

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 11: Test method for coefficients of linear thermal expansion of free-standing
materials for micro-electromechanical systems**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 11: Méthode d'essai pour les coefficients de dilatation thermique linéaire
des matériaux autonomes pour systèmes microélectromécaniques**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.



IEC 62047-11

Edition 1.0 2013-07

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 11: Test method for coefficients of linear thermal expansion of free-standing
materials for micro-electromechanical systems**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 11: Méthode d'essai pour les coefficients de dilatation thermique linéaire
des matériaux autonomes pour systèmes microélectromécaniques**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

R

ICS 31.080.99

ISBN 978-2-8322-0965-3

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	3
1 Scope.....	5
2 Normative References	5
3 Symbols and designations	5
4 Test piece	6
4.1 General	6
4.2 Shape of test piece	6
4.3 Test piece thickness.....	6
4.4 In-plane type test piece	7
4.5 Out-of-plane type test piece	7
5 Testing method and test apparatus.....	7
5.1 Measurement principle	7
5.1.1 General	7
5.1.2 In-plane method	8
5.1.3 Out-of-plane method.....	8
5.2 Test apparatus	9
5.2.1 General	9
5.2.2 In-plane method	9
5.2.3 Out-of-plane method.....	9
5.3 Temperature measurement.....	9
5.4 In-plane test piece handling.....	9
5.5 Thermal strain measurement	10
5.6 Heating speed	10
5.7 Data analysis	10
5.7.1 General	10
5.7.2 Terminal-based calculation	10
5.7.3 Slope calculation by linear least squares method.....	10
6 Test report.....	10
Annex A (informative) Test piece fabrication	12
Annex B (informative) Test piece handling example	13
Annex C (informative) Test piece releasing process.....	14
Annex D (informative) Out-of-plane test setup and test piece example.....	15
Annex E (informative) Data analysis example in in-plane test method	16
Annex F (informative) Data analysis example in out-of-plane test method	17
Bibliography.....	19
Figure 1 – Thin film test piece.....	6
Figure 2 – CLTE measurement principles.....	8
Figure A.1 – Schematic test piece fabrication process	12
Figure B.1 – Auxiliary jigs and a specimen example.....	13
Figure C.1 – Schematic illustration showing the test piece releasing process.....	14
Figure D.1 – Example of test setup and test piece	15
Figure E.1 – Example of CLTE measurement with an aluminium test piece	16
Figure F.1 – Example of CLTE measurement with a gold test piece	18
Table 1 – Symbols and designations.....	5

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SEMICONDUCTOR DEVICES – MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –

Part 11: Test method for coefficients of linear thermal expansion of free-standing materials for micro-electromechanical systems

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62047-11 has been prepared by subcommittee 47F: Micro-electromechanical systems, of IEC technical committee 47: Semiconductor devices.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
47F/154/FDIS	47F/161/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 62047 series, published under the general title *Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

SEMICONDUCTOR DEVICES – MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –

Part 11: Test method for coefficients of linear thermal expansion of free-standing materials for micro-electromechanical systems

1 Scope

This part of IEC 62047 specifies the test method to measure the linear thermal expansion coefficients (CLTE) of thin free-standing solid (metallic, ceramic, polymeric etc.) micro-electro-mechanical system (MEMS) materials with length between 0,1 mm and 1 mm and width between 10 μm and 1 mm and thickness between 0,1 μm and 1 mm, which are main structural materials used for MEMS, micromachines and others. This test method is applicable for the CLTE measurement in the temperature range from room temperature to 30 % of a material's melting temperature.

2 Normative References

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 62047-3, *Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices – Part 3: Thin film standard test piece for tensile-testing*

3 Symbols and designations

Symbols and corresponding designations are given in Table 1.

Table 1 – Symbols and designations

Symbol	Unit	Designation
g	μm	Gauge length
L_0	μm	Initial length of a test piece
L_T	μm	Length of a test piece at temperature T
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperature
t	μm	Thickness of a test piece
w	μm	Width of a test piece
α_{av}	$1/^{\circ}\text{C}$	Average coefficient of thermal expansion of a test piece
α_{S}	$1/^{\circ}\text{C}$	Average coefficient of thermal expansion of a substrate
δ_T	μm	Thermal deformation
ε_T	1	Thermal strain

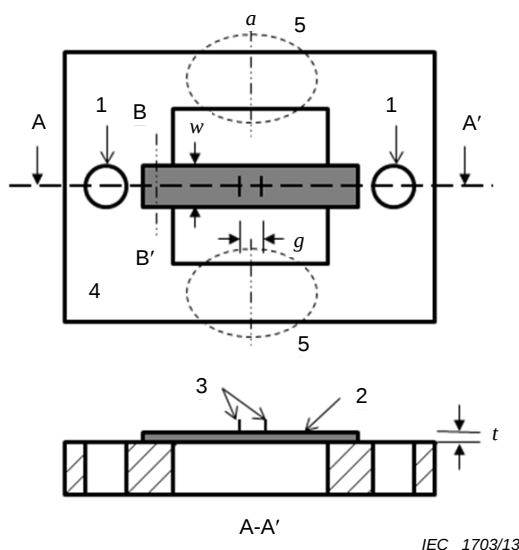
4 Test piece

4.1 General

The test piece shall be prepared in accordance with the IEC 62047-3. It should be fabricated through the same processes used for the device where the thin film is applied. It should have dimensions in the same order of that of the objective device component in order to minimize the size effect. There are many fabrication methods depending on the applications. A typical test piece fabrication method based on MEMS processes is shown in Annex A.

4.2 Shape of test piece

The dimensions of a test piece, such as thickness (t), width (w), and initial length (L_0), in Figure 1 should be designed to be the same order of the device. The dimensions shall be specified within the accuracy range of $\pm 1\%$ of the corresponding length scale. The cross sections along the line A-A' are indicated as cross-hatching in Figure 1. The gauge length in Figure 1 shall be measured from centre to centre of the gauge marks.



Key

- 1 holes for die fixing, tying a yarn or wire for the weight hanging
- 2 free-standing test piece
- 3 gauge marks to define a gauge length
- 4 substrate to accommodate a test piece
- 5 portions to be separated before testing to make a test piece free-standing

NOTE Imaginary line "a": The support straps "5" can be separated by cutting those along this line.

Figure 1 – Thin film test piece

4.3 Test piece thickness

Each test piece thickness shall be measured and the thickness should be recorded in the report. Each test piece thickness should be measured directly with calibrated equipment (for example scanning electron microscope, ellipsometer, etc.). However, the film thickness evaluated from step height (by scanning probe microscope, white light interferometric microscope, or surface profilometer, etc.) along the line B-B' in Figure 1 can be used as the thickness of a test piece.

4.4 In-plane type test piece

The internal stress of the test piece should have proper values in order not to cause curling of the test piece. Gauge marks should be formed in the middle of a test piece. The gauge marks should not restrict the elongation of the test piece and should have small influence on test result. The stiffness of the gauge mark should be less than $\pm 1\%$ of that of the test piece. The symmetry in the thickness direction should be maintained in order to avoid the curling of the test piece. A dummy part shall be attached to a test piece as shown in Figure C.1.

4.5 Out-of-plane type test piece

An out-of-plane type test piece may be used if the free-standing test piece has thickness below $1\text{ }\mu\text{m}$ or has low strength to hang a weight. The holes and gauge marks in Figure 1 are not necessary in case of out-of-plane type test. The supporting straps don't need to be separated. The test piece should be buckled concavely or convexly before measurement.

5 Testing method and test apparatus

5.1 Measurement principle

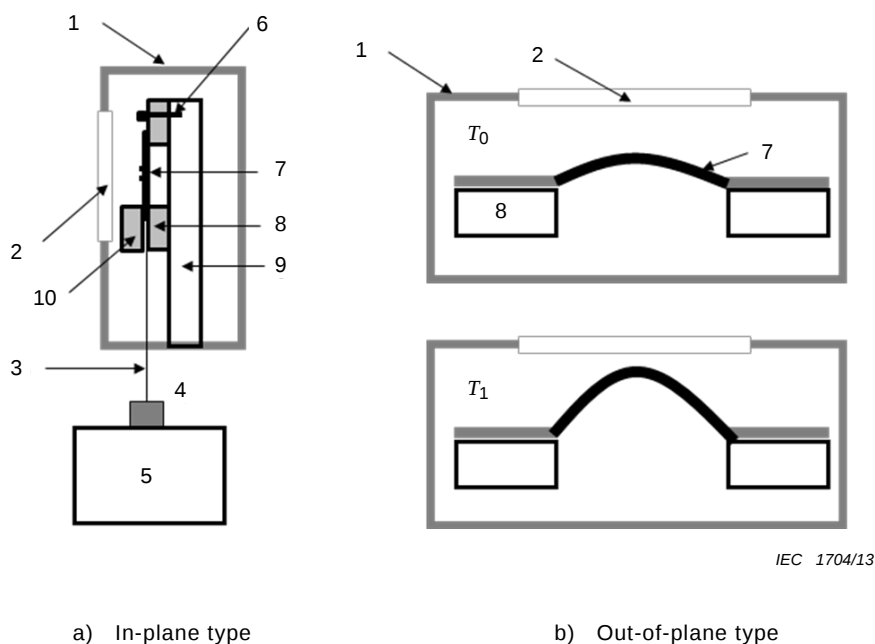
5.1.1 General

The average CLTE value shall be obtained by linearly correlating the thermal strain change ($\Delta\varepsilon_T$) by the corresponding temperature change (ΔT).

$$\alpha_{av} = \frac{\Delta\varepsilon_T}{\Delta T} \quad (1)$$

The thermal strains shall be obtained with two kinds of test methods as shown in Figure 2.

