

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 17: Bulge test method for measuring mechanical properties of thin films**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 17: Méthode d'essai de renflement pour la mesure des propriétés
mécaniques des couches minces**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2015 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 l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
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.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables 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 online 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 15 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

More than 60 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC 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 l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) 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 IEC

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

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

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

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC 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.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. 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 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 15 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

Plus de 60 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

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.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 17: Bulge test method for measuring mechanical properties of thin films**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 17: Méthode d'essai de renflement pour la mesure des propriétés
mécaniques des couches minces**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.080.99

ISBN 978-2-8322-2295-9

**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	4
1 Scope	6
2 Normative references	6
3 Terms, definitions and symbols	6
3.1 Terms and definitions	6
3.2 Symbols	7
4 Principle of bulge test	7
5 Test apparatus and environment	8
5.1 General	8
5.2 Apparatus	9
5.2.1 Pressuring device	9
5.2.2 Bulge (pressure) chamber	9
5.2.3 Height measurement units	9
5.3 Test environment	10
6 Specimen	10
6.1 General	10
6.2 Shape and dimension of specimen	10
6.3 Measurement of test piece dimension	10
7 Test procedure and analysis	11
7.1 Test procedure	11
7.2 Data analysis	12
8 Test report	13
Annex A (informative) Determination of mechanical properties	14
A.1 General	14
A.2 Determination of mechanical properties using stress-strain curve	14
A.3 Determination of mechanical properties using analysis of load-deflection	16
Annex B (informative) Deformation measurement techniques	19
B.1 General	19
B.2 Laser interferometry technique	19
B.3 Capacitance type measurement	19
Annex C (informative) Example of test piece fabrication: MEMS process	25
C.1 Test piece fabrication	25
C.2 Measurement of shape of specimen	26
Bibliography	27
Figure 1 – Typical example of bulge specimen	7
Figure 2 – Membrane window bulged by pressure	8
Figure 3 – Typical example of bulge test apparatus	8
Figure 4 – Bulge membrane window shapes	10
Figure 5 – Example of typical pressure-height curve obtained from bulge test	12
Figure A.1 – Determination of biaxial modulus in the stress-strain curve obtained from bulge test	18
Figure B.1 – Typical example of laser interferometer configuration	21

Figure B.2 – Typical fringe patterns obtained from laser Michelson interferometry and ESPI system	22
Figure B.3 – Typical example of the measurement system using a photo detector	23
Figure B.4 – Schematic of capacitance bulge tester	23
Figure B.5 – Typical example of relationship between bulge height and capacitance change	24
Figure C.1 – Example of fabrication procedure for bulge test piece	25
Table 1 – Symbols and designations of a specimen	7
Table A.1 – Examples of various expressions of parameters, C_1 and $C_2(\nu)$, for thin square films	17
Table A.2 – Examples of various expressions of parameters, C_1 and $C_2(\nu)$, for thin spherical films	17

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SEMICONDUCTOR DEVICES – MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –

Part 17: Bulge test method for measuring mechanical properties of thin films

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 62047-17 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/210/FDIS	47F/215/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 in 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.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

SEMICONDUCTOR DEVICES – MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –

Part 17: Bulge test method for measuring mechanical properties of thin films

1 Scope

This part of IEC 62047 specifies the method for performing bulge tests on the free-standing film that is bulged within a window. The specimen is fabricated with micro/nano structural film materials, including metal, ceramic and polymer films, for MEMS, micromachines and others. The thickness of the film is in the range of 0,1 μm to 10 μm , and the width of the rectangular and square membrane window and the diameter of the circular membrane range from 0,5 mm to 4 mm.

The tests are carried out at ambient temperature, by applying a uniformly-distributed pressure to the testing film specimen with bulging window.

Elastic modulus and residual stress for the film materials can be determined with this method.

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 62047-2:2006, *Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices – Part 2: Tensile testing method of thin film materials*

3 Terms, definitions and symbols

3.1 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1.1 residual stress

σ_0
stress which exists in a specimen in the absence of an external load

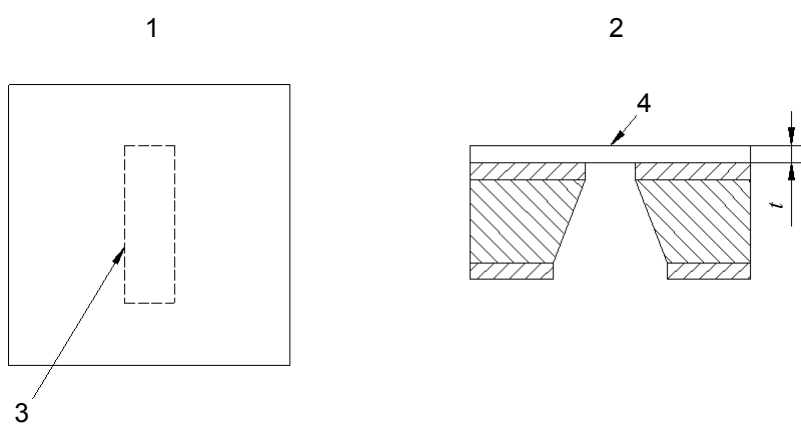
3.1.2 biaxial modulus

M
elastic modulus in plane strain condition

3.1.3 membrane window

testing area, contacted directly with the pressure media and surrounded by a frame, in the free standing film specimen

Note 1 to entry: See Figure 1.

**Key**

- | | | | |
|---|-----------------|---|---------------------|
| 1 | top view | 2 | side view |
| 3 | membrane window | 4 | thin film deposited |

Figure 1 – Typical example of bulge specimen**3.2 Symbols**

The symbols used in this document are presented in Table 1 below.

Table 1 – Symbols and designations of a specimen

Symbol	Unit	Designation
t	μm	thickness of a membrane or thin film
R	μm	radius of a bulged membrane window
h	μm	maximum vertical displacement at the centre of the bulged window
d	mm	diameter in a circular window
a, b	mm	half-width and half-length of the rectangular window, respectively. In case of square window, a equals to b .
p	MPa	differential pressure applied to the membrane window
C_1, C_2		coefficients in generalized linear-elastic bulge equation

4 Principle of bulge test

Nominally free-standing film specimen with a frame surrounding a bulging membrane window as shown in Figure 1 is required and it should be mounted on a bulge testing system which can apply differential pressure to the specimen. Here, the pressure should be uniformly distributed over the film in the window and loaded to the film in a constant and relatively static rate. The geometry of the membrane window can be circular, square and rectangular shape.

NOTE 1 With selection of window geometry, analysis for determining stress and strain of the bulged film is performed with different models, i.e. a spherical or a cylindrical pressure vessel model.

The film, subjected to the differential pressure, over the window deforms in the out-of-plane bulged form. By measuring the height, h , and pressure, p , from the bulged window, as presented in Figure 2, pressure-deflection response and/or stress-strain relationship is obtained through analysis model which can be chosen. The mechanical properties of the film,

such as elastic modulus and residual stress, can be determined with the pressure-deflection curve or stress-strain curve.

NOTE 2 The details of the analytic models are described in Annex A.

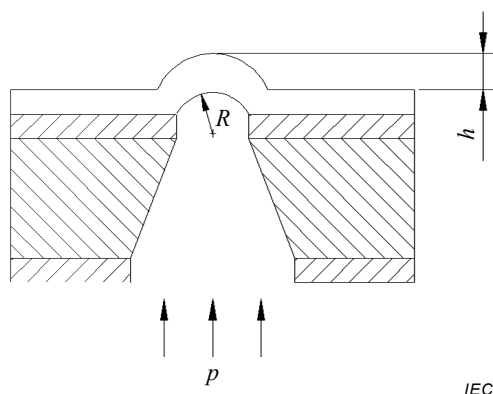
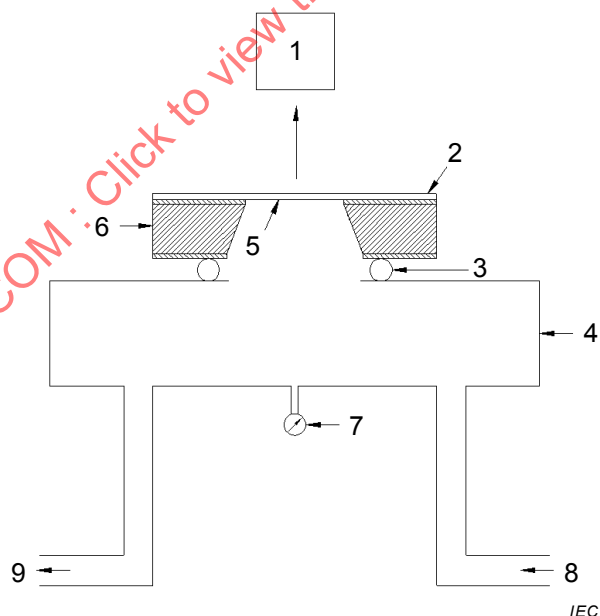


Figure 2 – Membrane window bulged by pressure

5 Test apparatus and environment

5.1 General

With applying pressure to the specimen, deformation response, i.e. change in bulge height, in the membrane window shall be measured. In general, bulge test apparatus can be composed of pressuring device, specimen holder and bulging height measurement units as shown in Figure 3.



Key

1 deflection measurement system	4 pressure chamber	7 pressure gauge
2 specimen	5 membrane window	8 inlet
3 O-ring	6 substrate	9 outlet

Figure 3 – Typical example of bulge test apparatus

5.2 Apparatus

5.2.1 Pressuring device

Pressuring device should be equipped to apply a specified continuous pressure with a controlled rate or a certain level of pressure to the membrane window to be bulged. Pressure media can be oil, gas and distilled water. In general, the device can be composed of a pressure sensor and pressure controller. The controller should be with accuracy of 1 % in full test scale.

NOTE At the pressures encountered in the tests, gas is over a million times more compressible than typical liquids such as oil and distilled water.

5.2.2 Bulge (pressure) chamber

The pressure chamber should be as compact as possible, to reduce the compliance of the test system. The volume, which has to be pressurized and which potentially contributes to the compliance, would be minimized.

In the case liquid is used to pressurize the test system, the system contains as little air as possible because even a small air bubble trapped inside the test system can dominate the system's compliance. It is recommended that the system including the chamber be designed so that there are no places where air bubbles can hide and that the liquid can be refilled easily. Special care shall be taken not to introduce air bubbles when samples is mounted and removed.

