Photowatt, (1998)

[VANEL-1996] VANEL L., « Le contact stator-rotor dans un moteur piezoélectrique : modélisation mécanique et étude du frottement métal-polymère en vue de l'optimisation du choix de la couche de frottement », *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1996)

[WELLS-1987] WELLS R., « Wire saw slicing of large diameter crystals », *Solid State Technology*, p.63-65, Septembre 1987

[WEPPELMANN-1995] WEPPELMANN E.R., FIELD J.S., SWAIN M.V., « Influence of spherical indenter radius on the indentation-induced transformation behaviour of silicon », *Journal of Materials Science*, **30**, p.2455-2462, (1995)

[WESTWOOD-1974] WESTWOOD A.R.C., *J. Mater. Sci.*, **9**, p.1871, (1974)

[WILLIAMS-1992] WILLIAMS J.A., HYNCICA A.M., « Abrasive wear in lubricated contacts », *Journal of Physics D : Applied Physics*, **25**, A81-A90, (1992)

[WILLIAMS-1996] WILLIAMS J.A., « Analytical models of scratch hardness », *Tribology International*, **29 n°8**, p.675-694, (1996)

[YOSHINO-2001] YOSHINO M., AOKI T., CHANDRASEKARAN N., SHIRAKASHI T., KOMANDURI R., « Finite element simulation of plane strain plastic-elastic indentation on single-crystal silicon », *International Journal of Mechanical Sciences*, **43**, p.313-333, (2001)

[ZARUDI-1998] ZARUDI I., ZHANG L.C., « Effect of ultra-precision grinding on the microstructural change in silicon monocrystals », *Journal of Materials Processing Technology*, **84**, p.149-158, (1998)

[ZHANG-1999] ZHANG L., ZARUDI I., « An understanding of the chemical effect on the nano-wear deformation in monocrystalline silicon components », W*ear*, **225-229**, p. 669-677, (1999)

[ZHAO-1998] ZHAO X., BHUSHAN B., « Material removal mechanisms of single crystal silicon on nanoscale and ultra-low loads », *Wear*, **223**, p.66-78, (1998)

[ZHOU-2002] ZHOU C., SHAN L., HIGHT J.R., DANYLUK S., «Influence of colloidal abrasive size on material removal rate and surface finish in SiO_2 chemical mechanical polishing », *Tribology Transactions*, **45-2**, p.232-238, (2002)

ANNEXE 1 : SURFACES DE PLAQUES ATTAQUEES

Les figures ci-dessous sont des images de microscopie électronique à balayage des surfaces de plaques attaquées dans le cadre de l'étude de la zone endommagée par la découpe et de la tenue mécanique des plaques.

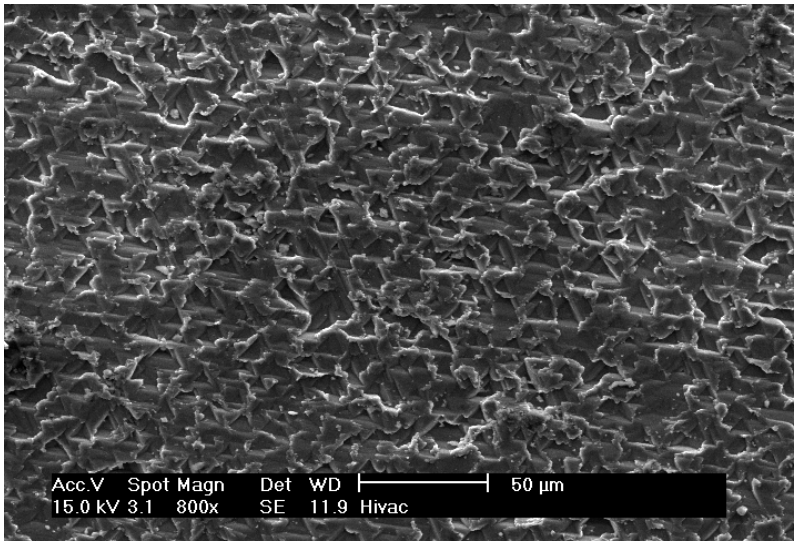


figure A1-1 : plaque attaquée : formation des figures d'attaque (après 2' d'attaque)

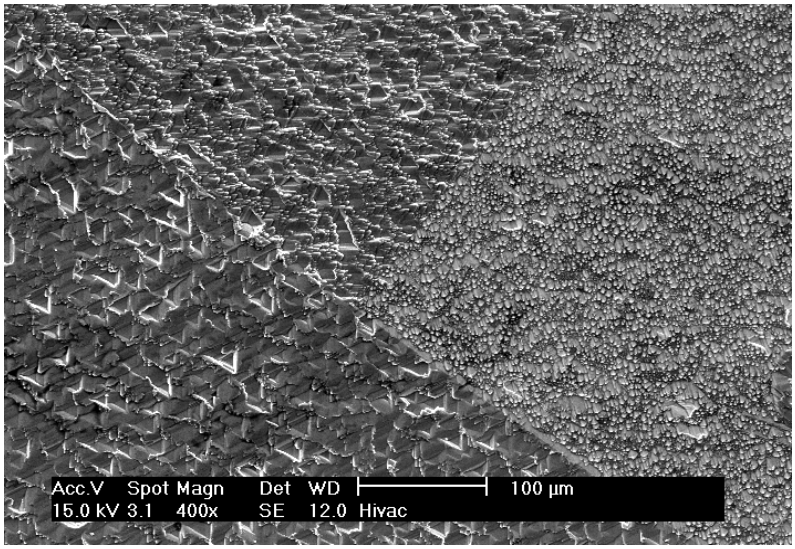


figure A1-2 : plaque attaquée : joints de grains (après 4' d'attaque)