In-plane test method shall be preferred to out-of-plane method in the view points of accuracy and uncertainties. If there is no test setup as shown in Figure 2 a) and Figure C.1, out-of-plane method shall be used as an alternative because the out-of-plane method needs a furnace and measuring equipment.



Key

- 1 heating furnace equipped with a hatch
- 2 viewport to observe and measure deformation of a test piece
- 3 metal wire or yarn to hang a weight
- 4 weight
- 5 translational stage to hold and release a weight
- 6 bolt to fix a die to the test die holder
- 7 free-standing test piece
- 8 test die
- 9 test die holder
- 10 dummy part for the symmetry of a test piece

Figure 2 – CLTE measurement principles

5.1.2 In-plane method

The thermal deformation (δ_T) shall be measured directly as a function of temperature by using a noncontact in-plane displacement measurement technique (laser interferometry, 2-D digital image correlation, etc.). The specimen should be in a furnace as shown in Figure 2a). The weight should be hung to a test piece in order to make it flattened. The elastic modulus should be independent of temperature in the range of measurement. The plastic deformation due to weight (yielding) or temperature (creep) should be avoided. The thermal strain shall be calculated by dividing the elongation by the gauge length.

$$\varepsilon_T = \frac{\delta_T}{g} \quad (2)$$

5.1.3 Out-of-plane method

The entire profile of a specimen along the length direction should be measured as a function of temperature by an accurate out-of-plane displacement measurement method (white light interferometric microscope, laser Doppler interferometer, 3-D digital image correlation, etc) as shown in Figure 2b). A test piece should be initially buckled. The initial length (L_0) at room temperature and successive lengths (L_T) at different temperatures of a specimen shall be calculated with the profiles measured. The thermal deformation (δ_T) shall be the difference

between L_T and L_0 . The thermal strain shall be calculated by dividing the deformation by the initial length.

$$\varepsilon_T = \frac{\delta_T}{L_0} = \frac{L_T - L_0}{L_0} \quad (3)$$

The CLTE of a substrate should be considered to calculate the accurate CLTE of the test piece because both experience the same amount of temperature change. The substrate effect shall be considered by adding the CLTE of the substrate to the average CLTE value from measurement. The CLTE of the substrate should be measured by using a test standard [1, 2, 3]¹ if there is no certified CLTE value for the substrate.

$$\alpha_{av} = \frac{\Delta\varepsilon_T}{\Delta T} + \alpha_s \quad (4)$$

5.2 Test apparatus

5.2.1 General

The test piece should be seated in a furnace. The temperature of the furnace should be controlled within ± 1 °C by the feedback control.

5.2.2 In-plane method

A test apparatus shall be equipped with basic components shown in Figure 2a). A transparent window like a glass shall be used as a viewport. The hatch of a furnace should be closed and a predetermined weight should be hung to the yarn or metal wire to make a test piece flat enough but not to the point where it could yield. A test piece should be in a free-standing state before heating it up. See Annexes B and C.

5.2.3 Out-of-plane method

A furnace having a view port is only needed to heat up a test piece. A test piece should be in a free-standing state before heating it up. See Annex D.

5.3 Temperature measurement

The method of temperature measurement should be sufficiently sensitive and reliable. Temperature measurements should be made with a calibrated thermometer. Contact (thermocouple, etc.) or noncontact (infrared thermometers, optical pyrometers, etc.) thermometers shall be used. The temperature sensor that enables to measure $\pm 0,5$ % of the maximum temperature accuracy shall be used and should be calibrated periodically. The temperature sensing points should be located very near to a test piece to measure the temperature accurately. The temperature distribution in the length direction should be doubly checked by a noncontact sensor like an IR thermometer.

5.4 In-plane test piece handling

A metal wire or yarn should be tied around a right hole in Figure 1 for the later weight hanging. The supporting portions in Figure 1 should be separated by cutting those before setting it up to the furnace. The test piece should be handled with special care after separating the supporting portions. This step can be skipped if a test piece is robust enough to handle easily. See Annex B.

¹ Figures in square brackets refer to the bibliography.

5.5 Thermal strain measurement

A displacement measurement method that enables to measure 0,01 % strain value shall be used. Displacement should be measured at every 1 °C during a test to adequately define the temperature-strain curve.

5.6 Heating speed

The thermal strains should be recorded as a function of temperature while raising the temperature below the rate of 1 °C/min to avoid thermal inertia.

5.7 Data analysis

5.7.1 General

The average CLTE shall be calculated by using one of the following methods.

5.7.2 Terminal-based calculation

The average linear CLTE value shall be calculated by dividing the thermal strain difference ($\Delta\varepsilon_T$) by the corresponding temperature difference (ΔT). The temperature-strain curve should be linear in the range of interest.

5.7.3 Slope calculation by linear least squares method

The linear least squares method shall be used to fit the thermal strain (ε_T) versus temperature (T) data. The average CLTE (α_{av}) shall be the slope of the linearly fitted curve. The intercept on the thermal strain axis (ε_{T0}) does not affect the result at all. The coefficient of correlation shall be over 0,95 to ensure the linearity. See Annexes E and F.

$$\varepsilon_T = \alpha_{av}T + \varepsilon_0 \quad (5)$$

6 Test report

The test report shall contain at least the following information.

- a) reference to this international standard;
- b) identification number of the test piece;
- c) displacement measuring equipment;
 - type;
 - sensitivity and accuracy;
- d) test piece material;
 - in case of single crystal: crystallographic orientation;
 - in case of polycrystal: texture and grain size;
- e) shape and dimension of test piece;
 - type (in-plane or out-of-plane)
 - picture;
 - gauge length (in-plane method only);
 - thickness;
 - width;
- f) test piece fabrication method and its detail;
 - deposition method;

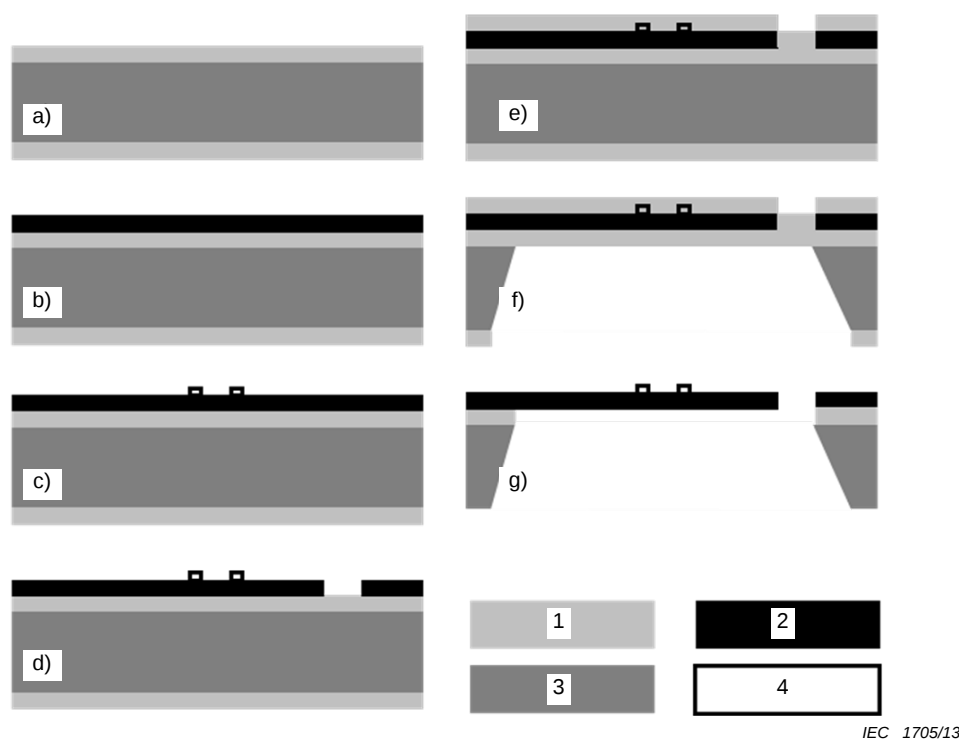
- fabrication condition;
- g) weights and stresses induced (in-plane method only);
- h) temperature measurement method and its accuracy;
- i) measured properties and results;
 - thermal strain curve;
 - average linear coefficient of thermal expansion;
 - calculation methods (terminal-based or least squares method);
 - temperature range.

Annex A (informative)

Test piece fabrication

A test piece should be fabricated using the same MEMS processes as those of the device where the thin film is applied. A typical test piece fabrication process is shown in Figure A.1.

- Deposit oxide layers on both sides of a bare substrate like a (100) silicon wafer.
- Deposit test material (for example, Al, Au, Si_3N_4 , etc.) on top of the oxide film. An adhesion layer shall be deposited between oxide and test material layers to improve adhesion between them. The thickness of the adhesion layer should be minimized in order not to affect the measurement.
- Deposit and pattern a thin layer to form gauge marks. This process shall be skipped according to the displacement measurement techniques. The thickness should be minimized in order not to reinforce the test piece.
- Pattern the target film to make the shape of a test piece. The patterning is done by a photolithography process.
- Passivate the patterned test piece by oxide or photoresist.
- Etch the substrate from backside to make the film free-standing.
- Remove the photoresist and oxide to get a free-standing test piece.