The material of the chamber should be chosen considering the pressure media for the test and testing pressure range.

In the case liquid is used to pressurize the test system, it is recommended that the testing apparatus be made out of transparent acrylic sheet in order to see air bubbles and then to minimize them trapped within the chamber.

The bulge chamber is connected to the pressurizing device and thus allows a specimen to be deformed with fine control. The specimen is mounted on the bulge chamber by mechanical clamping or epoxy gluing method, etc.

NOTE In the case of capacitance measurement type, the bulge chamber has an electrode and a mechanical spacer. The electrode, which measures height change of a bulge specimen due to the deformation, is made of copper-coated PCB. A mechanical spacer that is located between the specimen and the electrode controls a sensitivity of capacitance change by adjusting thickness of the spacer.

The pressure inside the chamber shall be monitored and measured through suitable pressure sensor which can be installed directly to the chamber or connected through tube transporting the pressure without loss of the pressure to be measured.

It is recommended that exposition of the area of the pressure sensor to the pressure media should be minimized and it has no indentation or internal cavities trapping air.

Nonlinearity and hysteresis of the pressure sensor is recommended to be less than 0,5 % and be calibrated according to the pressure standard established in each country as a National Standard.

5.2.3 Height measurement units

The height measurement unit should be installed in a position suitable to measure the deformation of the membrane window and have a function of a continuous measurement which is needed in order to determine the maximum deformation of the membrane window bulged with applying pressure. The maximum deformation of the membrane window can be determined from the measurement in full-field or top of the bulged area using the laser interferometric system or capacitance type measurement system, which is described in detail in Annex B.

The resolution of the measurement device for the deflection measuring a bulged membrane window by pressure should be in units of micrometer. The fine resolution of less than 0,1 % in full scale is very important for an accurate measurement.

5.3 Test environment

It is recommended to perform a test under constant temperature and humidity. Temperature change can induce thermal drift during deflection measurement. Temperature change during the test should be less than 2 °C.

6 Specimen

6.1 General

The film materials used in the specimen shall be prepared by using the same fabrication process as the actual device or materials fabrication.

There are many fabrication methods of the test piece depending on the applications. As an example, the fabrication of the specimen with a frame is described in Annex B.

The film specimen without a frame can be prepared from the electroplating process.

6.2 Shape and dimension of specimen

The shapes of membrane windows can be rectangle, square and circle as shown in Figure 4. Membrane window is surrounded with a thick substrate frame or frame jig which is not deformed by pressure.

It is recommended that the half-width, a , of the rectangular and square membrane window and the diameter, d , of the circular membrane be in the range from 0,5 mm to 4 mm.

In the case of rectangular window, the aspect ratio of length to width in a rectangular membrane window is recommended to be equal to or greater than 4 due to plane strain condition.

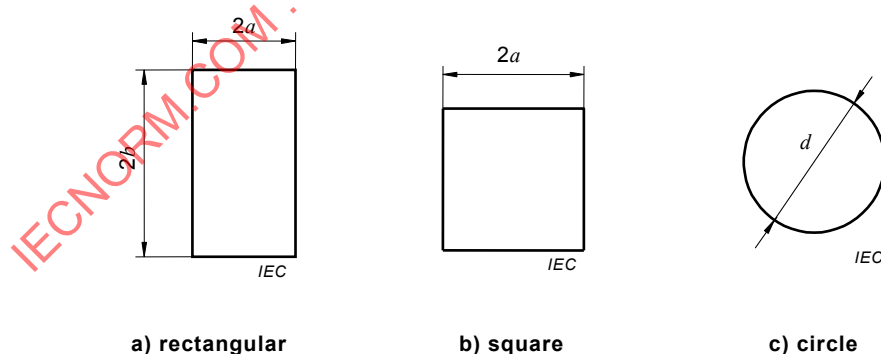


Figure 4 – Bulge membrane window shapes

6.3 Measurement of test piece dimension

To analyze the test results, the accurate measurement of the test piece dimension and pressure is required since the dimensions are used to extract mechanical properties of test materials. The thickness (t) and dimension of the window (width and length or diameter) should be measured with very high accuracy with less than ± 1 %. Special cares should be taken to measure the window size by clearly dividing the window boundary.

The methods for measuring film thickness and accuracy given in Clause C.3 of IEC 62047-2:2006 apply.

Special care should be taken to avoid damage on the specimen during the measurement.

7 Test procedure and analysis

7.1 Test procedure

The test procedure is as follows:

- a) The bulge specimen should be attached to the bulge chamber in an appropriate method, such as mechanical clamping or epoxy gluing method etc., not to cause unwanted stress, such as bending, shear or combined stress, or in-plane distortion on the membrane.

It is desired to test considering clamping effect on the change in the bulge height. Hard clamping on the specimen often causes residual stress on a membrane window. However, to avoid pressure leakage in the bulge chamber, proper sealing method is required for the test.

The specimen can be mechanically clamped to the chamber with screws. In general, specimen holder to which the specimen would be attached is screwed tightly on to the chamber. To prevent any leakages, an O-ring between the specimen holder (or specimen) and the chamber can be used. Special care is required to be taken in positioning the O-ring on the chamber to avoid offset of bulge height.

NOTE 1 The specimen or specimen holder can be also attached to the chamber using epoxy with sufficient adhesive strength.

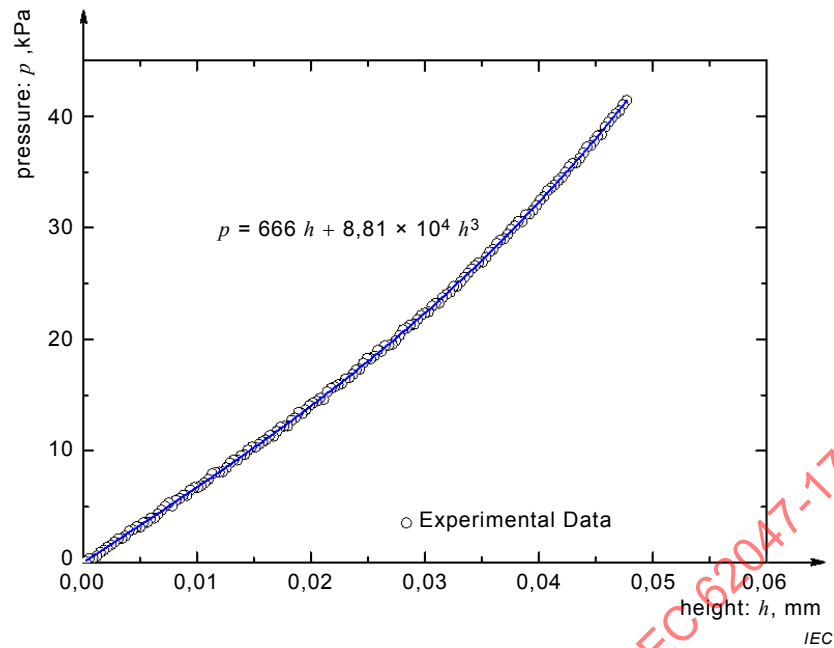
- b) To obtain quasi-static deformation of the film, pressure should be carefully controlled to increase or decrease monotonically. The strain rate imposed on the test should be ranged from $10^{-7}/s$ to $10^{-2}/s$.
- c) The test should be performed within the appropriate deformation of the bulge specimen; it is recommended that the deformation should not be over 0,5 % and 2 % of strain for linear elastic and elastic-plastic materials, respectively. The pressure-height curve obtained from the test can be plotted as shown in Figure 5(a).
- d) In case the elastic modulus would be determined from stress-strain curve, some de-pressurizing steps during pressurizing can be applied. The de-pressurizing steps should be provided at the well-timed instants and preferably at even intervals during pressurizing process, as shown in Figure 5(b). It is recommended that the minimum pressure at each de-pressurizing step be greater than 50 % of the pressure level at the instant the de-pressurizing step starts.

The slope shall be determined from the linear stress-strain response obtained during de-pressurizing step. Here, the slope means the biaxial elastic modulus of the film, M . See Annex A.2.

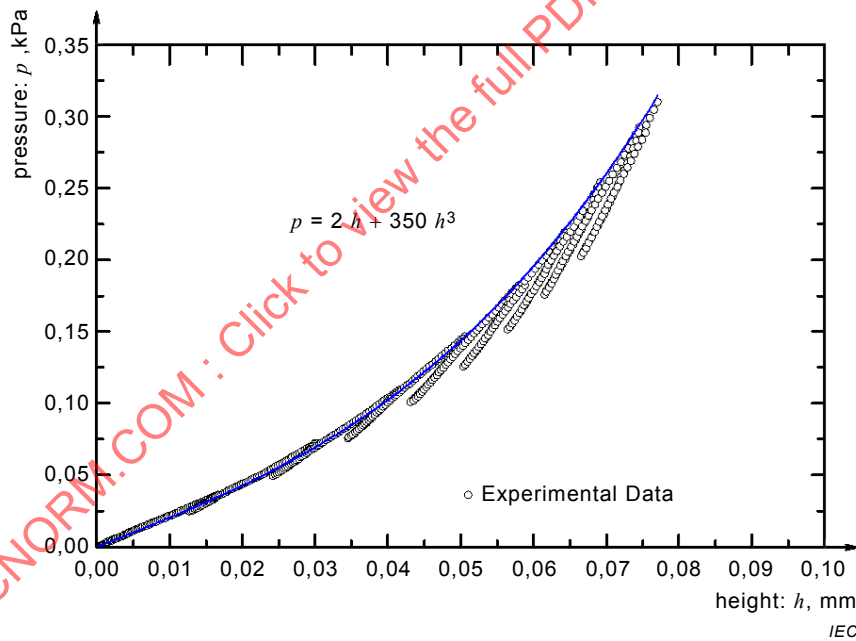
Special care should be taken to avoid cyclic effect on the mechanical property of the film with excessively repeating the de-pressurizing steps.

NOTE 2 Average values in modulus can be determined by reasonably repeating pressuring and depressurizing steps.

- e) During test, the pressure and deformation in the window should be precisely measured simultaneously.



a) for elastic film



b) for elastic-plastic material

Figure 5 – Example of typical pressure-height curve obtained from bulge test

7.2 Data analysis

The mechanical properties are determined according to two methods.