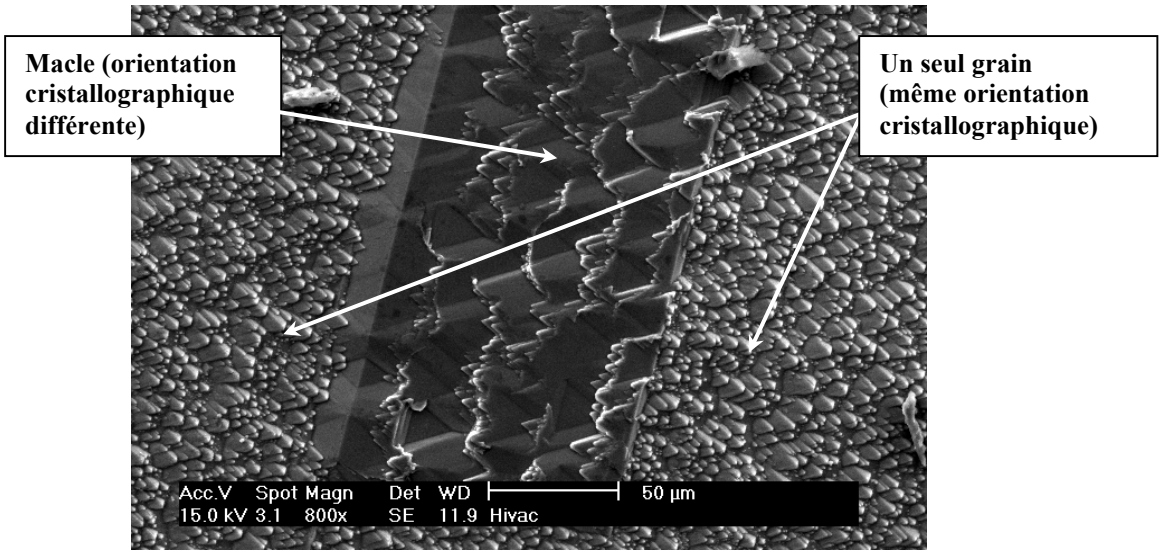


figure A1-3 : plaque attaquée : macle (après 8' d'attaque)

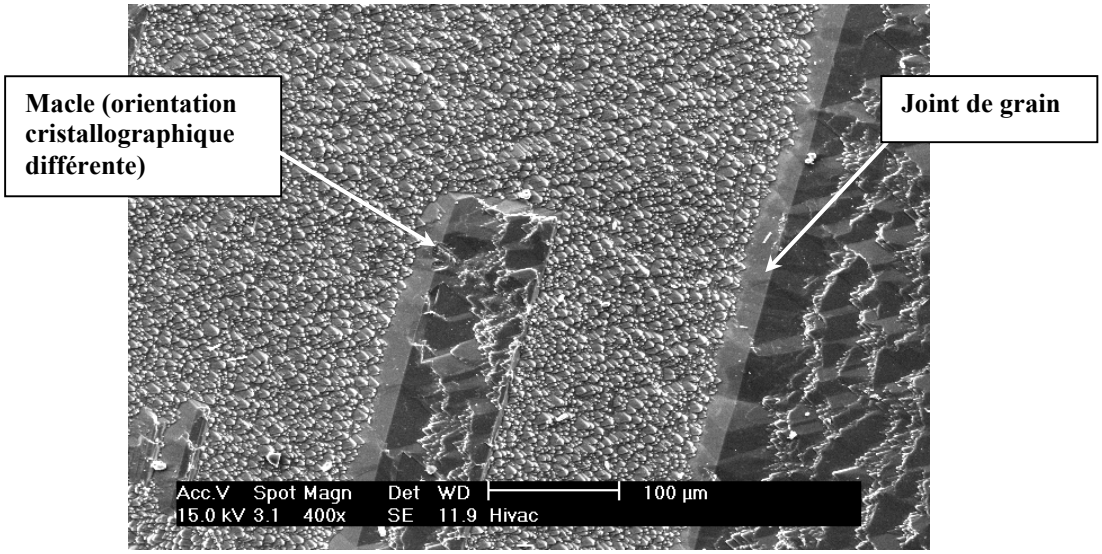


figure A1-4 : macle et joint de grains (après 12' d'attaque)

La figure A1-5 est un relevé de rugosimétrie représentant une zone d'une plaque attaquée (5 mm x 5 mm). elle met en évidence la différence des vitesses d'attaque en fonction de l'orientation cristallographique des grains par la différence d'altitude finale obtenue pour chacun des grains.