Key

- silicon dioxide, SiO_2
- test piece material
- substrate
- markers to form the gauge length

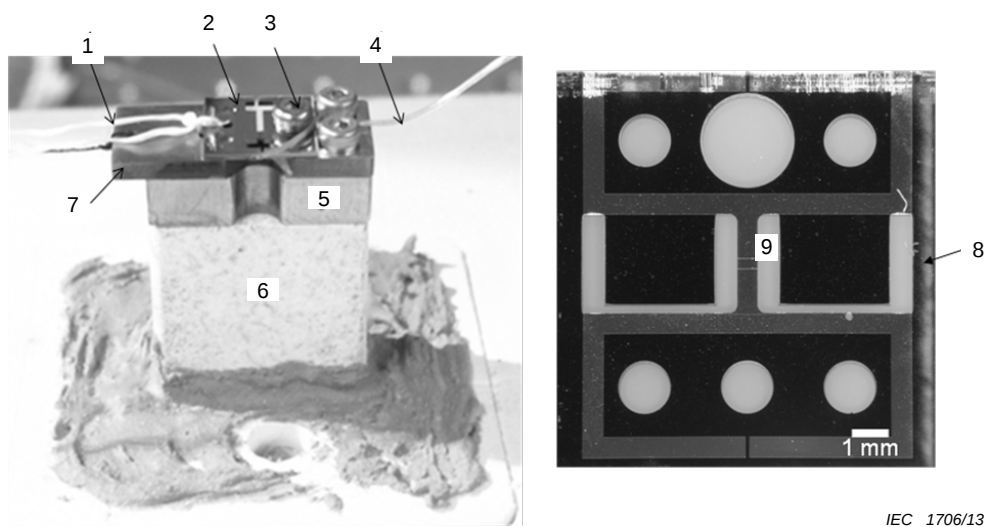
NOTE The fabrication processes depend on the measurement methods and applications.

Figure A.1 – Schematic test piece fabrication process

Annex B
(informative)

Test piece handling example

A metal wire or yarn (1) is tied around a lower centre hole of a test piece (See Figure B.1) in order to subsequently hang a weight. A test die (2) should be fixed to a base jig (5) with the aid of a safety jig (7), a bolt (3) and wax, which remains solid at room temperature but melts at a certain melting temperature of approximately 60 °C. The two support straps (8) should be cut with a diamond saw to leave a completely free-standing uniaxial test piece (9). This set is assembled to the furnace jig (6) as shown in Figure B.1. A thermocouple (4) is placed very close to a test piece to measure the temperature accurately.



IEC 1706/13

Key

- | | |
|----------------------------|-----------------|
| 1 yarn | 2 test die |
| 3 bolt | 4 thermocouple |
| 5 base jig | 6 furnace jig |
| 7 safety jig | 8 support strap |
| 9 free-standing test piece | |

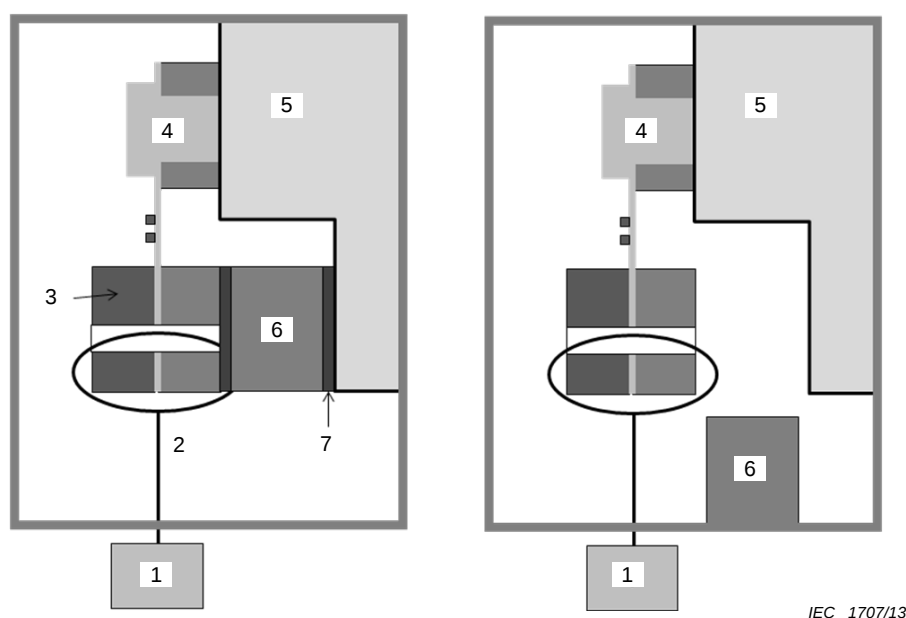
Figure B.1 – Auxiliary jigs and a specimen example

Annex C (informative)

Test piece releasing process

The test piece releasing process is schematically illustrated in Figure C.1.

- Set up the whole assembly containing test die, base jig, safety jig and furnace jig in a heating furnace. Attach a balancing dummy part to a test die to make the free-standing test piece symmetric in the thickness direction. See Annex B.
- Hang a weight to the yarn.
- Raise the furnace temperature around 60 °C to melt the wax among the test die, safety jig, and base jig. After melting the wax, the test piece becomes free-standing carrying a weight.



IEC 1707/13

Key

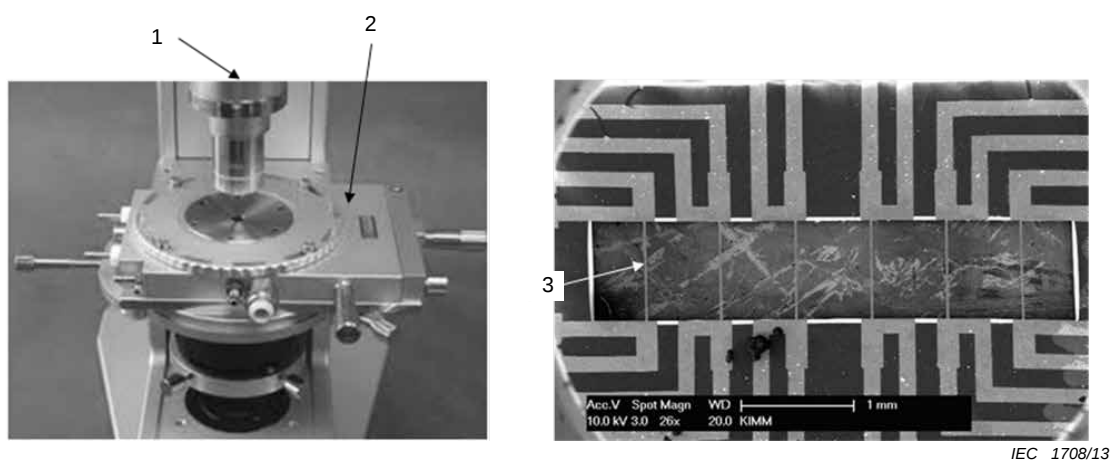
- | | |
|------------------------|--------------|
| 1 weight | 2 yarn |
| 3 balancing dummy part | 4 bolt |
| 5 base jig | 6 safety jig |
| 7 wax | |

Figure C.1 – Schematic illustration showing the test piece releasing process

Annex D (informative)

Out-of-plane test setup and test piece example

Figure D.1 presents examples of a test setup and a test piece for the out-of-plane test method. The test piece is initially buckled in order to measure the thermal strain from the beginning. The status of a test piece is checked by measuring its profile with a noncontact out-of-plane displacement measuring equipment.



Key

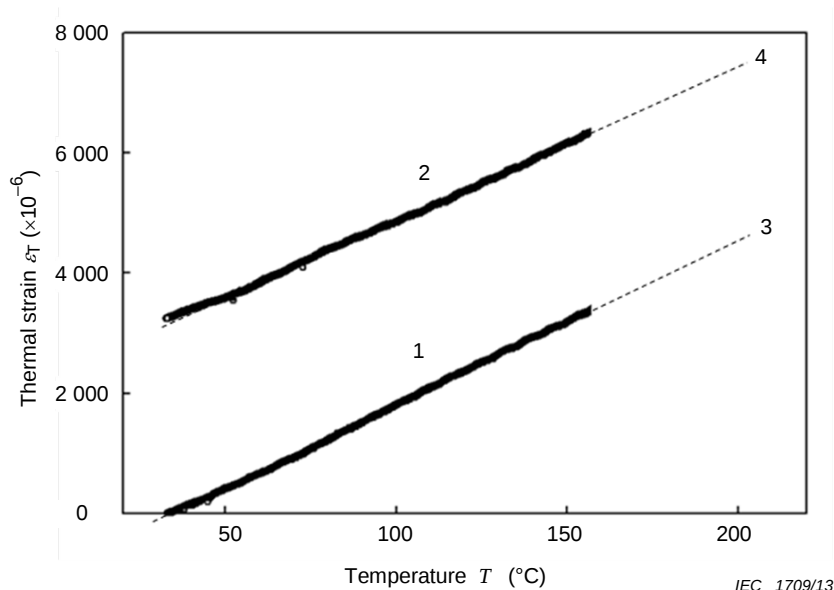
- 1 white light interferometric microscope
- 2 heating furnace
- 3 free-standing test piece (20 μm wide and 1 mm long, gold)

Figure D.1 – Example of test setup and test piece

Annex E (informative)

Data analysis example in in-plane test method

Figure E.1 presents the result of an in-plane measurement in which the aluminium test piece was heated from room temperature of 25 °C to 160 °C and then cooled back to room temperature. The two curves were shifted on purpose to see the differences in more detail. The test had a weight of 20 grams (74 MPa stress). The average CLTE value was estimated as the slopes of the thermal strain versus temperature curves. The CLTE was estimated as $28 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in the heating stage and $25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ in the cooling stage.