- Fitting method in pressure and height curve;
- Calculation in stress and strain curve.

Detailed analysis procedures are described in Annex A.

8 Test report

The test report should contain at least the following information:

- a) references to this International Standard;
- b) identification number of the specimen;
- c) fabrication procedures of the specimen;
- d) specimen material;
- e) shape and dimension of the specimen and window;
- f) measurement method;
- g) description of testing apparatus;
- h) pressure-deflection relationship;
- i) measured properties and results: elastic modulus and residual stress, pressure-deflection curve (if used).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

Annex A (informative)

Determination of mechanical properties

A.1 General

Two quantities of pressure p and deflection height h obtained from experiment provide the mechanical properties, such as elastic modulus and residual stress, of the film. These properties can be determined with appropriate selection of analytic or experimental model, i.e. the generalized linear-elastic bulge equation and stress-strain relationship.

A.2 Determination of mechanical properties using stress-strain curve

The shape of the film bulged during pressurizing can be modelled as a thin walled spherical or cylindrical vessel with the window geometry employed in the experiment. That is, the deflection height, h , and the corresponding pressure, p , for a circular and square window geometry are related to the stress (σ) and strain (ε) relationship derived from the spherical pressure vessel model while those for the rectangular window geometry are related to the relationship from cylindrical pressure vessel model. For circular and square window geometry, the stress and strain are determined as follows. [5, 8]¹

From the force equilibrium on the spherical pressure vessel model, the following relation can be given:

$$p\pi R^2 = \sigma t 2\pi R \quad (\text{A.1})$$

From the above equation, Equation (A.2) can be derived:

$$\sigma = \frac{pR}{2t} \quad (\text{A.2})$$

From the geometry of the bulged window shown in Figure 2, the following equation can be obtained:

$$(R-h)^2 + a^2 = R^2 \quad (\text{A.3})$$

For the small deformation, $h \ll a$, Equation (A.3) becomes Equation (A.4):

$$R \cong \frac{a^2}{2h} \quad (\text{A.4})$$

The stress of the membrane can be obtained by substituting Equation (A.4) to Equation (A.2):

$$\sigma = \frac{pa^2}{4ht} \quad (\text{A.5})$$

¹ Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

The strain of the membrane can be derived from the geometrical relation of the membrane as follows:

$$\varepsilon = \frac{R\theta - a}{a} \quad (\text{A.6})$$

where

θ is an angle of the membrane curvature;

ε is the strain of the membrane.

From geometrical considerations [5], the strain of the membrane can be given:

$$\varepsilon = \frac{a^2}{6R^2} = \frac{2h^2}{3a^2} \quad (\text{A.7})$$

In case of rectangular membrane with high aspect ratio (aspect ratio $b/a > 4$), stress and strain are expressed by thin walled cylindrical pressure vessel. [7]

$$\sigma = \frac{pR}{t} \quad (\text{A.8})$$

$$R \cong \frac{a^2}{2h} \quad (\text{A.9})$$

$$\sigma = \frac{pa^2}{2ht} \quad (\text{A.10})$$

Information about the specimen's biaxial modulus (M) can be extracted from stress-strain curve. Periodical pressurizing and de-pressurizing are required to obtain biaxial modulus. The modulus is the slope of stress and strain curve during de-pressurizing step as shown in Figure A.1.

NOTE Biaxial modulus, M , is defined as $E/(1-\nu)$ in case of circular and square membrane window and $E/(1-\nu^2)$ in case of rectangular membrane window. Here, E and ν are elastic modulus and Poissons' ratio, respectively.

The slope is recommended to be numerically determined with a best fit line (least squares method) including a visual evaluation of the match between this line of a best fit and the measured stress and strain readings. Using available and suitable computer software, the linear slope shall be determined by a linear regression of stress over strain between the upper stress point and the lower point. Here, the upper and lower stress point is recommended to be 90% of the stress at the instant the de-pressurizing starts and the minimum stress at the instant the de-pressurizing ends, respectively.

The match between the straight line and the measured data shall be evaluated visually. It may be useful to consider the coefficient of correlation r^2 , which should be close to 1 ($> 0,99$). In another way, the relative standard deviation is calculated. The relative standard deviation takes into account the coefficient of correlation and the number of considered data points among other statistical data. It should be less than 1 %.

The residual stress is defined at the strain of zero. It is recommended the stress be determined at the nearest strain to zero within the strain data of less than $10 \mu\varepsilon$ or at zero strain linearly extrapolated with the slope of M and stress-strain data near zero strain.

A.3 Determination of mechanical properties using analysis of load-deflection

From measurement of pressure p and deflection h of the bulged membrane, information about the film's mechanical properties is extracted. The residual stress, σ_0 , and modulus, E , for a square film of side, a , and thickness, t , can be estimated determined with a least-square fitting between pressure and height curve with the generalized linear-elastic bulge equation, given the following:

$$p_{spherical} = \frac{8Et}{3a^4(1-\nu)} h^3 \quad (A.11)$$

where

$p_{spherical}$ is the differential pressure applied to the membrane window;
 ν is Poissons' ratio;
 E is elastic modulus.

$$p_{cylindrical} = \frac{4Et}{3a^4(1-\nu^2)} h^3 \quad (A.12)$$

where

$p_{cylindrical}$ is the differential pressure applied to the membrane window.

The relationship between stress and strain is defined as follows:

$$\sigma = M\varepsilon + \sigma_0 \quad (A.13)$$

where

M is the elastic modulus in plane strain condition;
 σ_0 is the residual stress of the membrane window.

By rearranging the relationship between stress, strain and geometric parameters, the pressure is derived as follows:

$$p_{spherical} = 4 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + \frac{8Et}{3a^4(1-\nu)} h^3 \quad (A.14)$$

$$p_{cylindrical} = 2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + \frac{4Et}{3a^4(1-\nu^2)} h^3 \quad (A.15)$$

The generalized relationship between pressure and deflection is expressed by

$$p = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + C_2(\nu) \frac{Et}{a^4} h^3 \quad (A.16)$$

where

C_1 and $C_2(\nu)$ are constants.

Here, h is the maximum height (deflection) at the center of the membrane, and ν is the Poisson's ratio of the material.

NOTE 1 From the above Formula (A.16), it can be found that the residual stress makes significant influence on the thin film behavior at small deflection, while Young's modulus controls the mechanical behavior at large deflection. The lateral dimension of membrane is 100 times larger than the membrane thickness and the displacement of the membrane is also much larger than the membrane thickness.

Numerical values of C_1 and $C_2(\nu)$ are obtained by fitting with the experiments.

NOTE 2 To better fit with the experimental results, some various expressions for parameters of C_1 and $C_2(\nu)$ were proposed. Table A.1 and Table A.2 show typical examples of the expressions for thin square films and spherical films respectively. More details can be found in the references listed in Tables A.1 and A.2.

Table A.1 – Examples of various expressions of parameters, C_1 and $C_2(\nu)$, for thin square films

Model	C_1	$C_2(\nu)$	Ref.
Analytical	3,04	$1,37 \times (1,075 - 0,292 \nu)$	[1]
FEM	3,41	$1,37 \times (1,446 - 0,427 \nu)$	[1]
Analytical	3,45	$1,994 \times (1 - 0,271 \nu)$	[2]
Analytical	3,04	$1,473 \times (1 - 0,272 \nu)$	[3]
Analytical	3,39	$(0,8 + 0,062 \nu)^3$	[4]

Table A.2 – Examples of various expressions of parameters, C_1 and $C_2(\nu)$, for thin spherical films

Model	C_1	$C_2(\nu)$	Ref.
Analytical	4,0	2,67	[1]
FEM	4,0	$2,67 \times (1,026 + 0,233 \nu)^{-1}$	[1]
Analytical	4,0	2,67	[5]
FEM	4,0	$2,67 \times (1,0 - 0,241 \nu)^{-1}$	[5]

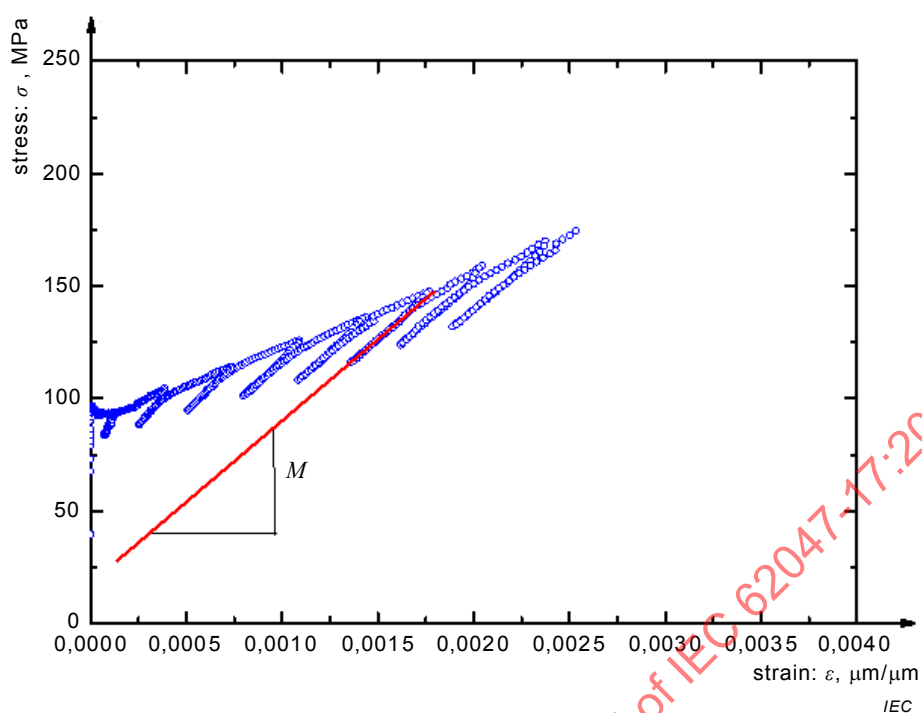


Figure A.1 – Determination of biaxial modulus in the stress-strain curve obtained from bulge test

Annex B (informative)

Deformation measurement techniques

B.1 General

For the bulge test, the free-standing membrane is deformed under pressurized loading and the deformation is essential information for measuring the mechanical properties of the film material. The deformation response is measured using various techniques; In-situ full field displacement technique including laser interferometric method and electronic speckle pattern interferometric (ESPI) method, laser scanning and capacitance method.

