

## Résistance mécanique à court terme des substrats en alumine

*Etude de la résistance mécanique à court terme des substrats en alumine Kyocera; effet de la pureté, de l'épaisseur, du processus de séparation (rayage + cassage, découpe laser) et de recuits ultérieurs.*

*Kurzzeitige Bruchfestigkeit von Kyocera  $Al_2O_3$ -Substraten ; Einfluss des Reinheitsgrad, der Dicke, des Trennungsprozesses (ritzen + brechen, laserschneiden) und thermischer Nachbehandlungen.*

Thomas Maeder, 30.4.2001

**Projets:** TEPLAZID - résistance mécanique.

**Mots-Clefs:** alumine, hybride, résistance mécanique, flexion, défauts, rayage, découpe, laser.

### Table des matières

1. Introduction .....	2
2. Expériences .....	2
3. Résultats .....	4
4. Conclusions .....	8

### Résumé

Cette étude porte sur le comportement à la rupture à court terme de substrats en alumine, en flexion 3 points. A ce titre, on a étudié différentes nuances (pureté 96% ou 99.6%), différents processus de séparation (rayage + cassage, découpe laser), ainsi que l'effet de recuits ultérieurs. La rupture est presque toujours dominée par les défauts aux bords, provenant du rayage ou de la découpe laser. La seule méthode de fabrication semblant atteindre la résistance "intrinsèque" du substrat est le rayage + cassage, mais seulement sur la face non rayée. La perte de résistance due au rayage augmente avec l'épaisseur du substrat. L'utilisation d'alumine 99.6% permet dans de bonnes conditions un gain de signal d'env. 30%.

### Kurzfassung

In dieser Studie wurde durch 3-Punkt Biegeversuche das kurzzeitige Bruchverhalten von  $Al_2O_3$ -Substraten untersucht. Dazu wurden verschiedene Arte (96% oder 99.6% Reinheit), verschiedene Trennungsmethoden (ritzen + brechen, laserschneiden) und der Einfluss thermischer Nachbehandlungen bewertet. Der Bruch wird fast ausschliesslich durch Randdefekte verursacht, die durch den Trennungsprozess entstehen. Die einzige Methode, die anscheinend die "intrinsische" Festigkeit des Substrates bewährt, ist das Ritzen + Brechen, und dies nur auf der ungeritzten Substratseite. Der Festigkeitsverlust der geritzten Seite steigt mit steigender Substratdicke. Der Einsatz von 99.6%– $Al_2O_3$  erlaubt unter guten Umständen eine Signalerhöhung um ca. 30%.

## 1. Introduction

Le signal obtenu par les capteurs piézorésistifs à base de couches épaisses sur substrats céramiques  $\text{Al}_2\text{O}_3$  96% est relativement faible. Pour des capteurs à base de poutre en flexion, on doit limiter la contrainte nominale à env. 100 MPa, compte tenu de la dispersion des caractéristiques mécaniques et de la croissance sous-critique des fissures<sup>1</sup>, ce qui donne finalement une réponse piézorésistive d'env. 3 mV/V. On pourrait augmenter cette réponse considérablement en utilisant un substrat plus déformable. Cependant, il faut aussi tenir compte de l'affaiblissement du substrat dû aux bords (rayage et cassage, découpe laser, etc.) et à la présence de couches épaisses, des facteurs qui n'ont pas forcément la même influence sur chaque substrat<sup>2</sup>. Pour compliquer la problématique, la déformation peut être aussi limitée par la rupture des couches épaisses elles-mêmes (résistances).

Dans cette étude, plusieurs variantes par rapport à l'alumine de pureté 96% rayée et cassée ont été explorées.