Key

- 1 data in the heating stage
- 2 data in the cooling stage
- 3 line fitted by linear least squares analysis for the data in the heating stage
- 4 line fitted by linear least squares analysis for the data in the cooling stage

Figure E.1 – Example of CLTE measurement with an aluminium test piece

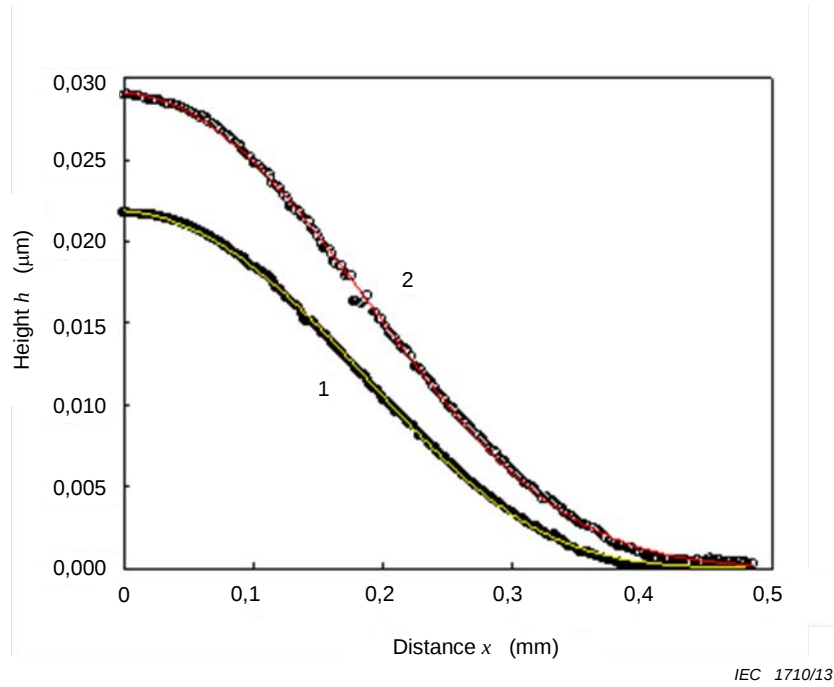
Annex F (informative)

Data analysis example in out-of-plane test method

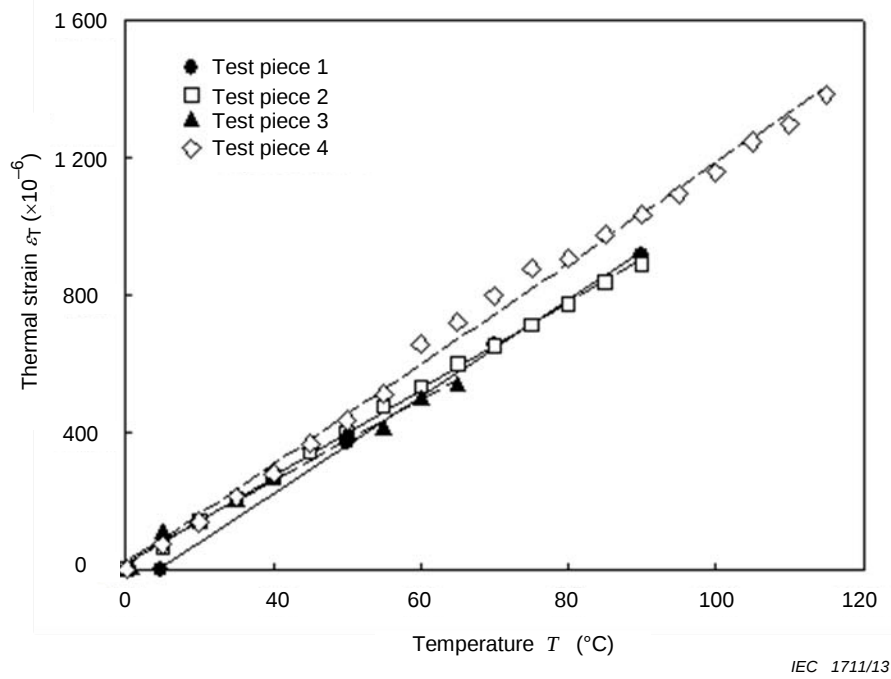
Figure F.1a) presents two examples of profiles measured by a white light interferometric microscope for gold test piece at two different temperatures ($T_2 > T_1$). The data points should be fitted to get a closed form equation to integrate and thus calculate the length. In principle, the data is fitted to sinusoidal equation because it is the solution to the buckling problem. However, the tail portions in Figure F.1 converge to 0 because the test piece was fixed to the substrate. A four-parameter (a, b, c, x_0) Weibull curve as shown in Equation (F.1) is one of the appropriate curve fitting models. The fitted curves are shown in Figure F.1a) with their raw data points. The data points follow the curve very well.

$$y(x) = a \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1-c}{c}} \left[\frac{x-x_0}{b} + \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right]^{c-1} e^{-\left[\frac{x-x_0}{b} + \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right]} + \frac{c-1}{c} \quad (\text{F.1})$$

The thermal strains for four different specimens were calculated by Equation (3) and plotted in Figure F.1b) while raising the temperature from room temperature of 20 °C to 120 °C. The symbols represent data points and the lines fitted by linear least-squares method. The average CLTE value was estimated as the slopes of the thermal strain versus temperature curves as explained in 5.7.3. The CLTE was estimated to $13,3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. The final CLTE shall be calculated by adding the CLTE of the silicon substrate of $3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. The final CLTE of the gold film is $16,3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.



a) Out-of-plane profiles at two temperatures



b) Thermal strain as a function of temperature

Key

- 1 data and four-parameter Weibull fitting at temperature T_1
- 2 data and four-parameter Weibull fitting at temperature T_2 ($> T_1$)

Figure F.1 – Example of CLTE measurement with a gold test piece

Bibliography

- [1] ASTM E228 – 11, *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Push-Rod Dilatometer*
 - [2] ASTM E289 – 04(2010), *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Rigid Solids with Interferometry*
 - [3] ASTM E831 – 06, *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis*
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	22
1 Domaine d'application	24
2 Références normatives	24
3 Symboles et désignations	24
4 Éprouvette d'essai	25
4.1 Généralités	25
4.2 Forme de l'éprouvette d'essai	25
4.3 Épaisseur de l'éprouvette d'essai	25
4.4 Éprouvette d'essai du type dans le plan	26
4.5 Éprouvette d'essai du type hors plan	26
5 Méthode d'essai et appareillage d'essai	26
5.1 Principe de mesure	26
5.1.1 Généralités	26
5.1.2 Méthode dans le plan	27
5.1.3 Méthode hors plan	27
5.2 Appareillage d'essai	28
5.2.1 Généralités	28
5.2.2 Méthode dans le plan	28
5.2.3 Méthode hors plan	28
5.3 Mesure de température	28
5.4 Manipulation d'une éprouvette d'essai dans le plan	29
5.5 Mesure de contrainte thermique	29
5.6 Vitesse de chauffage	29
5.7 Analyse des données	29
5.7.1 Généralités	29
5.7.2 Calcul basé sur les bornes	29
5.7.3 Calcul de pente par la méthode linéaire des moindres carrés	29
6 Rapport d'essai	29
Annexe A (informative) Fabrication de l'éprouvette d'essai	31
Annexe B (informative) Exemple de manipulation d'une éprouvette d'essai	32
Annexe C (informative) Processus de libération de l'éprouvette d'essai	33
Annexe D (informative) Montage d'essai hors plan et exemple d'éprouvette d'essai	34
Annexe E (informative) Exemple d'analyse de données de la méthode d'essai dans le plan	35
Annexe F (informative) Exemple d'analyse de données de la méthode d'essai hors plan	36
Bibliographie	38
Figure 1 – Éprouvette d'essai en couche mince	25
Figure 2 – Principes de mesure du CLTE	27
Figure A.1 – Schéma du processus de fabrication d'une éprouvette d'essai	31
Figure B.1 – Montures auxiliaires et exemple d'éprouvette	32
Figure C.1 – Illustration schématique représentant le processus de libération de l'éprouvette d'essai	33
Figure D.1 – Exemple de montage d'essai et éprouvette d'essai	34

Figure E.1 – Exemple de mesure de CLTE avec une éprouvette d'essai en aluminium.....	35
Figure F.1 – Exemple de mesure de CLTE avec une éprouvette d'essai en or	37
Tableau 1 – Symboles et désignations	24

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS MICROÉLECTROMÉCANIQUES –

Partie 11: Méthode d'essai pour les coefficients de dilatation thermique linéaire des matériaux autonomes pour systèmes microélectromécaniques

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62047-11 a été établie par le sous-comité 47F: Systèmes microélectromécaniques, du comité d'études 47 de la CEI: Dispositifs à semiconducteurs.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
47F/154/FDIS	47F/161/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 62047, publiées sous le titre général *Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous «<http://webstore.iec.ch>» dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo "*colour inside*" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS MICROÉLECTROMÉCANIQUES –

Partie 11: Méthode d'essai pour les coefficients de dilatation thermique linéaire des matériaux autonomes pour systèmes microélectromécaniques