B.2 Laser interferometry technique

A laser interferometer, such as Michelson interferometry and electronic speckle pattern interferometric (ESPI) system, can be used to determine the height of the bulge. From these measurement systems, full field displacement over the bulged film window is measured.

In general, laser interferometry system is configured to detect the out-of-plane deformation. Figure B.1 shows a typical example of the laser interferometry including Michelson interferometry and ESPI system. As shown in Figure B.1, a source beam is split into two identical beams via the optical arrangement of the interferometric system. One of these two beams is reflected from the bulged surface of the film window and re-enters the interferometry. It combines again with the other beam reflected off reference mirror. Path length difference between two beams makes fringe pattern generated. The fringe pattern consists of a series of dark fringes and bright fringes. Figure B.2 represents typical interferometric fringe patterns obtained from the laser Michelson interferometry and ESPI system.

The deflection of the bulged window is determined by counting the number of fringes.

NOTE 1 Each white or black fringe corresponds to a displacement of $\lambda/2$, where λ is wavelength of the light (laser).

NOTE 2 For laser Michelson interferometry, in general, a source of visible light with a fixed wavelength, $\lambda = 546$ nm, is used, while, for ESPI system, He-Ne laser source with a wave length, $\lambda = 632$ nm, is imposed.

A photo detector and a spot infrared laser light source can be used to measure the maximum deflection of the bulged film membrane. In general, the maximum height or deflection of the membrane window is detected at the center of the window. To measure the deflection, the detector such as the photo detector and the spot laser is positioned at the center of the interference pattern or focused to the center of the membrane window. Figure B.3 shows a typical example of the measurement system using a photo detector.

B.3 Capacitance type measurement

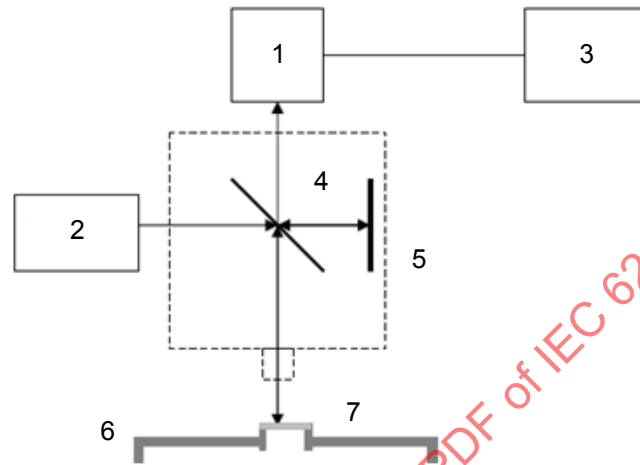
To obtain bulged height on a specimen, calculations are required depending on the test conditions. Capacitance change is caused by height change during a test. To measure capacitance change, the metal electrode and mechanical spacer is positioned over the center of the membrane window [9]. The schematic of the capacitance measurement set up is shown in Figure B.4.

NOTE 1 In order to measure the capacitance change with height change in membrane window during test, the conducting film can be required.

From pressure (p), film thickness (t) and capacitance measurement, the stress is calculated by the following equation based on cylindrical bulge deformation.

NOTE 2 The relationship between bulge height, h and capacitance change, ΔC can be derived from the numerical calculation; Figure B.5 shows a typical example of the derived relationship.

$$\sigma = \frac{Rp}{t}, \quad (\text{B.1})$$

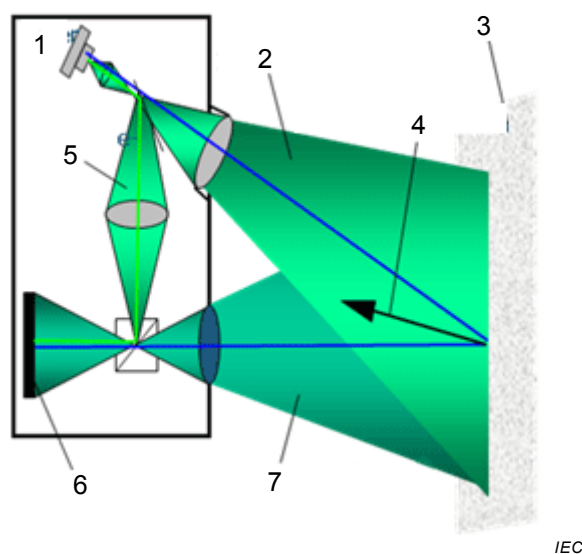


IEC

a) Laser interferometry

Key

- | | | | |
|---|---------------------|---|----------------|
| 1 | CCD camera | 5 | interferometer |
| 2 | 546 nm light source | 6 | chamber |
| 3 | computer | 7 | film surface |
| 4 | reference mirror | | |

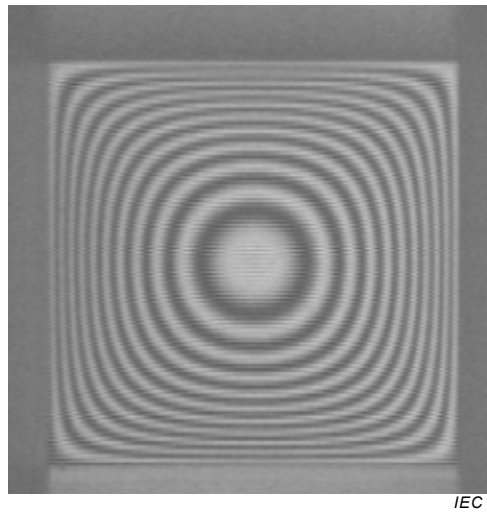


b) ESPI system

Key

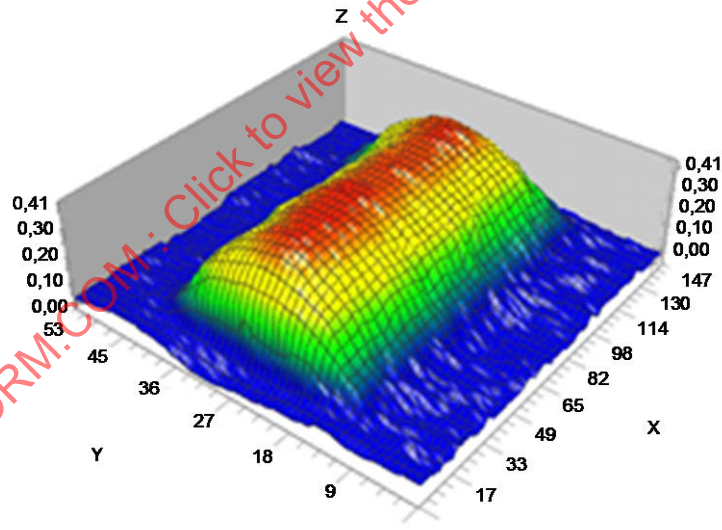
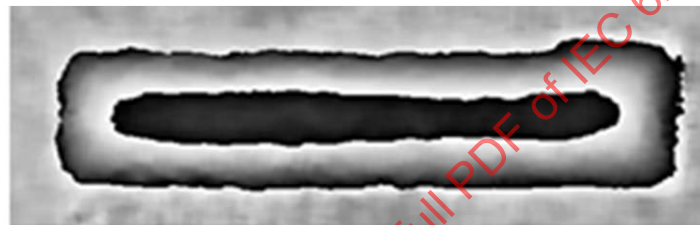
1	laser	5	reference beam
2	illumination direction	6	camera
3	measuring object	7	observation direction
4	measuring direction		

Figure B.1 – Typical example of laser interferometer configuration



IEC

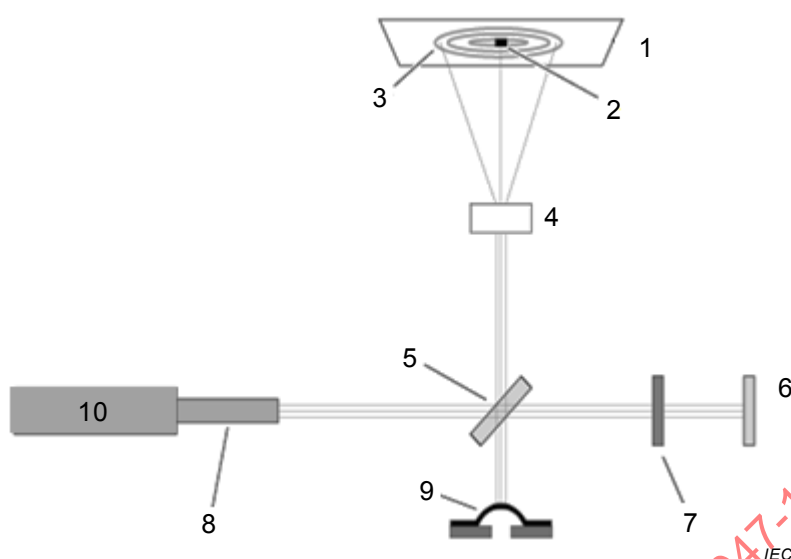
a) Michelson interferometric fringe pattern



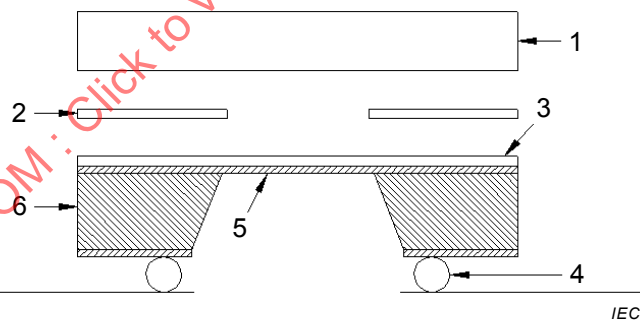
IEC

b) ESPI fringe pattern

Figure B.2 – Typical fringe patterns obtained from laser Michelson interferometry and ESPI system

**Key**

- | | | | | | |
|---|----------------------|---|---------------------------|----|-------------|
| 1 | view screen | 5 | partially silvered mirror | 9 | sample |
| 2 | photodetector | 6 | reference mirror | 10 | He-Ne laser |
| 3 | interference pattern | 7 | adjustable density filter | | |
| 4 | expander lens | 8 | beam expander | | |

Figure B.3 – Typical example of the measurement system using a photo detector**Key**

- | | | | | | |
|---|-------------------|---|----------|---|---------------|
| 1 | top electrode | 3 | specimen | 5 | film membrane |
| 2 | mechanical spacer | 4 | O-ring | 6 | substrate |

Figure B.4 – Schematic of capacitance bulge tester

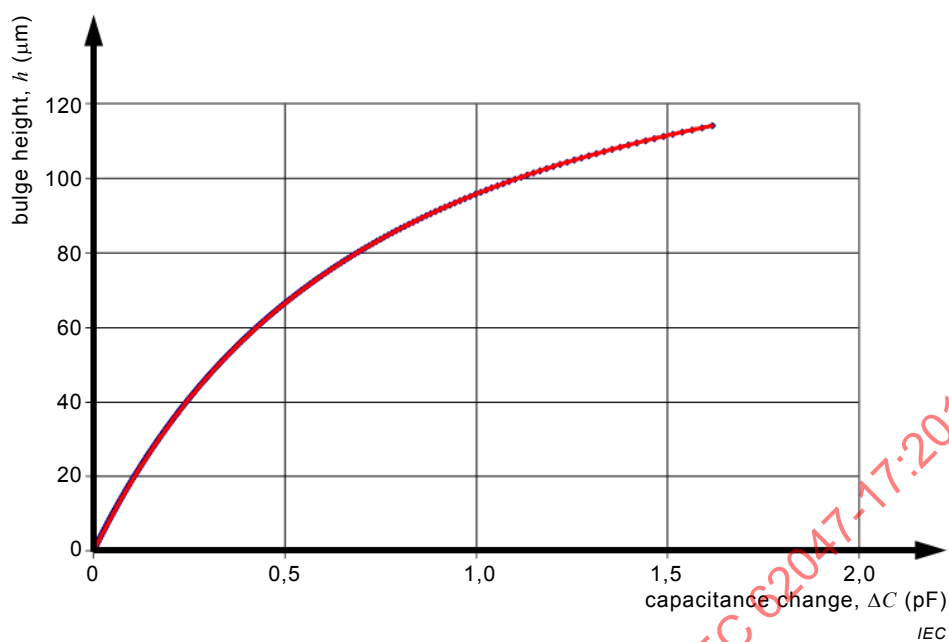


Figure B.5 – Typical example of relationship between bulge height and capacitance change

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

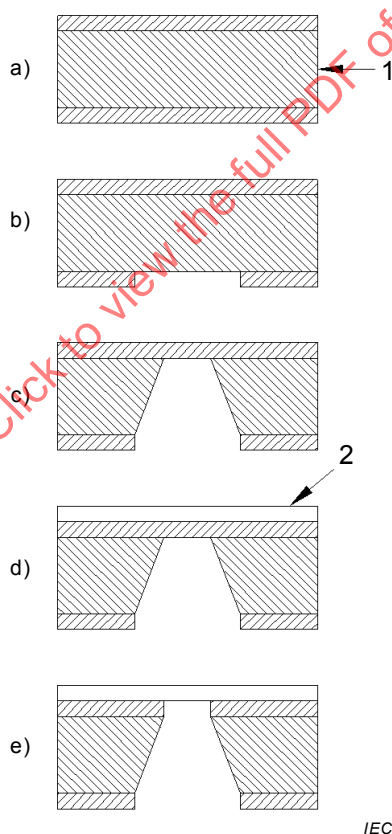
Annex C (informative)

Example of test piece fabrication: MEMS process

C.1 Test piece fabrication

Test piece for bulge test can be fabricated in various methods. The MEMS process is a possible candidate for fabricating the test piece. Several types of MEMS processes can be developed depending on the specimen materials and the devices. Figure C.1 introduces one example among the various MEMS processes. Detailed descriptions are given below.

- a) Sacrificial layer is deposited on Si wafer.
- b) Back side of sacrificial layer is patterned and removed with etching.
- c) Silicon in patterned area is etched and leaves sacrificial layer after etching process.
- d) Thin film is deposited on the layer in a thick Si frame.
- e) The layer is removed to leave free-standing film with etching.



IEC

Key

1 silicon

2 thin film

Figure C.1 – Example of fabrication procedure for bulge test piece

C.2 Measurement of shape of specimen

The thickness of the film can be measured by various methods. Stylus profilers or AFM (Atomic Force Microscope) can be used to measure the thickness of a film. In-plane dimension of membrane window can be measured within an accuracy of ± 1 % using appropriate measuring devices such as optical microscope and scanning electron microscope, etc.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

Bibliography

- [1] Pan, J.Y., Lin, P., Maseeh, F., *Verification of FEM analysis of load-deflection methods for measuring mechanical properties of thin films*, presented at the IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop, Hilton Head Island, South Carolina, 1990 pp. 70-73
 - [2] M-Schneider, D., *A new analytical solution for the load-deflection of square membranes*, Journal of Micro-electromechanical Systems, 4, 1995, pp. 238-241
 - [3] Tabata, O. Kawahata, O., Sugiyama S., Igarashi I., *Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes*, Sensors and Actuators, 20, 1989, pp. 135-141
 - [4] Vlassak, J.J., *New experimental techniques and analysis methods for the study of the mechanical properties of materials in small volume*, 1994, Stanford University
 - [5] Small, M.K., Nix, W.D., *Analysis of the accuracy of the bulge test in determining the mechanical properties of thin films*, J. Mater. Res., 7(6), 1992, pp. 1553-1563
 - [6] Kim D.I, Huh Y.-H., Kim D.J., Lee Y.H., Kee C.D., *Measurement of mechanical properties of film material using out-of-plane micro-ESPI technique*, Journal of Materials Processing Technology 187, 2007 232-235
 - [7] Xiang, Y., Chen, X. and Vlassak, J.J., *Plane-strain bulge test for thin films*, Journal of Materials Research, 20 (9), 2005, 2360-2370.
 - [8] Beams, J. W., *Mechanical properties of thin films of gold and silver*, in: *Structure and properties of thin films* (edited by C. A. Neugebauer), Wiley and Sons, New York. pp.183–192, 1959
 - [9] Hyun, S., Hooghan T. K., Brown W. L., R. P. Vinci, *Linear visco-elasticity in aluminium thin films*, Applied physics letters, 87, 2005, 061902.
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	30
1 Domaine d'application	32
2 Références normatives	32
3 Termes, définitions et symboles	32
3.1 Termes et définitions	32
3.2 Symboles	33
4 Principe de l'essai de renflement	33
5 Appareillage d'essai et environnement	34
5.1 Généralités	34
5.2 Appareillage	35
5.2.1 Dispositif de pressurisation	35
5.2.2 Chambre de renflement (pression)	35
5.2.3 Dispositif de mesure de la hauteur	36
5.3 Environnement d'essai	36
6 Spécimen	36
6.1 Généralités	36
6.2 Forme et dimension du spécimen	37
6.3 Mesure de la dimension du spécimen d'essai	37
7 Procédure d'essai et analyse	37
7.1 Procédure d'essai	37
7.2 Analyse de données	39
8 Rapport d'essai	40
Annexe A (informative) Détermination des propriétés mécaniques	41
A.1 Généralités	41
A.2 Détermination des propriétés mécaniques en utilisant le diagramme contrainte-déformation	41
A.3 Détermination des propriétés mécaniques en utilisant l'analyse de la relation charge-flexion	43
Annexe B (informative) Techniques de mesure de la déformation	46
B.1 Généralités	46
B.2 Technique d'interférométrie laser	46
B.3 Mesure du type capacitif	46
Annexe C (informative) Exemple de fabrication du spécimen d'essai: Processus MEMS	52
C.1 Fabrication de spécimen d'essai	52
C.2 Mesure de la forme du spécimen	53
Bibliographie	54
Figure 1 – Exemple typique de spécimen de renflement	33
Figure 2 – Fenêtre à membrane bombée par la pression	34
Figure 3 – Exemple typique de l'appareillage d'essai de renflement	35
Figure 4 – Formes de la fenêtre de membrane de renflement	37
Figure 5 – Exemple de diagramme de hauteur de pression typique obtenu de l'essai de renflement	39

Figure A.1 – Détermination du module biaxial dans le diagramme contrainte-déformation obtenu de l'essai de renflement	45
Figure B.1 – Exemple typique de configuration de l'interféromètre laser.....	48
Figure B.2 – Diagrammes de franges typiques obtenus de l'interférométrie laser de Michelson et du système ESPI.....	49
Figure B.3 – Exemple typique du système de mesure utilisant un photodétecteur	50
Figure B.4 – Schéma de l'appareil d'essai de capacité de renflement.....	50
Figure B.5 – Exemple typique de la relation entre la hauteur de renflement et la variation de capacité.....	51
Figure C.1 – Exemple de procédure de fabrication de spécimen d'essai de renflement	52
Tableau 1 – Symboles et désignations d'un spécimen.....	33
Tableau A.1 – Exemples de différentes expressions des paramètres, C_1 et $C_2(\nu)$, pour les couches minces carrées	44
Tableau A.2 – Exemples de différentes expressions des paramètres, C_1 et $C_2(\nu)$, pour les couches minces sphériques.....	44

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS MICROÉLECTROMÉCANIQUES –

Partie 17: Méthode d'essai de renflement pour la mesure des propriétés mécaniques des couches minces

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC 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, l'IEC – 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 l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les publications IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et elles sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC 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 l'IEC s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC 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 l'IEC. L'IEC 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 l'IEC, 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 l'IEC, 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 l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, 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 IEC peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'IEC 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 IEC 62047-17 a été établie par le sous-comité 47F: Systèmes microélectromécaniques, du comité d'études 47 de la CEI: Dispositifs à semiconducteurs.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 47F/210/FDIS et 47F/215/RVD. Le rapport de vote 47F/215/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, 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 l'IEC.

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 l'IEC 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.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS MICROÉLECTROMÉCANIQUES –

Partie 17: Méthode d'essai de renflement pour la mesure des propriétés mécaniques des couches minces

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62047 spécifie la méthode permettant d'effectuer des essais de renflement sur une couche autonome bombée dans une fenêtre. Le spécimen est fabriqué avec des matériaux de couche de structure micrométrique ou nanométrique, y compris les couches en métal, céramique et polymère, pour des MEMS, des micromachines et autres. L'épaisseur du film est comprise entre 0,1 μm et 10 μm et la largeur de la fenêtre à membrane rectangulaire et carrée ainsi que le diamètre de la membrane circulaire sont compris entre 0,5 mm et 4 mm.

Les essais sont effectués à température ambiante par l'application d'une pression uniformément répartie sur le spécimen de couche d'essai avec fenêtre bombée.

Le module d'élasticité et la contrainte résiduelle des matériaux de la couche peuvent être déterminés avec cette méthode.

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).

IEC 62047-2:2006, *Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques – Partie 2: Méthode d'essai de traction des matériaux en couche mince*

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1.1

contrainte résiduelle

σ_0

contrainte présente dans un spécimen en l'absence d'une charge externe

3.1.2

module biaxial

M

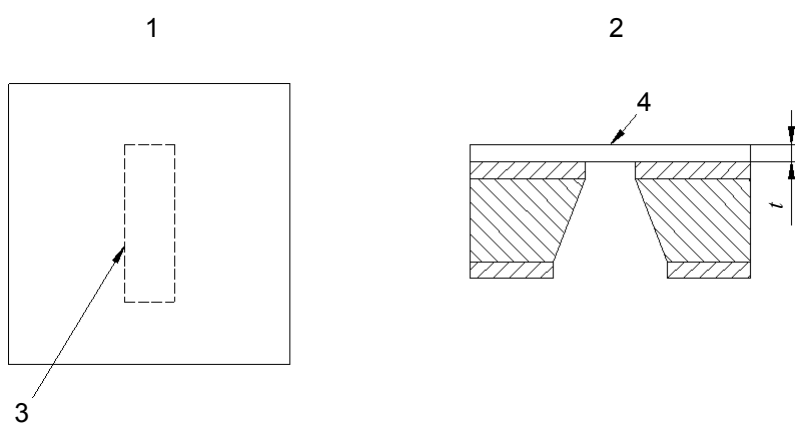
module d'élasticité en déformation plane

3.1.3

fenêtre à membrane

zone d'essais, en contact direct avec le fluide hydraulique et entourée d'un cadre, dans le spécimen de couche autonome

Note 1 à l'article: Voir Figure 1.



Légende

- | | | | |
|---|--------------------|---|----------------------|
| 1 | vue de dessus | 2 | vue de côté |
| 3 | fenêtre à membrane | 4 | couche mince déposée |

Figure 1 – Exemple typique de spécimen de renflement

3.2 Symboles

Les symboles utilisés dans le présent document sont énumérés dans le Tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1 – Symboles et désignations d'un spécimen

Symbole	Unité	Désignation
t	μm	épaisseur d'une membrane ou d'une couche mince
R	μm	rayon d'une fenêtre à membrane bombée
h	μm	déplacement vertical maximal au centre de la fenêtre bombée
d	mm	diamètre d'une fenêtre circulaire
a, b	mm	demi-largeur et demi-longueur d'une fenêtre rectangulaire, respectivement. Dans le cas d'une fenêtre carrée, a est égal à b .
p	MPa	pression différentielle appliquée à la fenêtre à membrane
C_1, C_2		coefficients dans l'équation de renflement linéaire élastique généralisée

4 Principe de l'essai de renflement

Théoriquement, un spécimen de couche autonome entouré d'une fenêtre à membrane, tel qu'illustré à la Figure 1, est exigé, et il convient qu'il soit monté sur un système d'essai de renflement qui peut appliquer la pression différentielle au spécimen. Ici, il convient que la pression soit uniformément répartie sur la couche dans la fenêtre et qu'elle soit chargée sur la couche à un débit constant et relativement statique. La fenêtre à membrane peut être circulaire, carrée ou rectangulaire.

NOTE 1 Avec le choix de la géométrie de la fenêtre, l'analyse destinée à déterminer la contrainte et la déformation de la couche bombée est effectuée avec un modèle différent, c'est-à-dire un modèle de récipient à pression sphérique ou cylindrique.

Soumise à la pression différentielle, la couche sur la fenêtre se déforme pour prendre une forme bombée hors plan. Après la mesure de la hauteur, h , et de la pression, p , de la fenêtre bombée, telle qu'illustrée à la Figure 2, la réponse pression-flexion et/ou la relation contrainte-déformation sont obtenues par le modèle d'analyse qui peut être choisi. Les propriétés mécaniques de la couche, par exemple le module d'élasticité et la contrainte résiduelle, peuvent être déterminées avec la courbe pression-flexion ou la courbe contrainte-déformation.

NOTE 2 Les détails des modèles analytiques sont décrits à l'Annexe A.

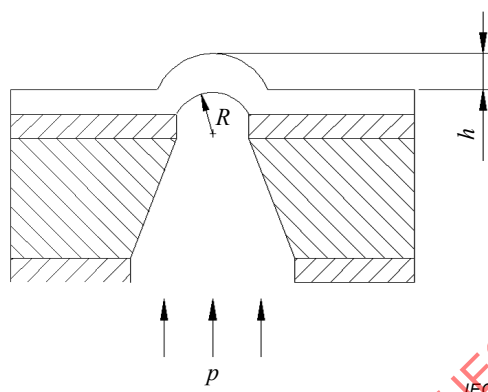
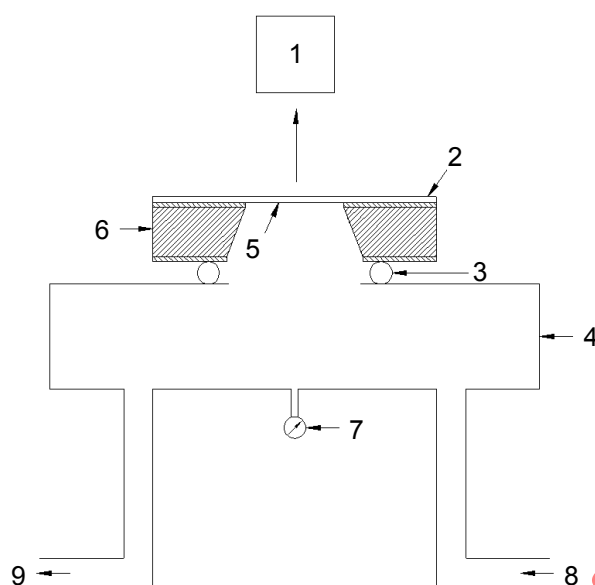


Figure 2 – Fenêtre à membrane bombée par la pression

5 Appareillage d'essai et environnement

5.1 Généralités

Avec l'application de la pression au spécimen, la réponse en déformation, c'est-à-dire la variation de la hauteur de renflement, dans la fenêtre à membrane doit être mesurée. En général, l'appareillage d'essai de renflement peut être composé d'un dispositif de pressurisation, d'un support de spécimen et d'unités de mesure de la hauteur de renflement, comme indiqué à la Figure 3.



Légende

1	système de mesure de la flexion	4	chambre de pression	7	manomètre
2	spécimen	5	fenêtre à membrane	8	entrée
3	joint torique	6	substrat	9	sortie

Figure 3 – Exemple typique de l'appareillage d'essai de renflement

5.2 Appareillage

5.2.1 Dispositif de pressurisation

Il convient que le dispositif de pressurisation soit équipé pour appliquer une pression continue spécifiée à une vitesse contrôlée ou à un certain niveau de pression sur la fenêtre à membrane à bomber. Le fluide hydraulique peut être de l'huile, du gaz ou de l'eau distillée. En général, le dispositif peut être composé d'un capteur de pression et d'un régulateur de pression. Il convient que le régulateur ait une précision de 1 % à l'échelle d'essai complète.

NOTE Aux pressions rencontrées lors des essais, le gaz est plus d'un million de fois plus compressible que des liquides typiques tels que de l'huile et de l'eau distillée.

5.2.2 Chambre de renflement (pression)

Il convient que la chambre de pression soit aussi compacte que possible afin de réduire la conformité du système d'essai. Le volume, qui doit être mis sous pression et qui contribue potentiellement à la conformité, serait réduit à sa valeur minimale.

Dans le cas où un liquide est utilisé pour mettre sous pression le système d'essai, le système contient le moins d'air possible parce que même une petite bulle d'air piégée dans le système d'essai peut dominer la conformité du système. Il est recommandé de concevoir le système incluant la chambre de telle sorte qu'il n'y ait aucune place où les bulles peuvent se cacher et que le remplissage en liquide puisse être effectué facilement. Il convient d'apporter une attention particulière afin de ne pas introduire de bulles d'air lors du montage et du retrait des échantillons.

Il convient de choisir le matériau de la chambre en prenant en considération le fluide hydraulique pour l'essai et la plage de pression d'essai.

Si un liquide est utilisé pour mettre sous pression le système d'essai, il est recommandé que l'appareillage d'essai soit fabriqué en feuille acrylique transparente, afin de voir les bulles d'air piégées dans la chambre et les réduire.

La chambre de renflement est connectée au dispositif de pressurisation et permet par conséquent de déformer le spécimen avec un contrôle précis. Le spécimen est monté sur la chambre de renflement par une méthode de serrage mécanique ou d'encollage époxy, etc.

NOTE Dans le cas de la mesure de capacité, la chambre de renflement est équipée d'une électrode et d'un écarteur mécanique. L'électrode, qui mesure la variation de hauteur d'un spécimen de renflement en raison de la déformation, est une carte imprimée (PCB) revêtue de cuivre. Un écarteur mécanique situé entre le spécimen et l'électrode contrôle la sensibilité de la variation de capacité en ajustant l'épaisseur de l'écarteur.

La pression à l'intérieur de la chambre doit être surveillée et mesurée par un capteur de pression approprié qui peut être installé directement sur la chambre ou connecté par le tube qui transporte la pression, sans perte de la pression mesurée.

Il est recommandé que l'exposition de la zone du capteur au fluide hydraulique soit réduite et que la zone soit dépourvue de renforcement et de cavités internes susceptibles de piéger l'air.

Il est recommandé que la non-linéarité et l'hystérésis du capteur de pression soient inférieures à 0,5 % et qu'elles soient étalonnées conformément à la norme de pression établie dans chaque pays en tant que Norme Nationale.

5.2.3 Dispositif de mesure de la hauteur

Il convient que le dispositif de mesure de la hauteur soit installé dans une position appropriée pour mesurer la déformation de la fenêtre à membrane et avoir une fonction de mesure continue nécessaire pour déterminer la déformation maximale de la fenêtre à membrane bombée par l'application de la pression. La déformation maximale de la fenêtre à membrane peut être déterminée par la mesure en plein champ ou au-dessus de la zone bombée en utilisant le système d'interférométrie laser ou le système de mesure de capacité, décrit en détail à l'Annexe B.

Il convient que la résolution de l'appareil de mesure pour mesurer la flexion d'une fenêtre à membrane bombée par la pression soit en unités micrométriques. Une résolution fine inférieure à 0,1 % en pleine échelle est très importante pour une mesure précise.

5.3 Environnement d'essai

Il est recommandé d'effectuer un essai à une température et à une humidité constantes. Une variation de la température peut provoquer une dérive thermique pendant la mesure de la flexion. Il convient que la variation de température pendant l'essai soit inférieure à 2 °C.

6 Spécimen

6.1 Généralités

Les matériaux de couche utilisés dans le spécimen doivent être préparés en utilisant le même processus de fabrication que celui de la fabrication réelle du dispositif ou des matériaux.

Il existe de nombreuses méthodes de fabrication du spécimen d'essai en fonction des applications. Par exemple, la fabrication du spécimen avec un cadre est décrite à l'Annexe B.

Le spécimen de couche sans cadre peut être préparé par le processus d'électrodéposition.

6.2 Forme et dimension du spécimen

La forme de la fenêtre à membrane peut être rectangulaire, carrée ou circulaire, comme représentée à la Figure 4. La fenêtre à membrane est entourée d'un cadre de substrat épais ou d'un gabarit de cadre qui n'est pas déformé par la pression.

Il est recommandé que la demi-largeur, a , de la fenêtre à membrane rectangulaire ou carrée et le diamètre, d , de la fenêtre à membrane circulaire soient compris entre 0,5 mm et 4 mm.

Dans le cas d'une fenêtre rectangulaire, il est recommandé que le rapport longueur/largeur dans une fenêtre à membrane rectangulaire soit supérieur ou égal à 4 en déformation plane.

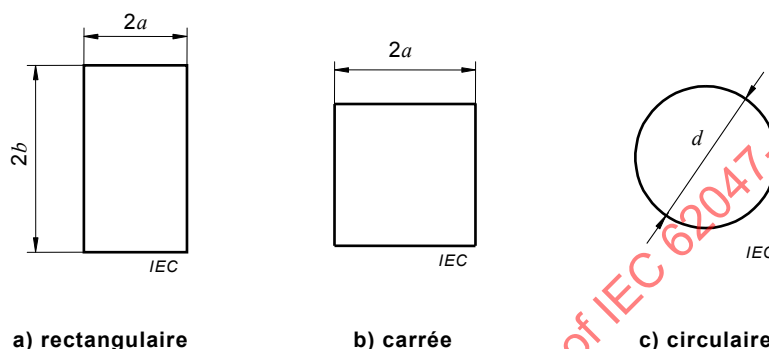


Figure 4 – Formes de la fenêtre de membrane de renflement

6.3 Mesure de la dimension du spécimen d'essai

Pour analyser les résultats de l'essai, la mesure précise de la dimension et de la pression du spécimen d'essai est exigée parce que les dimensions sont utilisées pour extraire les propriétés mécaniques des matériaux d'essai. Il convient de mesurer l'épaisseur (t) et la dimension de la fenêtre (largeur et longueur ou diamètre) avec une très grande précision, inférieure à ± 1 %. Il convient d'apporter une attention particulière lors de la mesure de la taille de la fenêtre en divisant clairement sa limite.

Les méthodes de mesure de l'épaisseur de couche et la précision données à l'Article C.3 de l'IEC 62047-2:2006 s'appliquent.

Il convient d'apporter une attention particulière pour éviter d'endommager le spécimen pendant la mesure.

7 Procédure d'essai et analyse

7.1 Procédure d'essai

La procédure d'essai est la suivante:

- a) Il convient de fixer le spécimen de renflement à la chambre de renflement en utilisant une méthode appropriée, telle que la méthode de serrage mécanique ou d'encollage époxyde, etc., et de ne pas causer une contrainte non souhaitée, telle qu'une contrainte de flexion, de cisaillement ou une contrainte combinée, ou une distorsion dans le plan sur la membrane.

Il est souhaité d'effectuer l'essai en prenant en considération l'effet de serrage sur la variation de la hauteur de renflement. Un serrage exagéré du spécimen cause en général une contrainte résiduelle sur la fenêtre à membrane. Cependant, pour éviter les fuites de pression dans la chambre de renflement, une méthode d'étanchéité appropriée est exigée pour l'essai.

Le spécimen peut être fixé mécaniquement à la chambre avec des vis. En général, le support du spécimen auquel celui-ci serait fixé est fermement vissé à la chambre. Pour éviter toute fuite, un joint torique peut être utilisé entre le support du spécimen (ou le spécimen) et la chambre. Il est exigé d'apporter une attention particulière lors du positionnement du joint torique sur la chambre afin d'éviter le décalage de la hauteur de renflement.

NOTE 1 Le spécimen ou le support du spécimen peut également être fixé à la chambre en utilisant de l'époxy et en appliquant une force adhésive suffisante.

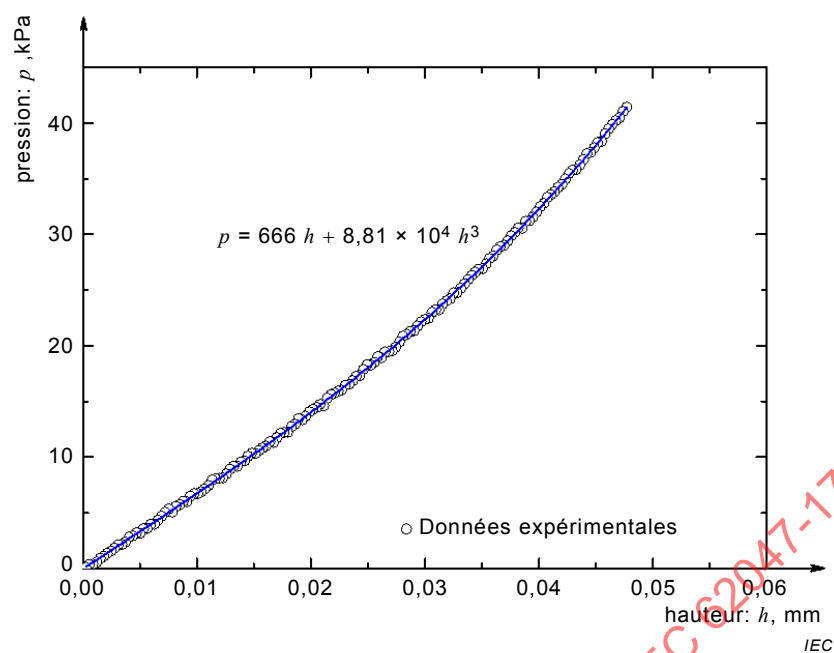
- b) Pour obtenir une déformation quasi statique de la couche, il convient de contrôler attentivement la pression pour la faire augmenter ou diminuer de façon monotone. Il convient que la vitesse de déformation imposée à l'essai soit comprise entre $10^{-7}/s$ et $10^{-2}/s$.
- c) Il convient d'effectuer l'essai dans la plage de tension appropriée du spécimen de renflement et il convient que la déformation ne dépasse pas 0,5 % et 2 % de la déformation pour les matériaux élastiques linéaires et en plastique élastique respectivement. Le diagramme de la pression en fonction de la hauteur obtenu dans l'essai peut être tracé comme représenté à la Figure 5(a).
- d) Au cas où le module d'élasticité serait déterminé par le diagramme contrainte-déformation, des paliers de dépressurisation peuvent être appliqués pendant la pressurisation. Il convient d'appliquer les paliers de dépressurisation à des instants bien définis et, de préférence, à intervalles réguliers pendant le processus de pressurisation, comme représenté à la Figure 5(b). Il est recommandé que la pression minimale à chaque palier de dépressurisation soit supérieure à 50 % du niveau de pression à l'instant où le palier de dépressurisation commence.

La pente doit être déterminée par la réponse linéaire contrainte-déformation obtenue pendant le palier de dépressurisation. Ici, la pente représente le module d'élasticité biaxial de la couche, M . Voir l'Article A.2.

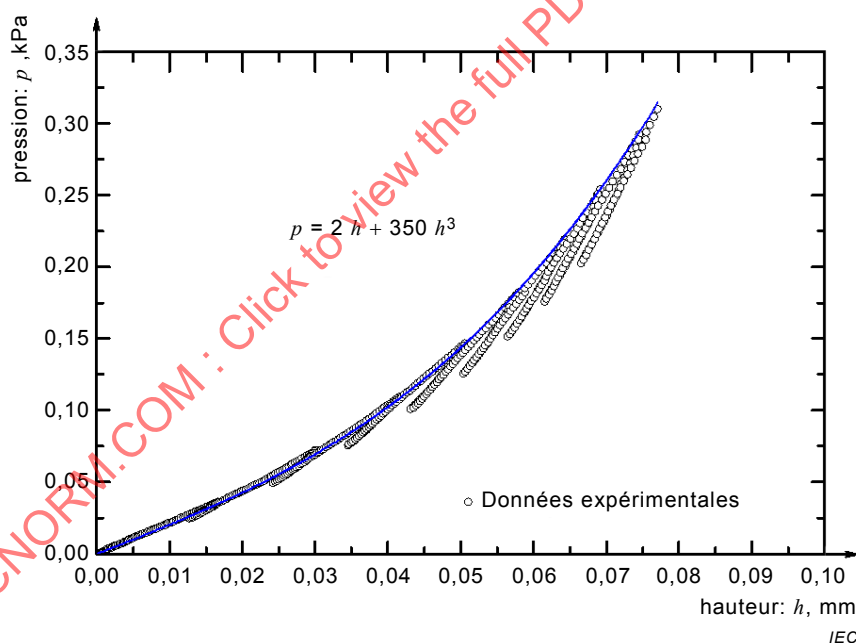
Il convient d'apporter une attention particulière pour éviter l'effet cyclique sur la propriété mécanique de la couche avec la répétition excessive des paliers de dépressurisation.

NOTE 2 Les valeurs moyennes du module peuvent être déterminées par la répétition raisonnable des paliers de pressurisation et de dépressurisation.

- e) Pendant l'essai, il convient que la pression et la déformation dans la fenêtre soient mesurées avec précision et de façon simultanée.



a) pour la couche élastique



b) pour le matériau en plastique élastique

Figure 5 – Exemple de diagramme de hauteur de pression typique obtenu de l'essai de renflement

7.2 Analyse de données

Les propriétés mécaniques sont déterminées selon deux méthodes.

- Méthode d'ajustement dans le diagramme de la pression et de la hauteur;
- Calcul dans le diagramme de la contrainte et de la déformation.

Les procédures d'analyse détaillées sont décrites à l'Annexe A.

8 Rapport d'essai

Il convient que le rapport d'essai contienne au minimum les informations suivantes:

- a) références à la présente Norme internationale;
- b) numéro d'identification du spécimen;
- c) procédures de fabrication du spécimen;
- d) matériau du spécimen;
- e) forme et dimension du spécimen et de la fenêtre;
- f) méthode de mesure;
- g) description de l'appareillage d'essai;
- h) relation pression-flexion;
- i) propriétés mesurées et résultats: module d'élasticité et contrainte résiduelle, diagramme pression-flexion (le cas échéant).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62047-17:2015

Annexe A (informative)

Détermination des propriétés mécaniques

A.1 Généralités

Deux grandeurs de pression p et de hauteur de flexion h obtenues par expérience donnent les propriétés mécaniques, telles que le module d'élasticité et la contrainte résiduelle, de la couche. Ces propriétés peuvent être déterminées avec la sélection appropriée du modèle analytique ou expérimental, c'est-à-dire l'équation de renflement élastique linéaire généralisée et la relation contrainte-déformation.

A.2 Détermination des propriétés mécaniques en utilisant le diagramme contrainte-déformation

La forme de la couche bombée pendant la pressurisation peut être modélisée comme étant un récipient sphérique ou cylindrique à paroi mince avec la géométrie de la fenêtre employée dans l'expérience. Autrement dit, la hauteur de flexion, h , et la pression correspondante, p , pour une géométrie de fenêtre circulaire ou carrée sont liées à la relation entre la contrainte (σ) et la déformation (ε) commandée par le modèle de récipient de pression sphérique, tandis que celles de la géométrie de la fenêtre rectangulaire sont liées à la relation du modèle de récipient de pression cylindrique. Pour les fenêtres de géométrie circulaire ou carrée, la contrainte et la déformation sont déterminées comme suit: [5, 8]¹

La relation suivante peut être donnée à partir de l'équilibre des forces sur le modèle de récipient de pression sphérique:

$$p\pi R^2 = \sigma t 2\pi R \quad (\text{A.1})$$

L'Équation (A.2) peut être dérivée de l'équation ci-dessus:

$$\sigma = \frac{pR}{2t} \quad (\text{A.2})$$

L'Équation suivante peut être obtenue à partir de la géométrie de la fenêtre bombée représentée à la Figure 2:

$$(R-h)^2 + a^2 = R^2 \quad (\text{A.3})$$

Pour une petite déformation, $h \ll a$, l'Équation (A.3) devient l'Équation (A.4):

$$R \cong \frac{a^2}{2h} \quad (\text{A.4})$$

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

La contrainte de la membrane peut être obtenue en substituant l'Équation (A.4) à l'Équation (A.2):

$$\sigma = \frac{pa^2}{4ht} \quad (\text{A.5})$$

La déformation de la membrane peut être dérivée de la relation géométrique de la membrane comme suit:

$$\varepsilon = \frac{R\theta - a}{a} \quad (\text{A.6})$$

où

θ est un angle de la courbure de la membrane;

ε est la déformation de la membrane.

La déformation de la membrane peut être donnée à partir de considérations géométriques [5]:

$$\varepsilon = \frac{a^2}{6R^2} = \frac{2h^2}{3a^2} \quad (\text{A.7})$$

Dans le cas d'une membrane rectangulaire avec un rapport longueur/largeur élevé (longueur/largeur $b/a > 4$), la contrainte et la déformation sont exprimées par celles du récipient de pression cylindrique à paroi mince. [7]

$$\sigma = \frac{pR}{t} \quad (\text{A.8})$$

$$R \cong \frac{a^2}{2h} \quad (\text{A.9})$$

$$\sigma = \frac{pa^2}{2ht} \quad (\text{A.10})$$

Les informations concernant le module biaxial du spécimen (M) peuvent être extraites du diagramme contrainte-déformation. La pressurisation et la dépressurisation périodiques sont exigées pour obtenir le module biaxial. Le module est la pente du diagramme contrainte-déformation pendant le palier de dépressurisation comme représenté à la Figure A.1.

NOTE Le module biaxial, M , est défini comme étant $E/(1-\nu)$ dans le cas d'une fenêtre à membrane circulaire ou carrée et comme étant $E/(1-\nu^2)$ en cas de fenêtre à membrane rectangulaire. Ici, E et ν désignent respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson.

Il est recommandé que la pente soit déterminée numériquement avec la droite de meilleur ajustement (méthode des moindres carrés), y compris une évaluation visuelle de la correspondance entre cette droite de meilleur ajustement et les relevés de lecture de la contrainte et de la déformation mesurées. À l'aide du logiciel informatique disponible et approprié, la pente linéaire doit être déterminée par une régression linéaire de la contrainte sur la déformation entre le point de contrainte supérieur et le point inférieur. Ici, il est recommandé que les points de contrainte supérieur et inférieur soient à 90 % de la contrainte à l'instant où commence la dépressurisation et au niveau de la contrainte minimale à l'instant où se termine la dépressurisation, respectivement.

La correspondance entre la droite et les données mesurées doit être évaluée visuellement. Il peut être utile de considérer le coefficient de corrélation r^2 , dont il convient que la valeur soit proche de 1 ($> 0,99$). D'une autre manière, l'écart type relatif est calculé. L'écart type relatif prend en compte le coefficient de corrélation et le nombre de points de données considérés parmi les autres données statistiques. Il convient qu'il soit inférieur à 1 %.

La contrainte résiduelle est définie au niveau de la déformation nulle. Il est recommandé que la contrainte soit déterminée à la déformation la plus proche de zéro dans les données de déformation inférieures à $10 \mu\epsilon$ ou à la déformation nulle par extrapolation linéaire avec la pente de M et les données de contrainte-déformation proches de la déformation nulle.

A.3 Détermination des propriétés mécaniques en utilisant l'analyse de la relation charge-flexion

Les informations concernant les propriétés mécaniques de la couche sont extraites de la mesure de la pression p et de la flexion h de la membrane bombée. La contrainte résiduelle, σ , et le module, E , pour une couche carrée de côté, a , et d'épaisseur, t , peuvent être déterminés par lissage aux moindres carrés entre la courbe de la pression et de la hauteur avec l'équation de renflement élastique linéaire généralisée, étant donné ce qui suit:

$$p_{spherical} = \frac{8Et}{3a^4(1-\nu)} h^3 \quad (A.11)$$

où

$p_{spherical}$ est la pression différentielle appliquée à la fenêtre à membrane;

ν est le coefficient de Poisson;

E est le module d'élasticité.

$$p_{cylindrical} = \frac{4Et}{3a^4(1-\nu^2)} h^3 \quad (A.12)$$

où

$p_{cylindrical}$ est la pression différentielle appliquée à la fenêtre à membrane.

La relation entre la contrainte et la déformation est définie comme suit:

$$\sigma = M\varepsilon + \sigma_0 \quad (A.13)$$

où

M est le module d'élasticité en déformation plane;

σ_0 est la contrainte résiduelle de la fenêtre à membrane.

En réorganisant la relation entre la contrainte, la déformation et les paramètres géométriques, la pression est dérivée comme suit:

$$p_{spherical} = 4 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + \frac{8Et}{3a^4(1-\nu)} h^3 \quad (A.14)$$

$$p_{cylindrical} = 2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + \frac{4Et}{3a^4(1-\nu^2)} h^3 \quad (A.15)$$

La relation généralisée entre la pression et la flexion est exprimée par

$$p = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} h + C_2(\nu) \frac{Et}{a^4} h^3 \quad (\text{A.16})$$

où

C_1 et $C_2(\nu)$ sont des constantes.

Ici, h est la hauteur maximale (flexion) au centre de la membrane, et ν représente le coefficient de Poisson du matériau.

NOTE 1 L'expression ci-dessus permet de voir que la contrainte résiduelle exerce une influence importante sur le comportement de la couche mince lorsque la flexion est faible, tandis que le module de Young contrôle le comportement mécanique lorsque la flexion est élevée. La dimension latérale de la membrane est 100 fois plus grande que l'épaisseur de la couche et le déplacement de la membrane est également beaucoup plus grand que l'épaisseur de la membrane.

Les valeurs numériques de C_1 et $C_2(\nu)$ sont obtenues par l'ajustement aux expériences.

NOTE 2 Pour un meilleur ajustement aux résultats de l'expérience, diverses expressions des paramètres de C_1 et de $C_2(\nu)$ ont été proposées. Le Tableau A.1 et le Tableau A.2 montrent respectivement les exemples typiques des expressions pour les couches minces carrées et les couches minces sphériques. De plus amples détails sont donnés dans les références indiquées aux Tableaux A.1 et A.2.

Tableau A.1 – Exemples de différentes expressions des paramètres, C_1 et $C_2(\nu)$, pour les couches minces carrées

Modèle	C_1	$C_2(\nu)$	Réf.
Analytique	3,04	$1,37 \times (1,075 - 0,292 \nu)$	[1]
FEM	3,41	$1,37 \times (1,446 - 0,427 \nu)$	[1]
Analytique	3,45	$1,994 \times (1 - 0,271 \nu)$	[2]
Analytique	3,04	$1,473 \times (1 - 0,272 \nu)$	[3]
Analytique	3,39	$(0,8 + 0,062 \nu)^3$	[4]

Tableau A.2 – Exemples de différentes expressions des paramètres, C_1 et $C_2(\nu)$, pour les couches minces sphériques

Modèle	C_1	$C_2(\nu)$	Réf.
Analytique	4,0	2,67	[1]
FEM	4,0	$2,67 \times (1,026 + 0,233 \nu)^{-1}$	[1]
Analytique	4,0	2,67	[5]
FEM	4,0	$2,67 \times (1,0 - 0,241 \nu)^{-1}$	[5]