- L'alumine 96% a été comparée à une variante plus pure (99.6%), à grains plus fins, et ne contenant pratiquement pas de phase vitreuse aux joints de grains.
- La dépendance de la résistance mécanique en fonction de l'épaisseur du substrat a été étudiée.
- Plusieurs variantes de découpe laser ont été essayées. Deux lasers classiques, ainsi qu'un laser associé à un jet d'eau, ce qui diminue la largeur de la zone affectée par la coupe.
- On a poli les bords de certains échantillons, pour essayer d'éliminer les défauts y associés. On peut utiliser ces échantillons comme référence de la résistance "intrinsèque" du substrat, c'est-à-dire limitée par le volume ou (plus probablement) la surface de la céramique.
- On a ensuite étudié l'effet de divers recuits sur la résistance mécanique, afin de voir si on peut "guérir" une partie des défauts induits par la séparation des pièces.

## 2. Expériences

### **Substrats**

Les substrats ont été fournis par Haldemann & Porret SA, Les Brenets. Le matériau "standard" est l'alumine 96% A-476 de Kyocera. Cette étude a surtout porté sur des substrats de 0.25 mm d'épaisseur, mais aussi 0.5, 0.8 et 1.5 mm.

Un 2<sup>e</sup> matériau a aussi été utilisé : des substrats d'alumine plus pure, 99.6%, A-492 de Kyocera, d'épaisseur 0.25 mm.

Dans cette étude, tous les substrats sont "blancs", et les seuls défauts apportés sont ceux dus aux bords, et éventuellement au recuit.

### **Fabrication des échantillons**

Pour les essais de flexion, des échantillons rectangulaires de 33.87 mm x 10.7 mm ont été fabriqués à partir des substrats par 2 méthodes : le rayage & cassage et la découpe laser (plusieurs variantes).

- **Rayage**, Haldemann et Porret, avec un laser  $\text{CO}_2$ . La longueur d'onde de ce type de laser est adaptée à l'alumine. Le rayage crée des lignes de cratères sur un côté du substrat, et endommage donc fortement cette face.
- **Découpe**, Haldemann et Porret, laser  $\text{CO}_2$ .

- **Découpe**, Institut d'Optique Appliquée (IOA, EPFL), laser YAG. Ce type de laser est mal adapté à l'alumine, car celle-ci absorbe très mal la longueur d'onde émise. Deux modes (fin et grossier) ont été utilisés.
- **Découpe**, Synova SA, PSE-Ecublens, laser YAG dans jet d'eau. Les mêmes problèmes de faible absorption sont rencontrés avec ce laser, qui possède cependant l'avantage de beaucoup moins affecter thermiquement les substrats découpés grâce au jet d'eau. Théoriquement, la largeur de la zone endommagée est donc beaucoup plus faible.

### Post-traitements

Deux types de post-traitements ont été effectués.

- **Polissage des bords**. Ce traitement ne présente bien entendu qu'un intérêt scientifique ; il s'agit d'éliminer dans la mesure du possible les défauts dus à la découpe ou au rayage + cassage, et par cette manière obtenir la résistance mécanique "intrinsèque" du substrat, c'est-à-dire limitée uniquement par les 2 faces ou le volume.
- **Recuits**. Les substrats rayés et / ou partiellement découpés peuvent être recuits, bien entendu avant sérigraphie. On espère du recuit une "guérison" partielle de la zone endommagée par la préparation. Les recuits ont été effectués dans l'air au four à chambre pendant 2 h à 1200, 1300, 1400 et 1500°C, avec une vitesse de montée / descente d'env.  $\pm 10\text{K} / \text{min}$ .

### Essais de flexion

Les essais ont été effectués dans une machine de traction munie pour l'occasion d'une cellule de force de 500 N et d'un montage permettant de réaliser des essais de flexion 3 points, schématisé à la fig. 2-1. La longueur effective  $L$  a été fixée à 20 mm pour les échantillons d'épaisseur 0.25 mm, et à 30 mm pour les autres.