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 62047 définit la méthode d'essai pour mesurer les coefficients de dilatation thermique linéaire (CLTE) de matériaux de systèmes micro-électromécaniques (MEMS) solides autonomes minces (métalliques, céramiques, polymères, etc.) dont la longueur est comprise entre 0,1 mm et 1 mm, la largeur entre 10 μm et 1 mm et l'épaisseur entre 0,1 μm et 1 mm, qui sont les matériaux structuraux principaux utilisés pour les MEMS, les micromachines et autres. Cette méthode d'essai peut s'appliquer à la mesure des CLTE dans la gamme de températures allant de la température ambiante jusqu'à 30 % de la température de fusion du matériau.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 62047-3, *Dispositifs à semiconducteurs - Dispositifs microélectromécaniques – Partie 3: Éprouvette d'essai normalisée en couche mince pour l'essai de traction*

3 Symboles et désignations

Les symboles et les désignations correspondantes sont indiqués dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Symboles et désignations

Symbole	Unité	Désignation
g	μm	Longueur de calibre
L_0	μm	Longueur initiale d'une éprouvette d'essai
L_T	μm	Longueur d'une éprouvette d'essai à la température T
T	$^{\circ}\text{C}$	Température
t	μm	Épaisseur d'une éprouvette d'essai
w	μm	Largeur d'une éprouvette d'essai
α_{av}	$1/^{\circ}\text{C}$	Coefficient de dilatation thermique moyen d'une éprouvette d'essai
α_S	$1/^{\circ}\text{C}$	Coefficient de dilatation thermique moyen d'un substrat
δ_T	μm	Déformation thermique
ε_T	1	Contrainte thermique

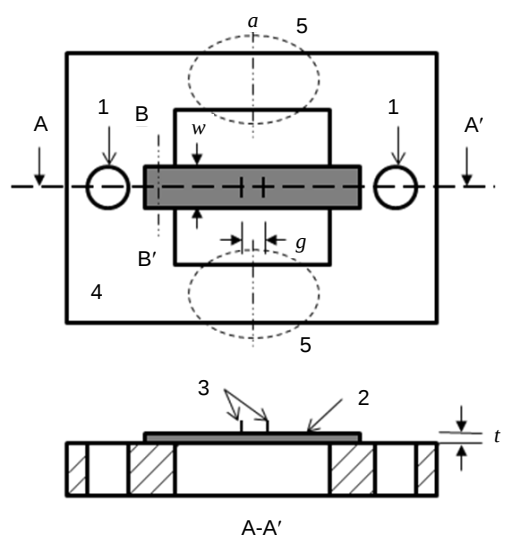
4 Éprouvette d'essai

4.1 Généralités

L'éprouvette d'essai doit être préparée conformément à la CEI 62047-3. Il convient de la fabriquer au moyen du même processus que celui qui est utilisé pour le dispositif auquel est appliquée la couche mince. Il convient qu'elle ait des dimensions du même ordre que celles du composant du dispositif objectif afin de minimiser l'effet de taille. Il existe un grand nombre de méthodes de fabrication en fonction des applications. Une méthode de fabrication type d'éprouvette d'essai basée sur des processus de MEMS est présentée à l'Annexe A.

4.2 Forme de l'éprouvette d'essai

Il convient de concevoir les dimensions d'une éprouvette d'essai, telles que l'épaisseur (t), la largeur (w) et la longueur initiale (L_0), de la Figure 1, de telle manière à être du même ordre de grandeur que le dispositif. Les dimensions doivent être spécifiées dans la plage d'exactitudes de $\pm 1\%$ de l'échelle de longueur correspondante. Les sections transversales le long de la ligne A-A' sont indiquées par des contre-hachures dans la Figure 1. La longueur de calibre de la Figure 1 doit être mesurée entre les centres des marques repère.



Légende

- 1 trous de fixation de puce, d'attache de fil textile ou de fil métallique pour suspendre un poids
- 2 éprouvette d'essai autonome
- 3 marques repère pour définir une longueur de calibre
- 4 substrat destiné à recevoir une éprouvette d'essai
- 5 parties à séparer avant essai pour rendre autonome une éprouvette d'essai

NOTE Ligne imaginaire «a»: Les bandes de support «5» peuvent être séparées en les coupant sur cette ligne.

Figure 1 – Éprouvette d'essai en couche mince

4.3 Épaisseur de l'éprouvette d'essai

L'épaisseur de chaque éprouvette d'essai doit être mesurée et il convient d'enregistrer l'épaisseur dans le rapport. Il convient de mesurer directement l'épaisseur de chaque éprouvette d'essai avec un matériel étalonné (par exemple, un microscope électronique à balayage, un ellipsomètre, etc.). Cependant, l'épaisseur de couche évaluée d'après la hauteur d'échelon (au moyen d'un microscope en champ proche, d'un microscope interférométrique en lumière blanche, ou d'un profilomètre de surface, etc.) sur la ligne B-B' de la Figure 1 peut être utilisée comme épaisseur d'une éprouvette d'essai.

4.4 Éprouvette d'essai du type dans le plan

Il convient que la contrainte interne de l'éprouvette d'essai ait des valeurs propres pour ne pas provoquer son bouclage. Il convient de former des marques repère au milieu d'une éprouvette d'essai. Il convient que les marques repère ne limitent pas l'allongement de l'éprouvette d'essai et il convient qu'elles aient peu d'influence sur le résultat d'essai. Il convient que la rigidité de la marque repère soit inférieure à $\pm 1 \%$ de celle de l'éprouvette d'essai. Il convient de maintenir la symétrie dans le sens de l'épaisseur pour éviter le bouclage de l'éprouvette d'essai. Une partie fictive doit être fixée à une éprouvette d'essai, comme représenté à la Figure C.1.

4.5 Éprouvette d'essai du type hors plan

On peut utiliser une éprouvette du type hors plan si l'éprouvette autonome possède une épaisseur inférieure à $1 \mu\text{m}$ ou présente une faible résistance pour suspendre un poids. Les trous et les marques repère de la Figure 1 ne sont pas nécessaires dans le cas de l'essai du type hors plan. Il n'est pas nécessaire de séparer les bandes de support. Il convient de déformer l'éprouvette de manière concave ou convexe avant la mesure.

5 Méthode d'essai et appareillage d'essai

5.1 Principe de mesure

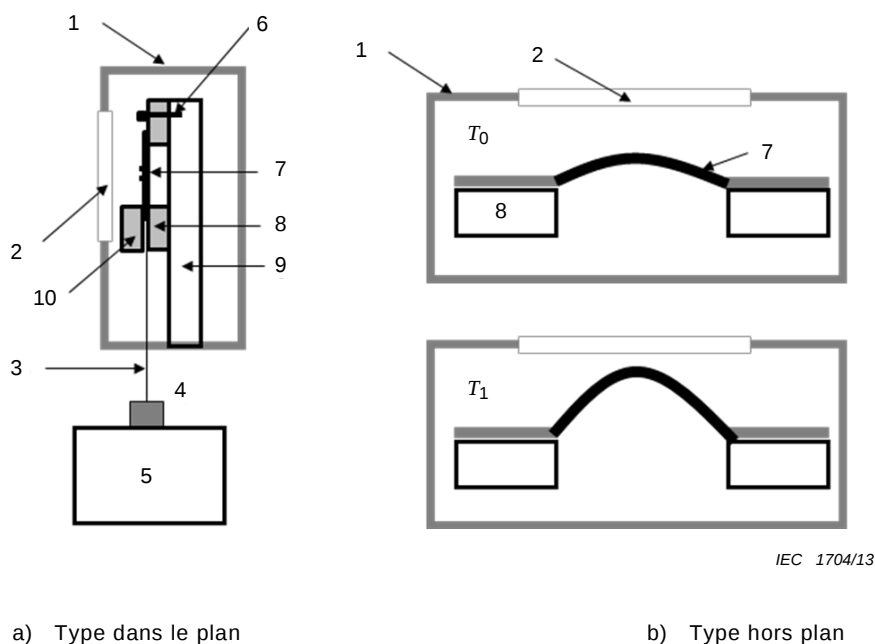
5.1.1 Généralités

La valeur du CLTE moyen doit être obtenue par corrélation linéaire de la variation de contrainte thermique ($\Delta\epsilon_T$) avec la variation de température correspondante (ΔT).

$$\alpha_{av} = \frac{\Delta\epsilon_T}{\Delta T} \quad (1)$$

Les contraintes thermiques doivent être obtenues au moyen de deux types de méthodes d'essai, comme représenté à la Figure 2.

La méthode d'essai dans le plan doit être préférée à la méthode hors plan du point de vue de l'exactitude et des incertitudes. S'il n'y a pas de montage d'essai comme représenté à la Figure 2a) et à la Figure C.1, on doit utiliser comme alternative la méthode hors plan, car la méthode hors plan nécessite un four et un matériel de mesure.