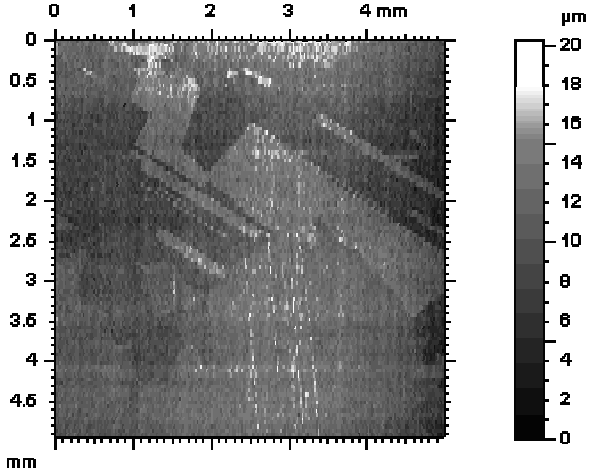


figure A1-5 : différentes altitudes des grains après attaque.

ANNEXE 2 : PRECISIONS SUR LE MODE OPERATOIRE UTILISE POUR LES MESURES D'EFFORTS DE COUPE

Des mesures d'efforts de coupe ont été réalisées par la société Vibratec avec le mode opératoire détaillé ci-dessous.

Appareillage de mesure

- Réalisation d'un capteur d'effort tridimensionnel composé de 4 anneaux de force KISTLER de type 9067 (piézo-électrique).
- Amplificateurs de charge KISTLER de type 5007
- Accéléromètre ENDEVCO de type 224C
- Analyseur HP de type 3566 (16 voies)
- Enregistreur magnétique TEAC RD200T

L'ensemble des mesures a été enregistré sur site à l'aide d'un support magnétique et dépouillé en différé dans les locaux de la société VIBRATEC.

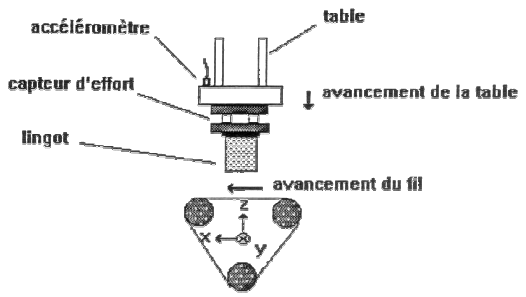
Instrumentation

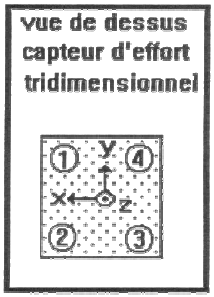
L'instrumentation mise en oeuvre est la suivante :

- 1 accéléromètre sur la table dans la direction verticale à l'aplomb de l'anneau de force n° 2 (voir schéma page suivante).
- 1 capteur d'effort 4 points, 3 directions, entre la table et le lingot de silicium (12 voies indépendantes).

N.B. : L'utilisation de capteurs piézo-électrique ne permet pas de suivre l'évolution de la composante statique sur une longue durée (> à 5 mn).

schéma d'implantation du capteur d'effort.





DEROULEMENT DES ESSAIS

L'étude a été réalisée sur une scie à fil à table inversée.

Nous avons enregistré l'opération d'usinage d'un lingot pendant 2 heures.

Au cours de cette phase, des essais de montée et de descente de table ont été réalisés de façon à déterminer les efforts de coupe à ces instants.

Rappel :

Le capteur utilisé ne permet pas de suive en continu les efforts statiques ou quasi statiques sur une longue durée. Une remise à zéro de la chaîne de mesure est réalisée avant chaque essai.

Les essais réalisés sont les suivants :

Temps d'enregistrement	Opérations réalisées
de 0 à 1h04	Début d'usinage du lingot
à 1h04'	Montée de la table, arrêt de l'usinage
à 1h12'	Descente de la table, reprise de l'usinage
à 1h31'	Montée de la table, arrêt de l'usinage
à 1h38'	Descente de la table, reprise de l'usinage
de 1h38' à 2 h	Poursuite de l'usinage

RESULTATS

Les dépouillements ont été réalisés sur des événements de courtes durées. Les 12 voies d'effort (4 points et 3 directions) ont été étudiées indépendamment et simultanément.

Analyse des efforts statiques

Nous présentons dans ce paragraphe les résultats des mesures effectuées au cours de 2 essais.

Essai 1 : Après 1h31' d'usinage, remontée de la table et arrêt de la machine

Essai 2 : Reprise de l'usinage

Type de dépouillement réalisé :

- tracés temporels (bande passante 0 - 50 Hz)

L'ensemble des tracés est reporté en annexe 1.