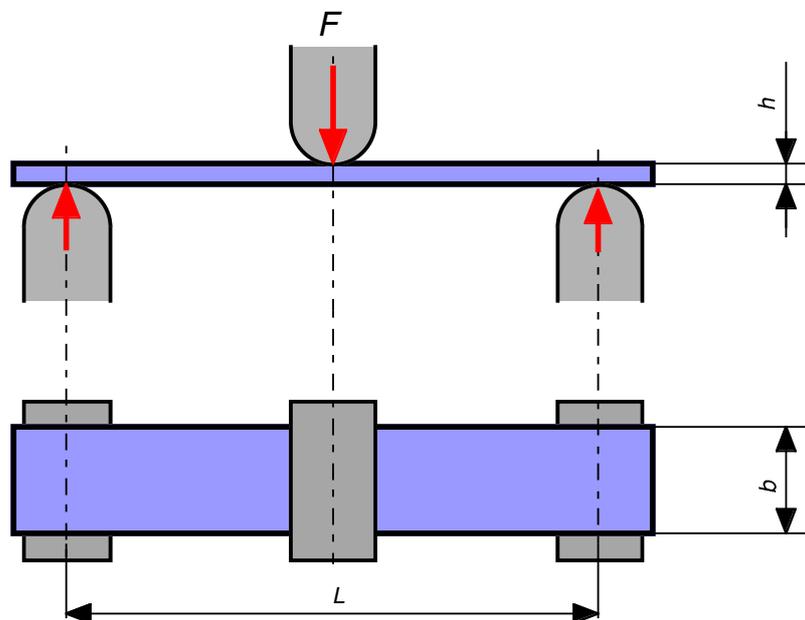


Fig. 2-1. Montage expérimental pour les essais de flexion.

De la théorie des poutres, on obtient, pour une poutre en flexion 3 points, la contrainte nominale maximale pour une force donnée. C'est celle-ci qui est donnée comme résultat dans ce travail. La contrainte maximale *réelle* est en réalité un peu plus élevée, en raison de la non planéité du montage et de la poutre, qui entraînent des contraintes parasites supplémentaires.

$$\sigma = \frac{3l}{2b \cdot h^2} \cdot F$$

$\sigma$	Contrainte maximale (nominale)
$F$	Force appliquée
$b$	flargeur de l'échantillon (fig. 2-1)
$l$	Longueur effective, entre les deux appuis extérieurs
$h$	Epaisseur de l'échantillon (fig. 2-1)

Pour chaque matériau, condition de fabrication et recuit, on teste la résistance mécanique de la face *avant* et la face *arrière* des échantillons. Dans un matériau fragile comme la céramique, on considère que la rupture est initiée sur la face qui est en traction.

- La **face avant** est définie comme la face recevant le faisceau laser incident. Pour les échantillons rayés et cassés, il s'agit donc de la face rayée.
- La **face arrière** est la face opposée, c'est-à-dire la face d'où le faisceau laser sort (échantillons découpés) ou la face non rayée (rayés et cassés).

En raison du faible nombre d'échantillons (env. 10 par groupe), on ne donne pas ici de statistique de rupture selon Weibull, mais juste la moyenne et l'écart-type de la résistance mécanique.

### 3. Résultats

#### 3.1. Comparaison des nuances 96% et 99.6%

Une comparaison des deux nuances d'alumine est donnée à la fig. 3-1. Si on prend les résultats avec le bord poli comme référence, on constate effectivement une meilleure résistance (+40%) de l'alumine 99.6%, qui atteint une résistance moyenne de 680 MPa contre env. 480 MPa pour l'alumine 96%. On attribue le plus mauvais résultat de la face avant de l'alumine 99.6% avec bords polis à un polissage imparfait, qui n'aurait pas entièrement gommé les cratères dus au rayage.

La résistance mécanique de l'alumine 96% obtenue ici est comparable aux résultats obtenus avec des poutres plus petites<sup>3</sup> (env. 500 MPa).