Légende

- 1 four chauffant équipé d'une trappe
- 2 fenêtre d'observation pour observer et mesurer la déformation d'une éprouvette d'essai
- 3 fil métallique ou fil textile pour suspendre un poids
- 4 poids
- 5 étage de translation pour tenir et libérer un poids
- 6 boulon pour fixer une puce au support de puce d'essai
- 7 éprouvette d'essai autonome
- 8 puce d'essai
- 9 support de puce d'essai
- 10 partie fictive pour symétriser une éprouvette d'essai

Figure 2 – Principes de mesure du CLTE

5.1.2 Méthode dans le plan

La déformation thermique (δ_T) doit être mesurée directement en fonction de la température en utilisant une technique de mesure de déplacement dans le plan sans contact (interférométrie laser, corrélation d'image numérique bidimensionnelle, etc.). Il convient que l'éprouvette soit placée dans un four, comme représenté à la Figure 2a). Il convient de suspendre le poids à une éprouvette pour l'aplatir. Il convient que le module d'élasticité soit indépendant de la température dans la gamme de mesure. Il convient d'éviter la déformation plastique due au poids (flexion) ou à la température (fluage). La contrainte thermique doit être calculée en divisant l'allongement par la longueur de calibre.

$$\varepsilon_T = \frac{\delta_T}{g} \quad (2)$$

5.1.3 Méthode hors plan

Il convient de mesurer le profil complet d'une éprouvette dans le sens de la longueur en fonction de la température au moyen d'une méthode de mesure de déplacement hors plan précise (microscope interférométrique en lumière blanche, interféromètre doppler à laser, corrélation d'image tridimensionnelle, etc.) comme représenté à la Figure 2b). Il convient de déformer initialement une éprouvette. La longueur initiale (L_0) à la température ambiante et

les longueurs successives (L_T) à des températures différentes d'une éprouvette doivent être calculées avec les profils mesurés. La déformation thermique (δ_T) doit être égale à la différence entre L_T et L_0 . La contrainte thermique doit être calculée en divisant la déformation par la longueur initiale.

$$\varepsilon_T = \frac{\delta_T}{L_0} = \frac{L_T - L_0}{L_0} \quad (3)$$

Pour calculer le CLTE précis de l'éprouvette, il convient de tenir compte du CLTE d'un substrat car ils sont tous deux soumis à la même variation de température. On doit tenir compte de l'effet du substrat en additionnant le CLTE du substrat et la valeur du CLTE moyen de la mesure. Il convient de mesurer le CLTE du substrat en utilisant un étalon d'essai [1, 2, 3]¹ s'il n'existe pas de valeur de CLTE certifiée pour le substrat.

$$\alpha_{av} = \frac{\Delta \varepsilon_T}{\Delta T} + \alpha_S \quad (4)$$

5.2 Appareillage d'essai

5.2.1 Généralités

Il convient de placer l'éprouvette d'essai dans un four. Il convient de réguler la température du four à ± 1 °C au moyen de l'asservissement.

5.2.2 Méthode dans le plan

Un appareillage d'essai doit être équipé des composants de base représentés à la Figure 2a). Une fenêtre transparente telle qu'une vitre doit être utilisée comme fenêtre d'observation. Il convient de fermer la trappe d'un four et de suspendre un poids prédéterminé au fil ou fil métallique pour aplatir suffisamment une éprouvette d'essai mais pas au point de faire une flexion. Il convient qu'une éprouvette d'essai soit dans un état autonome avant de la chauffer. Voir Annexes B et C.

5.2.3 Méthode hors plan

Seul un four comportant une fenêtre d'observation est nécessaire pour chauffer une éprouvette d'essai. Il convient qu'une éprouvette d'essai soit dans un état autonome avant de la chauffer. Voir Annexe D.

5.3 Mesure de température

Il convient que la méthode de mesure de température soit suffisamment sensible et fiable. Il convient d'effectuer les mesures de température au moyen d'un thermomètre étalonné. Des thermomètres à contact (couple thermoélectrique, etc.) ou sans contact (thermomètres à infrarouge, pyromètres optiques, etc.) doivent être utilisés. Le capteur de température permettant de mesurer $\pm 0,5$ % de la précision de température maximale doit être utilisé et il convient de l'étalonner périodiquement. Il convient de placer les points de prise de température très près d'une éprouvette d'essai, afin de mesurer exactement la température. Il convient de vérifier deux fois la distribution de température dans le sens de la longueur au moyen d'un capteur sans contact tel qu'un thermomètre infrarouge.

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

5.4 Manipulation d'une éprouvette d'essai dans le plan

Il convient d'attacher un fil métallique ou un fil textile autour d'un trou à droite sur la Figure 1 pour cette dernière suspension de poids. Il convient de séparer les parties de support de la Figure 1 en les découpant avant de les disposer dans le four. Il convient de manipuler l'éprouvette d'essai avec un soin particulier après séparation des parties de support. Cette étape peut être ignorée si une éprouvette d'essai est suffisamment robuste pour être manipulée facilement. Voir Annexe B.

5.5 Mesure de contrainte thermique

Une méthode de mesure de déplacement permettant de mesurer une valeur de contrainte à 0,01 % doit être utilisée. Il convient de mesurer le déplacement pour chaque degré Celsius pendant un essai pour définir de manière adéquate la courbe température-contrainte.

5.6 Vitesse de chauffage

Il convient d'enregistrer les contraintes thermiques en fonction de la température en élevant la température à une vitesse inférieure à 1 °C/min pour éviter l'inertie thermique.

5.7 Analyse des données

5.7.1 Généralités

Le CLTE moyen doit être calculé en utilisant l'une des méthodes suivantes.

5.7.2 Calcul basé sur les bornes

La valeur du CLTE linéaire moyen doit être calculée en divisant la différence de contrainte thermique ($\Delta\varepsilon_T$) par la différence de température correspondante (ΔT). Il convient que la courbe température-contrainte soit linéaire dans la plage d'intérêt.

5.7.3 Calcul de pente par la méthode linéaire des moindres carrés

La méthode linéaire des moindres carrés doit être utilisée pour ajuster la contrainte thermique (ε_T) en fonction des données de température (T). Le CLTE moyen (α_{av}) doit être la pente de la courbe ajustée linéairement. L'interception sur l'axe de la contrainte thermique (ε_{T0}) n'affecte pas du tout le résultat. Le coefficient de corrélation doit être supérieur à 0,95 pour garantir la linéarité. Voir Annexes E et F.

$$\varepsilon_T = \alpha_{av} T + \varepsilon_0 \quad (5)$$

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes.

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) le numéro d'identification de l'éprouvette d'essai;
- c) le matériel de mesure de déplacement;
 - le type;
 - la sensibilité et l'exactitude;
- d) le matériau de l'éprouvette;
 - dans le cas d'un monocristal: l'orientation cristallographique;
 - dans le cas d'un polycristal: la texture et la granulométrie;
- e) la forme et la dimension de l'éprouvette d'essai;

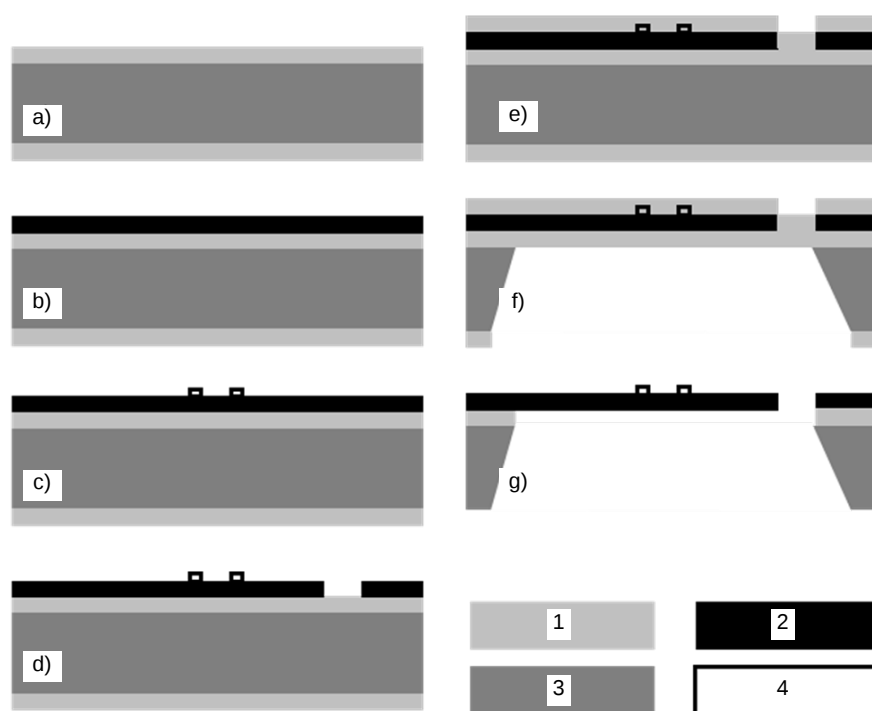
- le type (dans le plan ou hors plan)
- l'image;
- la longueur de calibre (méthode dans le plan seulement);
- l'épaisseur;
- la largeur;
- f) la méthode de fabrication de l'éprouvette d'essai ainsi que son détail;
 - la méthode de dépôt;
 - la condition de fabrication;
- g) les poids et contraintes induites (méthode dans le plan seulement);
- h) la méthode de mesure de température ainsi que son exactitude;
- i) les propriétés mesurées et les résultats;
 - la courbe de contrainte thermique;
 - le coefficient de dilatation thermique linéaire moyen;
 - les méthodes de calcul (méthode basée sur les bornes ou des moindres carrés);
 - la gamme de températures.

Annexe A (informative)

Fabrication de l'éprouvette d'essai

Il convient de fabriquer une éprouvette d'essai en utilisant les mêmes processus de MEMS que ceux du dispositif sur lequel la couche mince est appliquée. Un processus de fabrication type d'éprouvette d'essai est représenté à la Figure A.1.