A titre indicatif nous présentons en annexe 2 l'évolution des efforts mesurés aux cours des 30 premières minutes d'usinage. Ceux-ci ne sont, toutefois, pas représentatifs des véritables efforts de coupe en raison des remarques suivantes :

- Les capteurs piézo-électriques ne permettent pas de mesurer des efforts statiques sur de longues durées,
- gradient thermique dû au montage des capteurs d'efforts.

Résultats :

Les tableaux 1 et 2 ci-dessous donnent les efforts mesurés sur les 12 voies de mesure de force pour les essais 1 et 2.

Tableau 1

Relevé des niveaux d'effort exprimés en Newton, sur les 12 voies de mesures

N° point	Direction	Essai 1	Essai 2
1	X Y Z	- 123 40 - 293	118 - 18 290
2	X Y Z	- 102 - 72 - 228	104 81 243
3	X Y Z	9 24 3	- 1 - 25 - 21
4	X Y Z	- 77 33 9	109 - 26 - 27

Tableau 2 :
Relevé des niveaux d'effort exprimé en Newton, moyennés suivant les 3 directions principales

Direction	Essai 1	Essai 2
X	- 293	330
Y	25	12
Z	- 509	485

Observations

- *Direction X* :

Les efforts de coupe sont plus importantsà l'entrée de la trame du fil, et engendrent un couple (rotation autour du point 3).

L'effort est de l'ordre de **300 N** dans la direction X

- *Direction Y* :

Les efforts sont très faibles par rapport aux autres directions. (inférieurs à **25 N**)

- *Direction Z* :

Les efforts se combinent de la façon suivante :

- effort vertical dû à la pression de la trame dans cette direction,
- effort longitudinal dû à la coupe et provoquant une rotation de la table autour de l'axe OY,

de ce fait, les composantes des forces s'additionnent aux points 1 et 2 et se retranchent aux points 3 et 4.

L'effort est de l'ordre de **500 N** dans la direction Z.

ANNEXE 3 : RESULTATS DES MESURES SIMS EFFECTUEES SUR LES INCLUSIONS

Les figures ci-dessous sont des cartographies d'une inclusion identifiée à la surface d'une plaque. Chaque figure représente la répartition d'un élément.

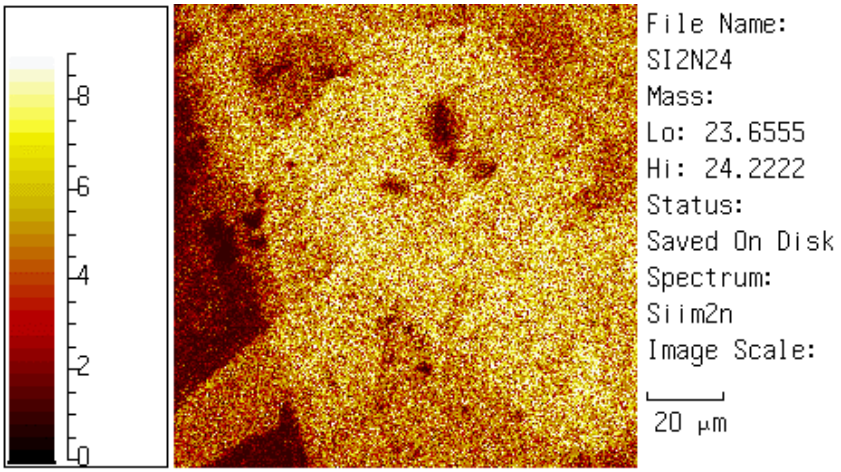


figure A3-1 : Répartition des ions C_2^-, visualisation du carbone : présence de carbone dans cette inclusion

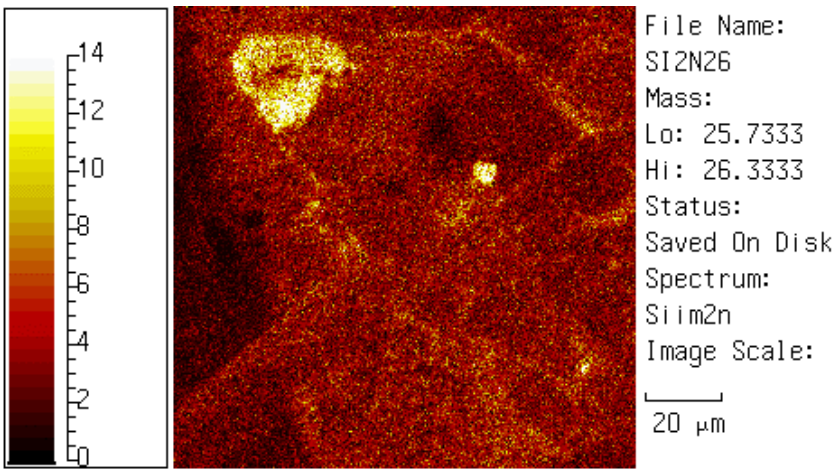


figure A3-2 : Répartition des ions CN^-, visualisation de l'azote : seule une petite partie de l'inclusion en contient

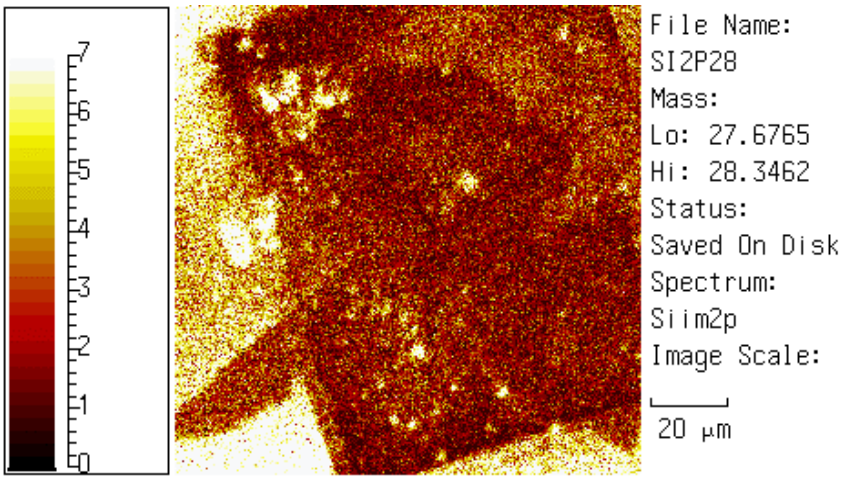


figure A3-3 : Répartition du silicium : la zone rectangulaire est le résultat d'une observation MEB précédente

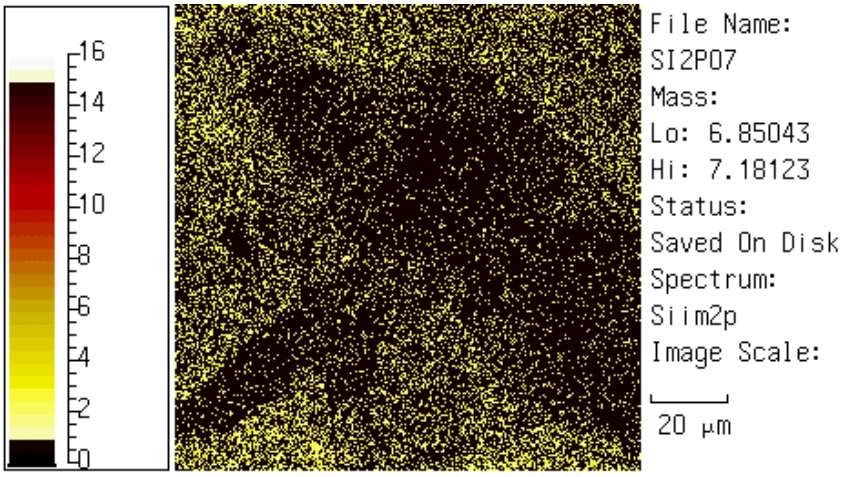


figure A3-4 : Répartition du lithium, traces provenant de la charge l'inclusion est légèrement plus pauvre en lithium que le reste du silicium

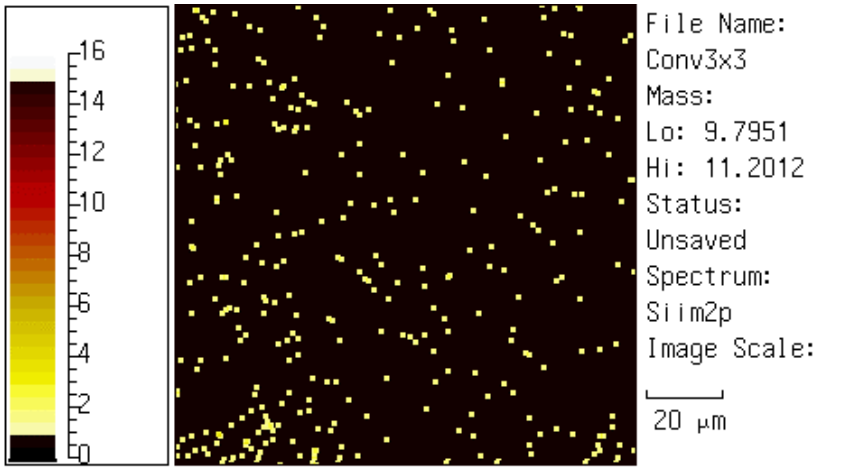


figure A3-5 : Répartition du bore, traces provenant du dopage, pas de différence pour l'inclusion

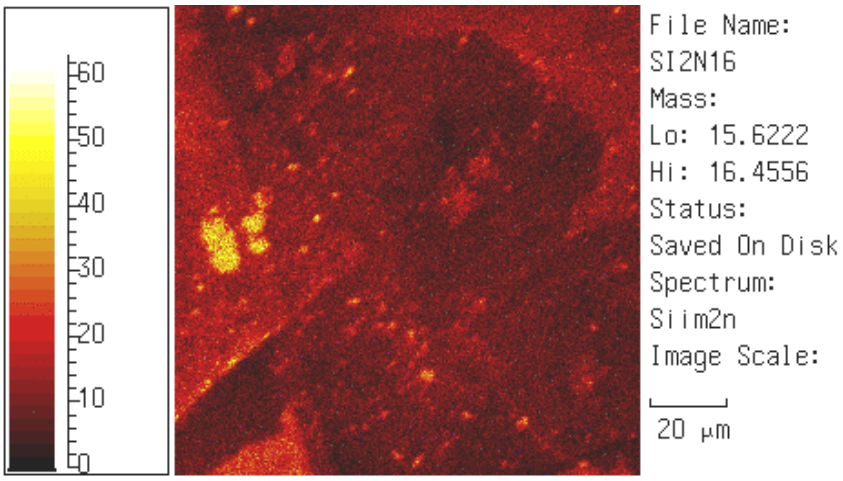


figure A3-6 : Répartition de l'oxygène, recherche d'oxydation, petite trace de SiO_2 (en jaune), l'inclusion n'en contient pas

Ces mesures, combinées aux mesures EDX, montrent que la majeure partie de l'inclusion est formée de carbure de silicium, et que la petite partie supérieure est du nitrure de silicium. Le lithium et le bore ne sont présents qu'à l'état de traces, une petite zone de silice est visible sur la figure A3-6.

ANNEXE 4 : EVALUATION DE LA REPARTITION DES GRAINS D'ABRASIFS DANS LE *SLURRY*

Le degré de compacité du mélange abrasif est un facteur important. On peut en effet imaginer que l'entraînement des grains et la transmission de la force du fil au silicium par l'intermédiaire de ces grains est fortement dépendant de la concentration en abrasifs du *slurry*.

En se plaçant dans le cas idéal d'un cube contenant des sphères de diamètre égal à la taille moyenne des grains d'abrasifs, nous allons évaluer la distance qui sépare ces sphères :

Les proportions du mélange sont de 50 kg d'abrasif dans 32 kg d'huile. Prenons comme référence le volume occupé par ces 82 kg :

- ✓ 50 kg de SiC de densité 3120 kg/m^3 donnent 1,60.10^{-2} m^3
- ✓ 32 kg d'huile de densité 900 kg/m^3 donnent 3,55.10^{-2} m^3

soit un volume total de référence V = 5,16.10^{-2} m^3.

La taille moyenne des particules est de 12,8 µm, soit, en considérant ces particules sphériques, un volume moyen de :

$v = \frac{4}{3}.\pi.\left(\frac{12,8}{2}\right)^3 = 1,1.10^{-15} m^3$. On a donc 1,45.10^{13} particules dans le volume V.

Considérons maintenant un cube de volume V. Son arête est $\sqrt[3]{V} = 0,372m$. Sur cette arête se trouvent alignées un certain nombre de particules égal à :

$$\sqrt[3]{1,45.10^{13}} = 24385 particules$$

Connaissant la longueur de l'arête, le nombre et le diamètre des particules et supposant qu'elles y sont régulièrement réparties, l'espace moyen entre les particules est de :

$$\boxed{\frac{0{,}372-\left(24385\times 12{,}8.10^{-6}\right)}{24384}=2{,}5.10^{-6}\,m}$$

Les particules sont donc espacées de 2,5 µm, comme le montre la figure ci-dessous (à l'échelle) :

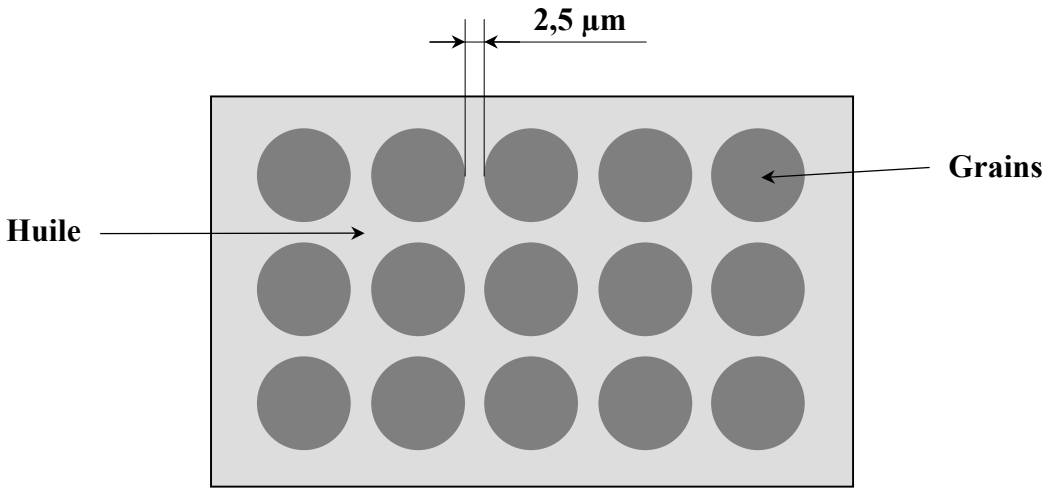


figure A4-1 : schématisation des grains d'abrasifs idéalisés et de leur espacement dans le *slurry*

ANNEXE 5 : DESCRIPTION DU TRIBOMETRE AVANT MODIFICATIONS

La figure A5-1 présente le tribomètre annulaire utilisé dans cette étude avant les modifications que nous avons apportées.

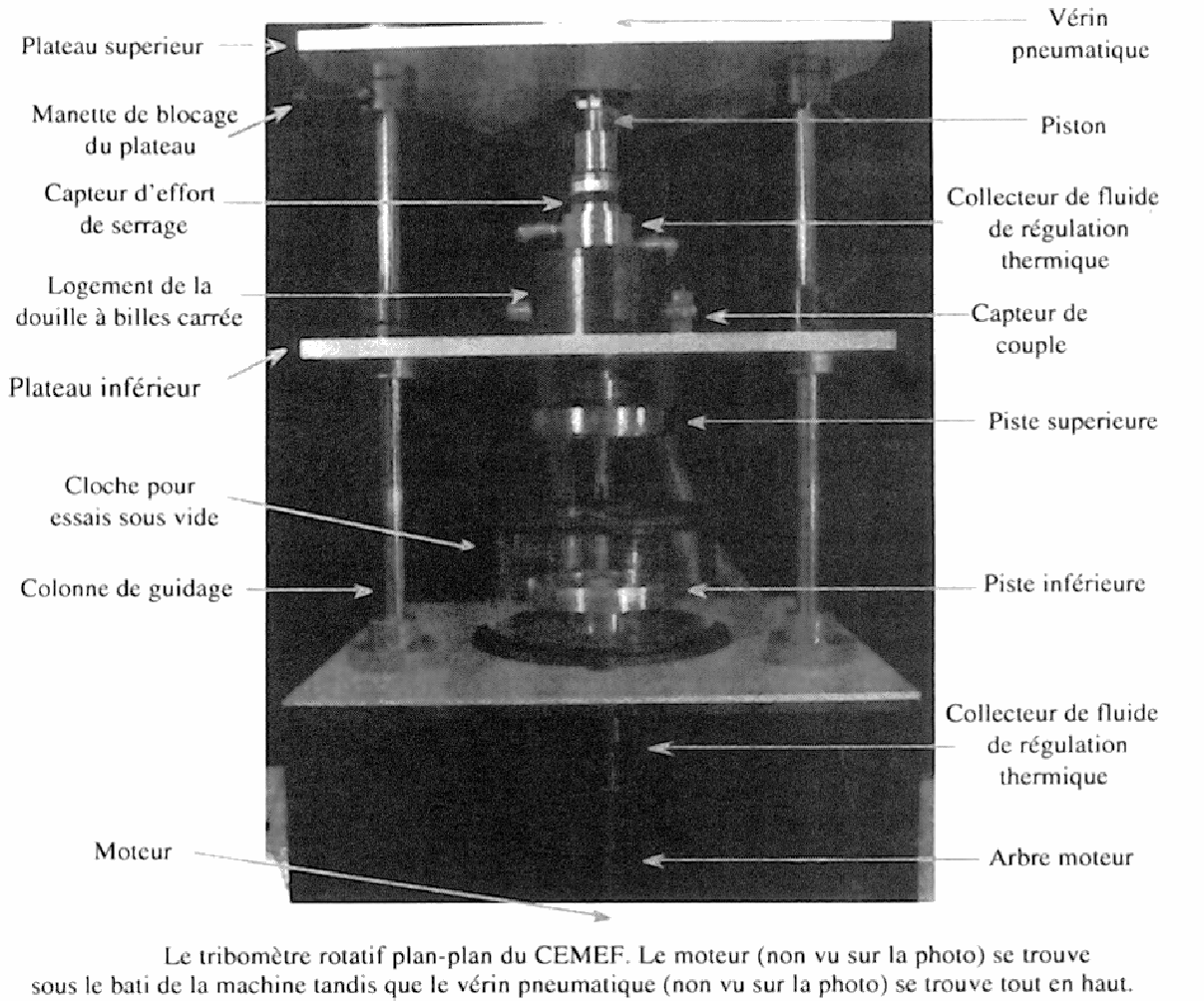


figure A5-1 : tribomètre annulaire plan-plan du Cemef

ANNEXE 6 : FROTTEMENT APPARENT, CONSTANTES DE VITESSE D'USURE ET PROFONDEUR DE PASSES

Le tableau ci-dessous résume les valeurs de frottement apparent, de profondeur de passe et de constantes de vitesse d'usure obtenues par les 16 simulations réalisées avec des angles d'attaque et des frottements locaux différents. Le mode d'écoulement du silicium est également rappelé.

angle indenteur (2θ)	angle attaque (β)	frottement local de Tresca	frottement apparent (F_t/W)	profondeur de pénétration (µm)	K (.10^{-11} Pa^{-1})	mode d'écoulement du silicium
90	45	0	0,83	6,6	5,0	usinage
		0,1	0,79	4,6	3,5	usinage
		0,2	0,75	3,7	4,9	bourrelet
		0,4	0,78	2,8	5,7	bourrelet
105	37,5	0	0,65	3,8	2,9	usinage
		0,1	0,64	3,4	2,9	bourrelet
		0,2	0,63	2,8	3,1	bourrelet
		0,4	0,71	2,9	3,7	bourrelet
120	30	0	0,49	2,8	2,15	usinage
		0,1	0,50	3,3	1,1	bourrelet
		0,2	0,54	2,6	1,5	bourrelet
		0,4	0,59	2,9	2,0	bourrelet
135	22,5	0	0,33	3,0	0	labourage
		0,1	0,37	3,1	0	labourage
		0,2	0,42	3,2	0	labourage
		0,4	0,49	3,0	0,9	bourrelet

tableau A6-1 : frottements apparents, profondeurs de pénétration et constantes de vitesse d'usure déduites des simulations numériques

ANALYSE ET OPTIMISATION DU PROCEDE DE DECOUPE DE PLAQUES DE SILICIUM

Résumé :

Cette étude s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le Centre de Mise en Forme des Matériaux, l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie et la société Photowatt et concerne l'une des étapes de la fabrication des modules photovoltaïques : la découpe de plaques minces de silicium multicristallin par sciage à fil.

Une étude bibliographique associée à l'observation des plaques brutes montre que le sciage à fil produit de l'abrasion trois corps et que l'enlèvement de matière se fait de manière ductile par formation de micro-copeaux. La profondeur d'indentation à laquelle se produit la transition ductile-fragile mise en évidence par l'étude bibliographique n'est donc pas franchie. L'abrasion produite peut être décrite par la loi classique d'Archard. La profondeur de la zone endommagée par la découpe a été estimée à 2,5 µm.

Une étude thermique a montré que la température de la découpe ne dépasse pas 50°C environ et qu'elle dépend de la capacité d'évacuation de la chaleur par le fil. L'analyse des défauts des plaques a permis d'identifier leur origine et de dégager des solutions. La mesure de l'usure du fil a montré que la réduction de son diamètre n'est envisageable que si son régime de défilement est rendu continu. Le gain de silicium, d'énergie sur plusieurs plans et l'amélioration de l'état de surface des plaques plaident également pour la suppression du régime alternatif (*back & forth*). Le recyclage de l'abrasif est envisageable, nous avons montré que son efficacité n'est en effet pas affectée par la découpe.

Un dispositif de simulation tribologique a été mis en place, il permet d'étudier l'abrasion du silicium dans les mêmes conditions que dans le sciage à fil. Un modèle mécanique reliant la courbure du fil aux paramètres issus du sciage et de la tribologie permet de prédire la hauteur de la nappe de fil, sa flèche en régime transitoire et permanent, la pression de contact et l'usure du fil.

Une simulation numérique de l'enlèvement de matière par des essais de rayure bidimensionnels a été réalisée. La concordance des ordres de grandeurs des constantes de vitesse d'usure obtenues par ce biais, par la simulation tribologique et par la déduction des mesures effectuées sur le procédé valide cette démarche. Elle a permis de dégager des orientations qui permettront de rendre la découpe plus performante en modifiant les abrasifs et le fluide.

Mots clés : silicium, sciage à fil, abrasion trois-corps, tribomètrie annulaire plan-plan, simulation numérique

ANALYSIS AND OPTIMIZATION OF SILICON WAFERS WIRE SAWING

Abstract :

This work has been done at the Centre de Mise en Forme des Matériaux and supported by the Agence de l'Environnement et la Maîtrise de l'Energie and Photowatt International SA. It concerns one of the stages of the production of photovoltaïcs solar cells : the cutting of multicrystalline silicon wafers by wire sawing.

A review of the literature combined with the observation of rough wafers shows that wire sawing involves 3-body abrasion and that material removal is achieved in a ductile manner and forms micro-chips. Therefore, the depth of indentation which is necessary for the ductile-fragile transition as shown by the review of the literature is not reached. The resulting abrasion can be described thanks to Archard's Law. The subsurface damage is 2.5 µm deep.

A thermal study has shown that the temperature of the cutting is no higher than about 50°C and that it depends on how much heat can be evacuated by the wire. Analyzing the flaws of the wafers has enabled us to identify their origins and to find solutions. The study of the wire's wear has proved that its diameter can be reduced only if the wire is drawn continuously. Energy can be saved at various stages, the surface of the wafers can be improved, these three arguments plead for the suppression of the back and forth.

A tribological device has been set up which allows us to study the abrasion of silicon in the same conditions as in the wire sawing. A mechanical model linking the bending of the wire to the parameters collected during the wire sawing process can predict how high the wire web will be in the transitional and permanent regimes, the contact pressure and the wire wear.

Material removal by plane strain scratch tests has been numerically simulated. The orders of magnitude of wear coefficients are identical to those deduced from tribological simulations and to those measured on the saws. This approach has opened new prospects which will improve the process by optimizing the abrasives and the fluid.

Keywords : silicon wafers, wire sawing, three-body abrasion, plane-plane rotative tribometer, numerical simulation.