En accord avec les résultats précédents<sup>2,3</sup>, le polissage des bords et le côté non rayé des échantillons rayés et cassés donnent grosso modo les mêmes résistances mécaniques. Le côté rayé des échantillons rayés et cassés, ainsi que les deux côtés des échantillons découpés, donnent des résistances nettement plus faibles. Dans ces derniers cas, on constate que l'alumine 99.6% perd pratiquement tout son avantage par rapport à l'alumine 96% (env. 400 MPa), ce qui ne surprend guère. En effet, la différence entre les deux aluminés porte surtout sur la taille des défauts initiaux, et nettement moins sur la ténacité.

En revanche, l'alumine 99.6% semble tirer meilleur profit d'un recuit, comme le montre la fig. 3-2. Il faut cependant rester conscient que cet avantage peut être annulé par la présence de couches ayant un effet défavorable sur la résistance mécanique<sup>2</sup>.

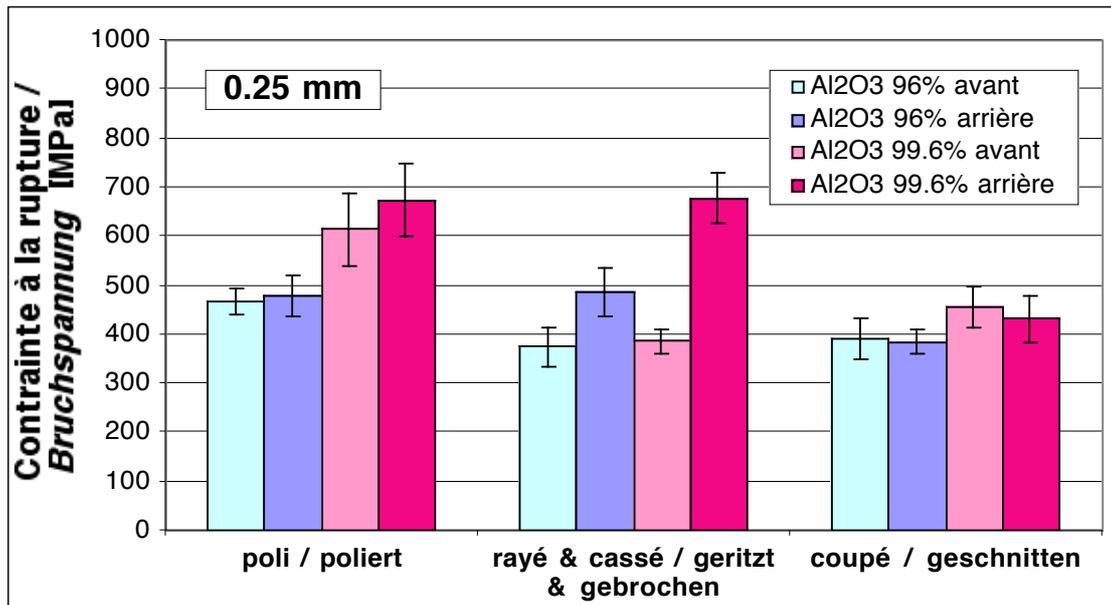


Figure 3-1. Comparaison des deux nuances d'alumine: 96% (standard) et 99.6% (pure). Moyennes  $\pm$  écarts-types. Rayage & découpe par Haldemann & Porret.

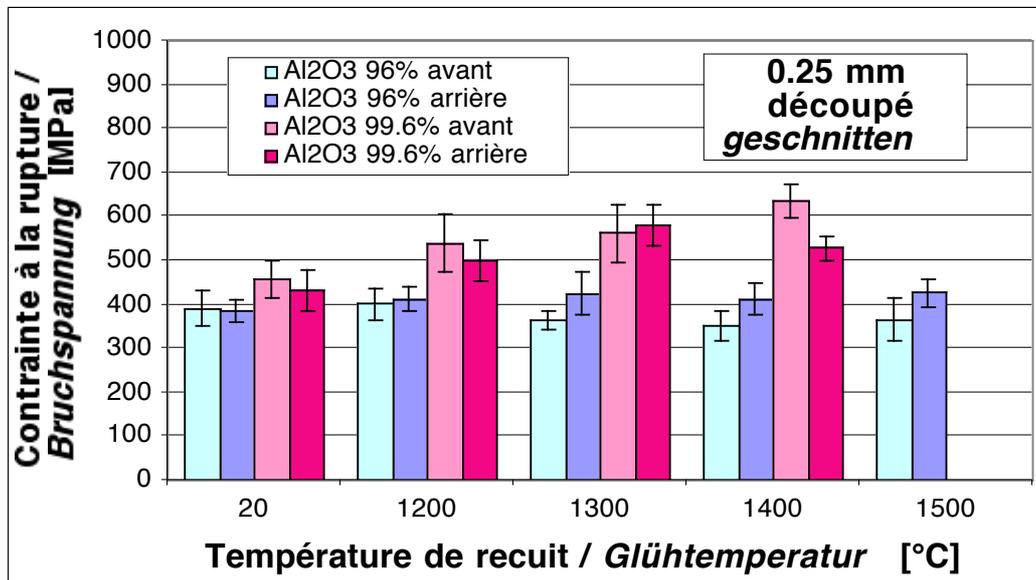


Figure 3-2. Comparaison des deux nuances d'alumine: 96% (standard) et 99.6% (pure), état coupé + recuit. Moyennes  $\pm$  écarts-types. Découpe par Haldemann & Porret. Recuits de 2h.

### 3.2. Processus de fabrication ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ 96%, 0.25 mm)

Les résistances mécaniques sont données à la fig. 3-3, en fonction du processus de fabrication (découpes, rayage et cassage) pour des substrats d'épaisseur 0.25 mm en alumine 96%. La résistance est donnée à l'état brut et après un recuit de 2h à 1400°C, pour la face avant et la face arrière.

Les découpes Haldemann ( $\text{CO}_2$ ) et Synova (YAG + eau) donnent à peu près la même résistance mécanique (370 à 420 MPa). Le recuit n'apporte pas d'amélioration significative pour ces découpes. Les découpes de l'IOA (YAG, fin ou grossier) donnent des résultats nettement inférieurs pour la face avant (côté incident du rayon laser), qui sont cependant améliorés par le recuit.

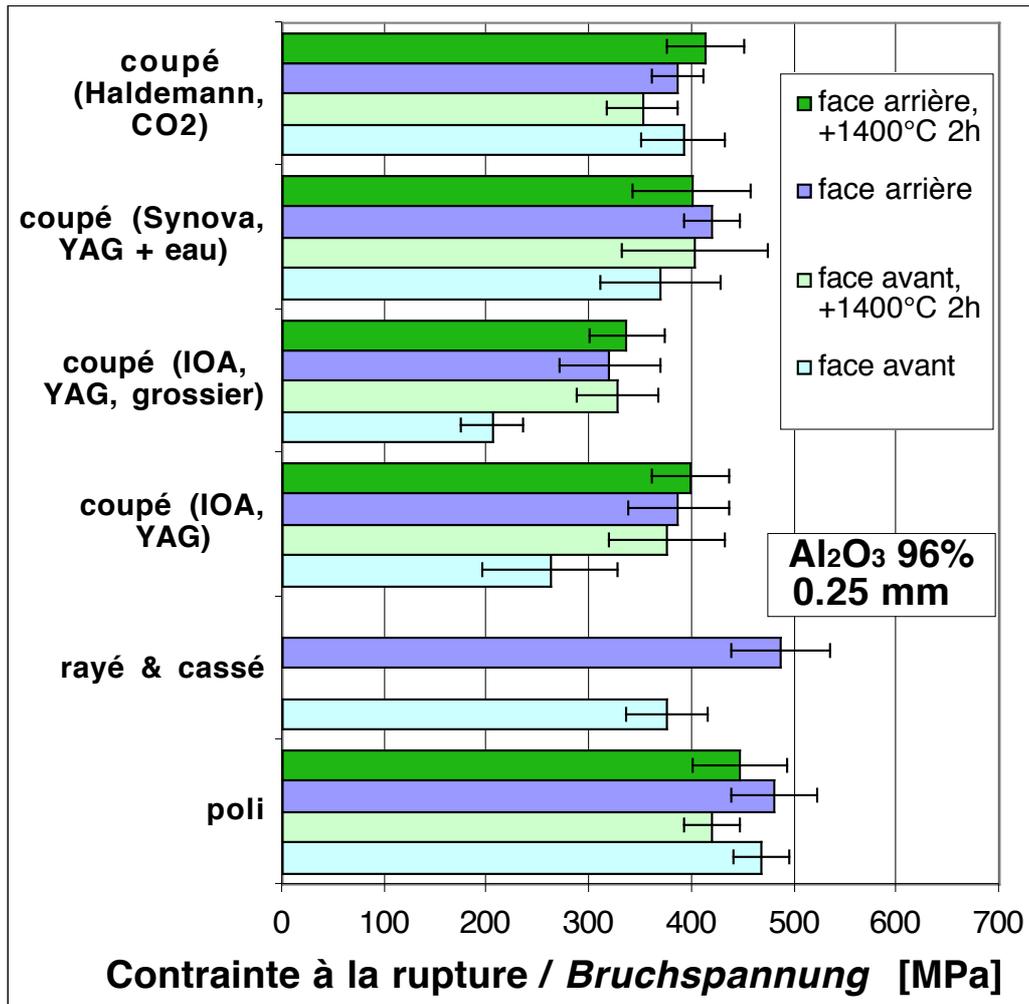


Figure 3-3. Résistance mécanique en fonction du processus de fabrication.  
Moyennes  $\pm$  écarts-types.

### 3.3. Résistance en fonction de l'épaisseur (96% rayé et cassé)

La résistance mécanique d'échantillons en alumine 96%, obtenus par rayage et cassage, est donnée à la fig. 3-4, en fonction de l'épaisseur du substrat. La résistance de la face avant (rayée) décroît continuellement avec l'augmentation de l'épaisseur, ce qui est dû à l'augmentation de la sévérité du rayage effectué par Haldemann & Porret SA, afin de pouvoir garantir un cassage fiable. L'évolution de la résistance de la face arrière, en revanche, n'est pas monotone, avec un minimum à 0.8 mm. Il existe donc une certaine distribution des résistances mécaniques en fonction du lot de substrats. Les valeurs obtenues ici sont cependant acceptables, Kyocera donnant une résistance typique de 350<sup>4</sup> ou 280<sup>5</sup> MPa.

Abstraction faite de la dispersion, il apparaît clairement que la face avant (rayée) devient de plus en plus faible relativement à la face arrière pour les grandes épaisseurs. Le bon choix de la face soumise à la plus forte sollicitation devient donc d'autant plus important.

Pour les faibles épaisseurs, la différence entre face avant et face arrière peut quasiment disparaître, car les défauts dus à la présence de couches épaisses peuvent rivaliser avec ceux dus au rayage.

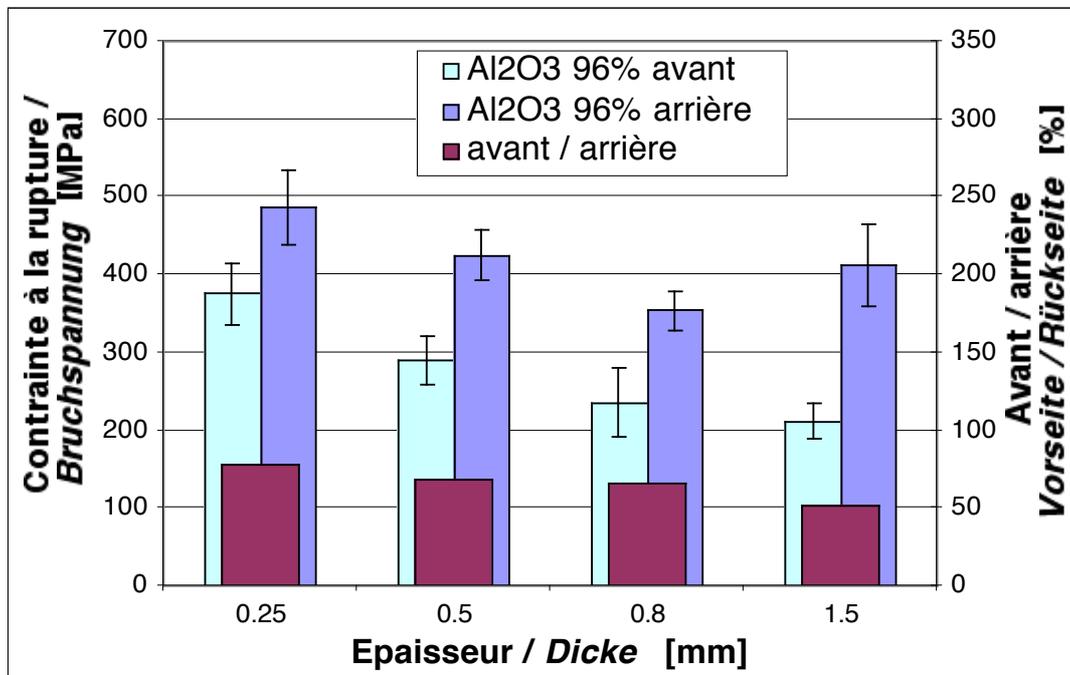


Figure 3-4. Résistance mécanique en fonction de l'épaisseur du substrat, alumine 96% rayée + cassée. Moyennes ± écarts-types. Rayage par Haldemann & Porret.

## 4. Conclusions

L'utilisation de l'alumine de haute pureté (99.6%) permet une augmentation d'env. 40% de la résistance mécanique à court terme par rapport à l'alumine utilisée couramment comme substrat (96%) pour les capteurs piézorésistifs à base de couches épaisses.

Cet avantage optimal n'est cependant atteint en pratique que dans trois cas : 1) les membranes, où le bord n'est pas sollicité mécaniquement, 2) la face non rayée des poutres obtenues par rayage et cassage et 3) les échantillons découpés au laser et recuits. Cet avantage est aussi réduit par le module élastique plus élevé de l'alumine 99.6%, qui entraîne une baisse du signal d'env. 10% à résistance mécanique égale. Finalement, l'affaiblissement provoqué par la présence de couches épaisses, affaiblissement qui semble affecter les matériaux à haute résistance plus sévèrement que l'alumine 96%<sup>2</sup>, doit aussi être pris en compte.

De ce qui précède, les résultats de cette étude et des précédentes sur les céramiques à haute résistance mécanique ne permettent de conclure à leur utilité que dans un cas : les poutres monofaces, où la partie du substrat sollicitée en traction ne comporte pas de couches épaisses. Dans les autres cas, l'avantage obtenu est probablement plus faible.

Pour les deux qualités d'alumine, la méthode de séparation donnant la plus haute résistance mécanique est le rayage et cassage, mais seulement sur la face non rayée (arrière). La face rayée (avant), en revanche, a une résistance nettement moindre, différence qui s'accroît avec l'augmentation de l'épaisseur du substrat. La découpe, éventuellement suivie d'un recuit, peut constituer une méthode viable, n'entraînant dans de bonnes conditions qu'une baisse d'env. 20% de la résistance sur les deux faces.