- Déposer des couches d'oxyde sur les deux faces d'un substrat nu tel qu'une plaquette de silicium (100).
- Déposer le matériau d'essai (par exemple, Al, Au, Si_3N_4 , etc.) au-dessus du film d'oxyde. Une couche d'adhérence doit être déposée entre les couches d'oxyde et de matériau d'essai afin d'améliorer l'adhérence entre elles. Il convient de minimiser l'épaisseur de la couche d'adhérence afin de ne pas influencer sur la mesure.
- Déposer et créer un motif de couche mince pour former des marques repère. Ce processus doit être ignoré en fonction des techniques de mesure de déplacement. Il convient de minimiser l'épaisseur afin de ne pas renforcer l'éprouvette d'essai.
- Créer un motif du film cible pour réaliser la forme d'une éprouvette d'essai. La création de motif est réalisée par un processus de photolithographie.
- Passiver l'éprouvette d'essai avec motif par un oxyde ou une résine photosensible.
- Graver le substrat depuis la face arrière pour réaliser le film autonome.
- Enlever la résine photosensible et l'oxyde pour obtenir une éprouvette d'essai autonome.



IEC 1705/13

Légende

- dioxyde de silicium, SiO_2
- matériau de l'éprouvette d'essai
- substrat
- marqueurs pour former la longueur de calibre

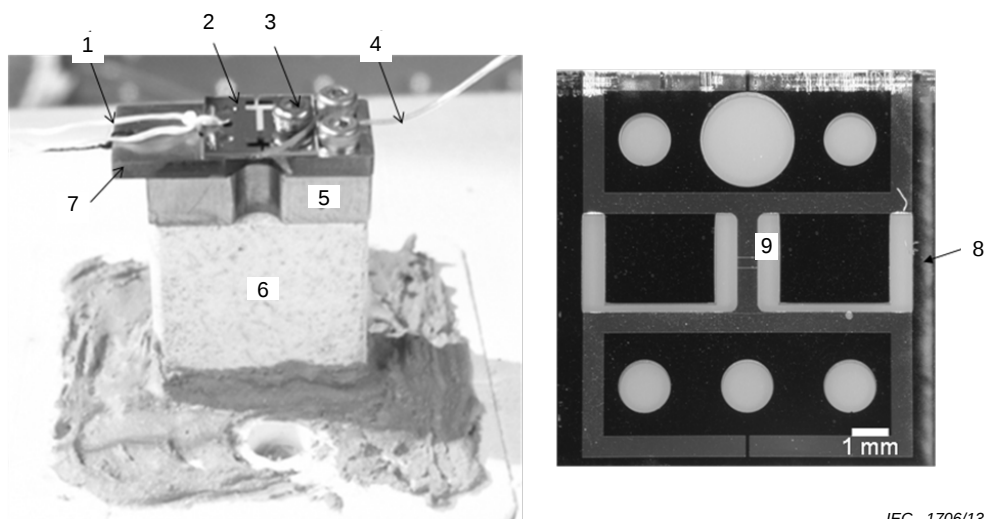
NOTE Les processus de fabrication dépendent des méthodes de mesure et des applications.

Figure A.1 – Schéma du processus de fabrication d'une éprouvette d'essai

Annexe B (informative)

Exemple de manipulation d'une éprouvette d'essai

Un fil métallique ou fil (1) est attaché autour d'un trou central inférieur d'une éprouvette d'essai (voir la Figure B.1) pour ensuite pendre un poids. Il convient de fixer une puce d'essai (2) à une monture de base (5) à l'aide d'une monture de sécurité (7), d'un boulon (3) et de cire, restant solide à la température ambiante mais fondant à une température de fusion d'approximativement 60 °C. Il convient de découper les deux bandes de support (8) à l'aide d'une scie au diamant pour obtenir une éprouvette d'essai uniaxiale entièrement autonome (9). Cet ensemble est assemblé sur la monture de four (6) comme représenté à la Figure B.1. Un couple thermoélectrique (4) est placé très près d'une éprouvette d'essai pour mesurer exactement la température.



Légende

- | | |
|-------------------------------|---------------------------|
| 1 fil textile | 2 puce d'essai |
| 3 boulon | 4 couple thermoélectrique |
| 5 monture de base | 6 monture de four |
| 7 monture de sécurité | 8 bande de support |
| 9 éprouvette d'essai autonome | |

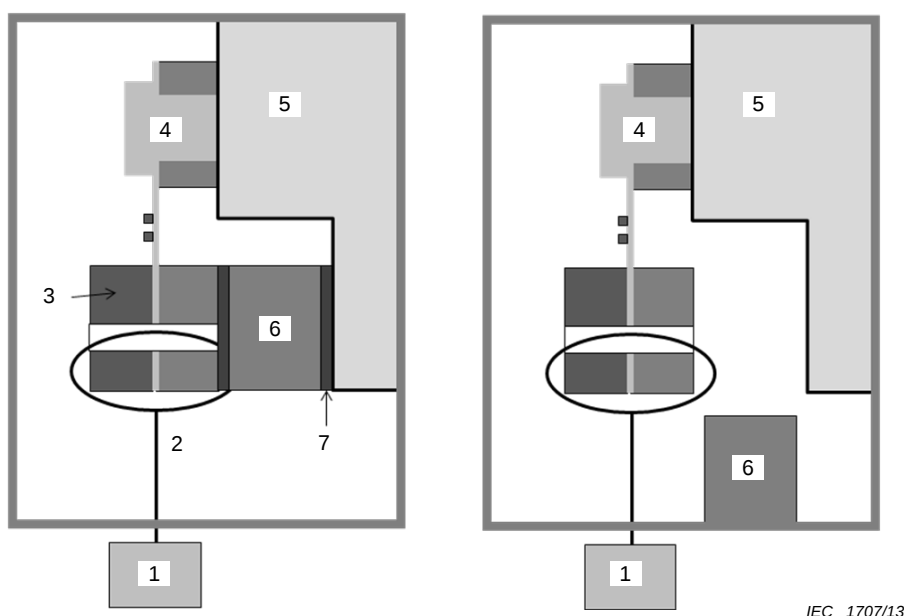
Figure B.1 – Montures auxiliaires et exemple d'éprouvette

Annexe C (informative)

Processus de libération de l'éprouvette d'essai

Le processus de libération de l'éprouvette d'essai est illustré schématiquement à la Figure C.1.

- Installer dans un four de chauffage la totalité de l'assemblage contenant la puce d'essai, la monture de base, la monture de sécurité et la monture de four. Fixer une partie fictive d'équilibrage à une puce d'essai pour rendre l'éprouvette d'essai autonome symétrique dans le sens de l'épaisseur. Voir Annexe B.
- Suspendre un poids au fil textile.
- Élever la température du four aux environs de 60 °C pour faire fondre la cire entre une puce d'essai, la monture de sécurité et la monture de base. Après fusion de la cire, l'éprouvette d'essai devient autonome, portant un poids.



IEC 1707/13

Légende

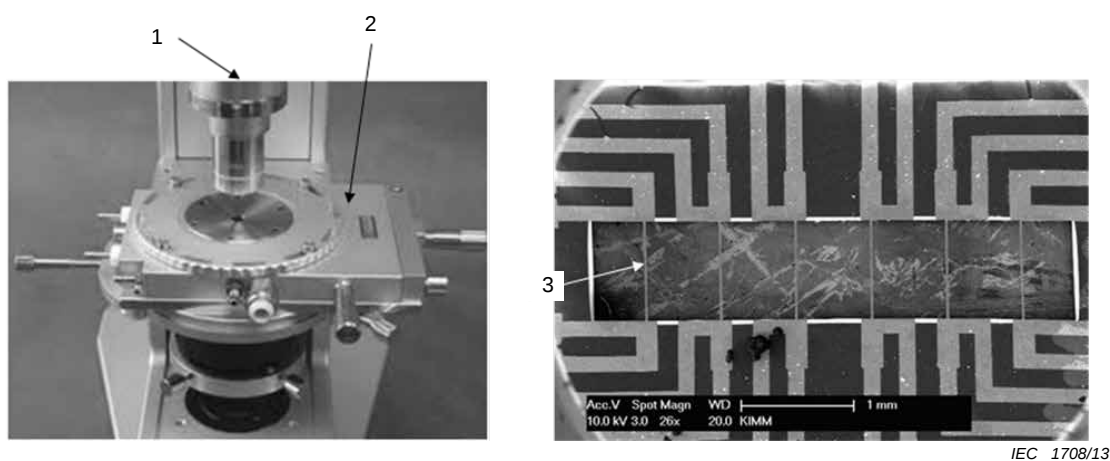
- | | |
|--------------------------------|-----------------------|
| 1 poids | 2 fil textile |
| 3 partie d'équilibrage fictive | 4 boulon |
| 5 monture de base | 6 monture de sécurité |
| 7 cire | |

Figure C.1 – Illustration schématique représentant le processus de libération de l'éprouvette d'essai

Annexe D (informative)

Montage d'essai hors plan et exemple d'éprouvette d'essai

La Figure D.1 présente des exemples d'un montage d'essai et d'une éprouvette d'essai pour la méthode d'essai hors plan. L'éprouvette d'essai est initialement déformée pour mesurer la contrainte thermique à partir du début. L'état d'une éprouvette d'essai est contrôlé en mesurant son profil avec un matériel de mesure de déplacement hors plan sans contact.



Légende

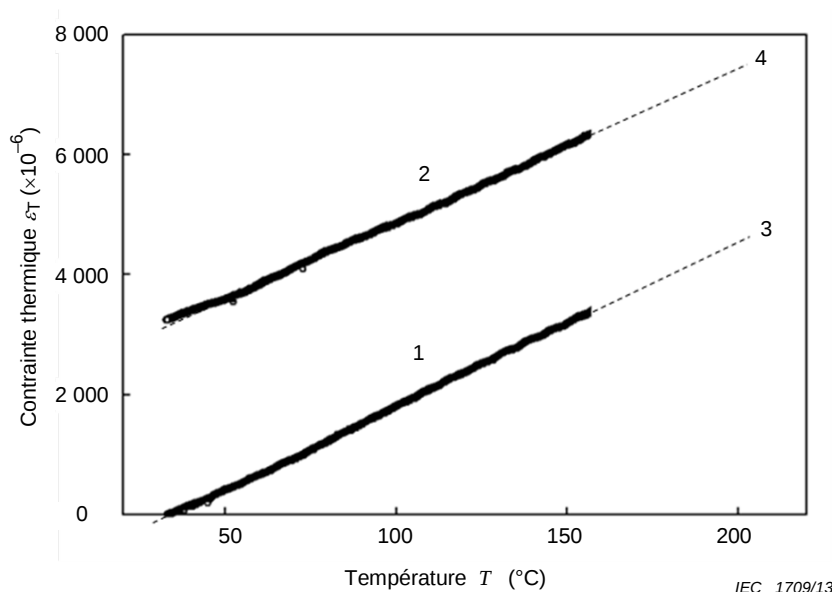
- 1 microscope interférométrique en lumière blanche
- 2 four de chauffage
- 3 éprouvette d'essai autonome (largeur de 20 μm et longueur de 1 mm, or)

Figure D.1 – Exemple de montage d'essai et éprouvette d'essai

Annexe E (informative)

Exemple d'analyse de données de la méthode d'essai dans le plan

La Figure E.1 présente le résultat d'une mesure dans le plan, dans laquelle l'éprouvette d'essai en aluminium a été chauffée de la température ambiante de 25 °C jusqu'à 160 °C, puis refroidie jusqu'à la température ambiante. Les deux courbes ont été décalées afin de voir les différences plus en détail. L'éprouvette d'essai avait une masse de 20 g (contrainte de 74 MPa). La valeur du CLTE moyen a été estimée égale aux pentes des courbes de contrainte thermique en fonction de la température. Le CLTE a été estimé à $28 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ à l'étape de chauffage et à $25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ à l'étape de refroidissement.



Légende

- 1 données à l'étape de chauffage
- 2 données à l'étape de refroidissement
- 3 droite ajustée par analyse linéaire des moindres carrés pour les données dans l'état de chauffage
- 4 droite ajustée par analyse linéaire des moindres carrés pour les données dans l'état de refroidissement

Figure E.1 – Exemple de mesure de CLTE avec une éprouvette d'essai en aluminium

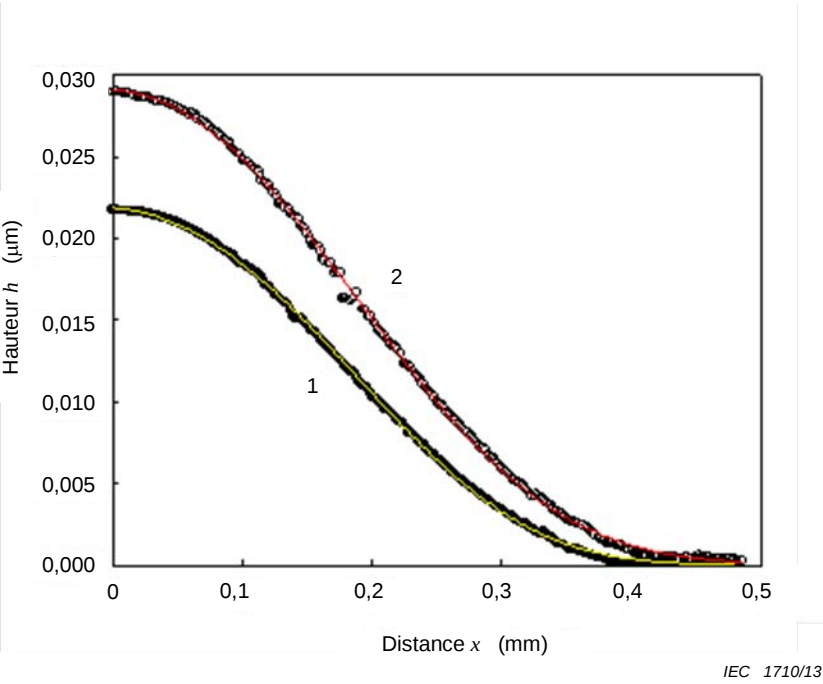
Annexe F (informative)

Exemple d'analyse de données de la méthode d'essai hors plan

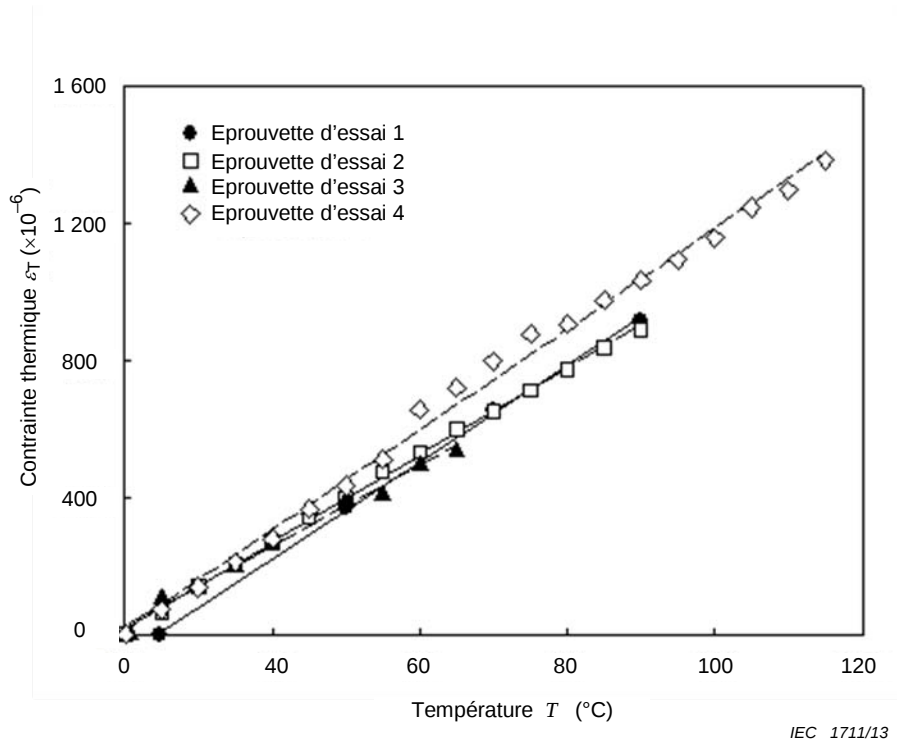
La Figure F.1a) présente deux exemples de profil mesurés par un microscope interférométrique en lumière blanche pour une éprouvette d'essai en or à deux températures différentes ($T_2 > T_1$). Il convient d'ajuster les points de données pour obtenir une équation de forme fermée pour intégrer et ainsi calculer la longueur. Les données sont en principe ajustées à une équation sinusoïdale car celle-ci est la solution du problème de bouclage. Toutefois, les parties arrière de la Figure F.1 convergent vers 0 car l'éprouvette d'essai était fixée au substrat. Une courbe de Weibull à quatre paramètres (a, b, c, x_0) comme représenté par l'Équation (F.1) est l'un des modèles appropriés d'ajustement de courbe. Les courbes ajustées sont représentées à la Figure F.1a) avec leurs points de données bruts. Les points de données suivent très bien la courbe.

$$y(x) = a \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1-c}{c}} \left[\frac{x-x_0}{b} + \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right]^{c-1} e^{-\left[\frac{x-x_0}{b} + \left(\frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right]} + \frac{c-1}{c} \quad (\text{F.1})$$

Les contraintes thermiques pour quatre éprouvettes différentes ont été calculées au moyen de l'Équation (3) et tracées sur la Figure F.1b) en élevant la température de la température ambiante de 20 °C jusqu'à 120 °C. Les symboles représentent les points de données et les droites ajustées par la méthode linéaire des moindres carrés. La valeur du CLTE moyen a été estimée égale aux pentes des courbes de contrainte thermique en fonction de la température, comme expliqué en 5.7.3. On a estimé que le CLTE était de $13,3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Le CLTE final doit être calculé en additionnant le CLTE du substrat de silicium de $3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Le CLTE final du film d'or est de $16,3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.



a) Profils hors plan à deux températures



b) Contrainte thermique en fonction de la température

Légende

- 1 données et ajustement de Weibull à 4 paramètres à la température T_1
- 2 données et ajustement de Weibull à 4 paramètres à la température T_2 ($> T_1$)

Figure F.1 – Exemple de mesure de CLTE avec une éprouvette d'essai en or

Bibliographie

- [1] ASTM E228 – 11, *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Push-Rod Dilatometer* “(disponible en anglais seulement)
 - [2] ASTM E289 – 04(2010), *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Rigid Solids with Interferometry* (disponible en anglais seulement)
 - [3] ASTM E831 – 06, *Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis* (disponible en anglais seulement)
-

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch