Mécanismes d'endommagement des dépôts minces sous impact répété

Salim Lamri

▶ **To cite this version:**

Salim Lamri. Mécanismes d'endommagement des dépôts minces sous impact répété. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2010. Français. NNT : 2010BELF0139 . tel-00607507

HAL Id: tel-00607507

https://theses.hal.science/tel-00607507

Submitted on 9 Jul 2011

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

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

N° D'ordre : 139.

Ecole Doctorale ''Sciences pour l'Ingénieur Microtechnique''
Université de Franche-Comté
Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

THESE

Présentée pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
Par

Salim LAMRI

Etude des mécanismes d'endommagements des dépôts PVD sous impacts répétés

Thèse soutenue le 02 Décembre 2010 devant le jury composé de :

Rapporteurs :
Monsieur C. COUPEAU, Professeur, Université de Poitiers.
Monsieur S. BENAYOUN, Professeur, Ecole de Centrale Lyon.
Examinateurs :
Monsieur **G. MONTEIL**, Professeur, ENSMM, Université Franche Comté Besançon
Monsieur **Y. GACHON**, Docteur, HEF R&D, Andrézieux Bouthéon
Monsieur **B. COQUILLET**, Docteur d'état, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lyon
Madame **C. LANGLADE**, Professeur, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
Monsieur **G. KERMOUCHE**, Maître de conférences, Ecole nationale d'ingénieur de Saint Etienne.

Remerciements

Les remerciements « eh oui.. » cette légendaire page ni corrigée ni vérifiée et surtout c'est la seule page où je peux me relaxer et me lâcher sans penser aux contraintes de compression, et aux fautes d'orthographe.

Tout d'abord je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'accomplissement de ce travail.

Particulièrement j'adresse mes remerciements à Monsieur le professeur **Christian CODDET** qui m'a accueilli au sein de son laboratoire.

Je suis très honoré que Monsieur **Christophe COUPEAU**, Professeur à l'Université de Poitiers et Monsieur **Stéphane BENAYOUN**, Professeur à l'Ecole Centrale de Lyon aient accepté d'être rapporteurs de ce travail de thèse. Ma gratitude va de même aux autres membres de mon jury de thèse, monsieur **Guy MONTEIL**, Professeur à l' ***ENSMM*** de Besançon, monsieur **Yves GACHON**, Docteur à ***HEF*** au groupe R&D et monsieur **Bernard COQUILLET** Maître de conférences à l'Ecole Centrale de Lyon.

Je tiens à remercier particulièrement ma directrice de thèse, Le Professeur **Cécile LANGLADE** pour m'avoir initié à la recherche et m'avoir encadré tout au long de cette thèse en me faisant partager toute son expérience. Encore merci pour son soutien et la confiance qu'elle a manifesté tout au long de ce travail ainsi que de m'avoir accueilli dans son bureau au cours de ces trois années. Merci aussi pour son dynamisme et son efficacité ainsi que la bonne humeur qu'elle fait régner autour d'elle.

Je tiens également à remercier mon co-encadrant de thèse **Guillaume KERMOUCHE**, maître de conférences, pour sa disponibilité, son suivi au quotidien et pour le partage de ses connaissances tant en mécanique qu'en modélisation par élément finis.

C'est grâce à woody que les essais d'impacts n'ont plus de secrets pour nous, que Mr **Patrice NOEL** trouve ici toute ma gratitude pour l'instrumentation de la machine et le logiciel woody. La qualité des courbes de déplacement et de force a été rendue possible grâce à la conception et au travail précis d'usinage de **Daniel SCHLEGEL**. Que ce dernier trouve toute ma reconnaissance.

Au cours de cette thèse j'ai été amené à me déplacer et rencontrer différentes personnes qui m'ont été d'un soutien précieux, merci donc à Mr **Franck CLEYMAND** du ***l'IJL*** de Nancy de m'avoir permis de réaliser les analyses par microscopie acoustique.

Un grand merci à **Bernard CHAMPAGNON** et **Valérie MARTINEZ** du ***PCML*** de Lyon pour leur aide et leur disponibilité ainsi que pour les résultats d'analyse par spectroscopie Raman.

Merci aussi à **Isabelle PALLETO** d'avoir toujours fait le nécessaire pour que je sois bien accueilli lors de mes déplacements à saint Etienne et surtout merci à toute l'équipe du ***LTDS*** de m'avoir accueilli comme un membre de leur laboratoire et en particulier à **Fabien GRANGE** pour m'avoir fourni la loi de comportement de M2.

Je remercie également l'ensemble du personnel du laboratoire pour leur précieuse aide tout au long de la thèse et plus particulièrement :

-**Alain BILLARD, Frédéric LAPOSTOLLE, Frédéric SANCHETTE, Olivier RAPAUD, Pascal BRIOIS** pour leur conseil scientifique.

- **Odile RIBET, Sophie LAMY**, pour les différentes caractérisations

-**Farida BAADACHE, Christian PETITOT** et **Eric MONSIFROT,** pour les aides techniques.

Et maintenant, les autres, oui les autres, les ami (es) quoi …

Le plaisir de venir travailler au laboratoire n'aurait pas été présent sans mes ami (es) les thésards ancienne et nouvelle génération. Mes premiers remerciements vont à **Zhiguo Z** qui m'a réalisé mes premiers dépôts PVD, ensuite à **Rafik N** qui m'a assisté dans mes premiers dépôts PVD et surtout pour les barbecues, les sorties, les matchs de foot et le bowling qui n'ont plus le même goût depuis son départ.

Merci aussi à vous **Momo et Mohamed, Pierre, Alex, Amélie, Soumia, Fan Fan, Amina, Wahabou, Kahina, Mira, Ziga, Sihao,** d'autres encore, merci pour tous les bons moments passés au labo ou à l'extérieur.

*Ne soyez pas surpris si la police change de forme et de taille mais on arrive dans le lourd, le très lourd. Merci **MEZHOURA** et merci **RAYAN** pour votre compréhension, votre soutien et de m'avoir apporté plein de bonheur.*

Pour tout, tout le temps, tout simplement.

Je ne saurais terminer ces remerciements sans avoir une pensée pour mes parents, cousins et cousines et mes beaux parents.

Une mention spéciale pour ma grand-mère sans qui je n'aurais jamais pu venir en France et poursuivre mes études.

A la mémoire d'une grande Dame.

TABLE ET INDEX

Introduction Générale ..... *- 1 -*

Chapitre I. Etat de l'art ..... *- 5 -*

I.1. Contexte et objectif ..... **- 6 -**

I.2. Les monocouches de nitrure de Chrome (CrN) ..... **- 7 -**

I.2.1. Structure et Morphologie : ..... - 7 -

I.2.2. Propriétés mécanique et tribologique ..... - 9 -

I.2.3. Stabilité thermique et résistance à l'oxydation à haute température ..... - 10 -

I.3. Origine des contraintes résiduelles dans les dépôts PVD ..... **- 10 -**

I.3.1. Contraintes résiduelles d'origine thermique ..... - 11 -

I.3.2. Contraintes résiduelles intrinsèques ..... - 12 -

I.4. Mécanismes d'endommagements des dépôts minces durs ..... **- 13 -**

I.4.1. Endommagement des dépôts minces sous contraintes traction ..... - 13 -

I.4.2. Endommagement des dépôts minces sous contraintes de compression ..... - 14 -

I.5. Phénomène de cloquage dans les films minces ..... **- 16 -**

I.5.1. Mécanique des cloques ..... - 17 -

I.5.2. La forme des cloques ..... - 18 -

I.5.3. Influence de la déformation du substrat ..... - 19 -

I.5.4. Influence des imperfections et des défauts ..... - 20 -

I.6. Mécanique du contact et de l'impact ..... **- 22 -**

I.6.1. Contact sphère plan (statique) ..... - 22 -

I.6.2. Impact sphère plan (dynamique) ..... - 25 -

I.6.3. Influence des dépôts sur les propriétés mécaniques [48] ..... - 27 -

I.7. Essais d'impacts répétés sur des dépôts durs type PVD ..... **- 28 -**

I.8. Simulation de l'impact par calcul numérique ..... **- 30 -**

I.9. Conclusion ..... **- 32 -**

Chapitre II. Techniques expérimentales ..... *- 34 -*

II.1. Introduction ..... - 35 -

II.2. Procédés de dépôt PVD ..... - 35 -

II.2.1. Principe et mécanisme de la pulvérisation cathodique ..... - 35 -

II.2.2. Substrats utilisés ..... - 36 -

II.2.3. Protocole d'élaboration des revêtements ..... - 37 -

II.3. Techniques d'analyse et de caractérisation des dépôts PVD ..... - 38 -

II.3.1. Mesure d'épaisseur ..... - 38 -

II.3.2. Diffraction des Rayons-X (DRX) ..... - 38 -

II.3.3. Spectrométrie de décharge luminescente (SDL) ..... - 40 -

II.3.4. Principaux paramètres de dépôts retenus ..... - 41 -

II.3.5. Mesure des contraintes internes ..... - 42 -

II.3.6. Mesures de dureté et du module de Young ..... - 43 -

II.3.7. Scratch test: Essai de rayure à charge croissante ..... - 45 -

II.4. Le Micropercuteur à énergie d'impact contrôlée ..... - 47 -

II.4.1. Capteurs de déplacement et de force ..... - 48 -

II.4.2. L'énergie cinétique ..... - 56 -

II.4.3. Vitesse et Force d'impact ..... - 56 -

II.4.4. Mesure du chargement au cours de N cycles d'impact (reproductibilité des impacts) ..... - 57 -

II.4.5. Comparaison entre les mesures du capteur et le calcul de Hertz ..... - 58 -

II.5. Conclusion ..... - 59 -

Chapitre III. Phénomène de cloquage dans les films ..... - 61 -

III.1. Introduction ..... - 62 -

III.2. Matériaux – élaboration Propriété ..... - 62 -

III.2.1. SDL ..... - 63 -

III.2.2. Rayon X ..... - 64 -

III.2.3. Observation MEB ..... - 65 -

III.2.4. Nano indentation ..... - 65 -

III.3. Contraintes internes dans le film ..... - 66 -

III.3.1. Mesure des contraintes internes globales dans les films ..... - 67 -

III.3.2. Mesure des contraintes internes locales ..... - 67 -

III.3.3. Application au CrN ..... - 71 -

III.4. Identification des mécanismes d'endommagement par flambement du dépôt sous impact : ..... - 78 -

III.4.1. Influence du nombre et de l'énergie d'impact ..... - 79 -

III.5. Influence de l'épaisseur des films et relaxation de contraintes ..... - 81 -

III.5.1. Epaisseur de films entre 1 à 8 µm ..... - 81 -

III.5.2. Films de 8,5 µm et plus ..... - 86 -
III.5.3. Synthèse de l'effet de l'épaisseur et des contraintes résiduelles ..... - 88 -
III.5.4. Influence de la nature du film ..... - 90 -
III.5.5. Influence de la déformation plastique du substrat ..... - 91 -

III.6. Conclusion ..... - 92 -

Chapitre IV. Modélisation de l'impact par éléments finis ..... - 94 -

IV.1. Simulation numérique de l'impact ..... - 95 -

IV.2. Modèle ..... - 96 -

IV.2.1. Conditions du calcul ..... - 97 -
IV.2.2. Matériaux utilisés et lois de comportement ..... - 97 -
IV.2.3. Conditions aux limites ..... - 98 -
IV.2.4. Maillage ..... - 99 -
IV.2.5. Conditions du contact ..... - 100 -

IV.3. Validation des résultats macroscopiques issus des Modélisations ..... - 100 -

IV.3.1. Simulation d'un impact ..... - 100 -
IV.3.2. Rayon de contact ..... - 102 -
IV.3.3. Simulation d'impacts répétés ..... - 103 -
IV.3.4. Conclusion partielle ..... - 108 -

***IV.4.* Analyse des champs de contraintes et des déformations : ..... - 109 -**

IV.4.1. Déformation plastique du substrat ..... - 109 -
IV.4.2. Analyse des champs de contraintes ..... - 110 -
IV.4.3. Comportement à l'interface ..... - 111 -

IV.5. Influence de la nature du contact (contact collant) ..... - 117 -

IV.5.1. Comportement de substrat (loi de Hollomon) ..... - 118 -
IV.5.2. Comportement à l'interface ..... - 118 -

IV.6. Conclusion ..... - 121 -

Chapitre V. Influence de la microstructure du substrat ..... - 122 -

V.1. Introduction ..... - 123 -

V.2. Substrat M2 non traité ..... - 124 -

V.3. Substrat M2 traité ..... - 126 -

V.4. Microscopie Acoustique ..... - 128 -

V.5. Influence de la dureté ..... - 129 -

V.6. Conclusion ..... - 132 -

Conclusions Générales ..... ***- 134 -***

Bibliographie ..... ***- 138 -***

RESUME :

Les techniques d'élaboration de dépôts par voie sèche, plus respectueuses de l'environnement que la plupart des techniques généralement utilisées dans l'industrie, sont actuellement en plein essor. En particulier, les techniques de dépôt physique (PVD) en phase vapeur sont aujourd'hui utilisées dans un très grand nombre de domaines, plus particulièrement pour l'amélioration des performances mécaniques et tribologiques des pièces en service soumises à des sollicitations cycliques. Les méthodes de caractérisation mécanique usuelles telles que le scratch test, les essais de frottement pion/plan et la micro/nanoindentation, sont souvent mal adaptées pour prédire à elles seules la durée de vie et les mécanismes d'endommagement en service des dépôts.

Afin d'identifier les mécanismes d'endommagement, un dispositif d'essai d'impacts a été instrumenté et étalonné afin de contrôler parfaitement les paramètres d'essai. Des essais d'impact répétés à courte ou longue durée ont été réalisés. Un mécanisme de rupture original des dépôts minces par flambement a été observé et confirmé.

Dans le but de mieux comprendre les conditions de formation des cloques observées et de pouvoir contrôler leur apparition, une étude expérimentale de l'influence des paramètres du dépôt, du substrat et des conditions de l'impact a été menée. Ensuite un modèle de la sollicitation d'impact par éléments finis a été réalisé et les résultats issus de la simulation ont ensuite été comparés aux résultats expérimentaux obtenus

Mots clés : Dépôts PVD, Test d'impact, Cloques, Spectroscopie Raman, Elément finis

Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

En 2006, le gouvernement britannique a publié le rapport économique Stern sur le changement climatique [1]. Une de ses indications majeures, c'est que, pour que le taux de CO_2 se stabilise dans l'atmosphère à un niveau qui permettrait d'atténuer les effets du changement climatique, il faudrait une réduction de 25% (par rapport aux niveaux de 1990) des émissions mondiales d'ici 2050. Atteindre cet objectif exigera une grande contribution des pays développés et il faudra faire des changements radicaux dans tous les domaines industriels (économiques, mécaniques, mise en œuvre,…etc.); la production d'électricité et l'industrie automobile ne font pas exceptions. Dans le secteur de l'automobile, il y a plusieurs façons d'améliorer l'efficacité :

- L'adoption d'une conduite économe,
- La réduction de poids du véhicule,
- La réduction des pertes d'énergie par frottement,
- L'amélioration de l'efficacité du moteur.

Une étude de Ford [2] a montré que des poussoirs revêtus de DLC – Diamond Like Carbon – par PVD pourraient permettre un gain de 1 % sur la consommation de gasoil, ce qui représente une économie de 200 L de carburant sur la durée de vie du véhicule et 500 kg de CO_2 non rejetés dans l'atmosphère. Pour un gain en consommation identique, il faudrait alléger le véhicule de 16 kg.

Les interactions entre les composants de distribution et de transmission dans un moteur (Figure 1) sont tribologiquement très complexes, avec des sollicitations souvent mixtes, qui entraînent des endommagements pouvant mêler l'usure par glissement lubrifié, l'usure abrasive, le fretting, la fatigue superficielle et l'impact…etc.

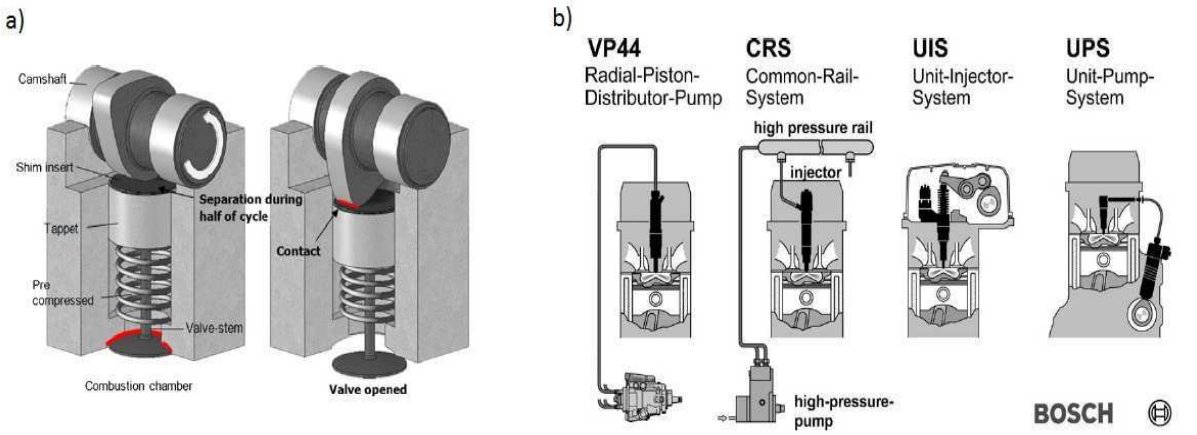


Figure 1 : Illustration de l'impact répété. a) lors de cycles de rotation de l'arbre à cames [3] b) dans le système d'injection à haute pression [4]

Lorsqu' il s'agit de déterminer la durée de vie d'un revêtement sous une sollicitation cyclique donnée, dans le cas par exemple des poussoirs [3], des tiges d'injecteurs [4], dans un moteur automobile ou des outils de coupes [5] les méthodes de caractérisation mécanique usuelles telles que le scratch test, les essais de frottement pion/plan et la micro/nanoindentation, sont souvent mal adaptées pour prédire à elles seules la durée de vie et les mécanismes d'endommagement en service des dépôts. C'est pourquoi différents essais ont été imaginés pour l'étude de la résistance à la fatigue superficielle des films minces, utilisant différents types de contact et de sollicitation [6], [7]. Parmi les essais de fatigue superficielle, les essais de chocs répétés semblent être les plus représentatifs des micro-chocs rencontrés dans des systèmes mécaniques et à l'origine de l'endommagement des composants.

Partant des premiers acquis des travaux de Y. Gachon [8] et F. Ledrappier [2], l'enjeu de cette thèse est d'exploiter les connaissances acquises sur le plan théorique et expérimental pour étudier les mécanismes d'endommagements des dépôts minces, en particulier, le cloquage sous impact répété. Elle a comme objectifs de :

- Réaliser la calibration et l'étalonnage des instruments de mesure du dispositif industriel qui permet de réaliser des sollicitations cycliques à énergie d'impact contrôlée
- Etudier l'influence des différents paramètres expérimentaux (impact, dépôts, substrat) sur le mécanisme d'endommagement par flambement sous impact répété.
- Compléter nos essais d'impact par une analyse numérique par la méthode des éléments finis pour une meilleure compréhension de phénomène de cloquage dans les films minces.

Le rapport de thèse est structuré comme suit :

Dans un premier chapitre, nous introduisons brièvement les principales propriétés (structurales, morphologiques, mécaniques…etc.) des dépôts utilisé pour cette étude telles qu'établies par des études antérieures réalisées au laboratoire. Ensuite nous décrivons les mécanismes d'endommagement des dépôts minces avec ou sans sollicitations extérieures et nous présentons quelques notions de physique et de mécanique du contact nécessaires à la compréhension du ce travail.

Puis dans un deuxième chapitre, dédié aux techniques expérimentales nous rappelons rapidement le principe de procédé de dépôt physique en phase vapeur (PVD) ainsi que les différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des couches minces réalisées : composition chimique, structure, propriétés mécaniques et tribologiques. Nous décrivons par la suite le fonctionnement du micropercuteur, l'étalonnage et l'optimisation de chacun de ses paramètres ainsi que son instrumentation.

Dans le troisième chapitre qui constitue le cœur du travail expérimental, nous présentons les résultats obtenus lors des essais d'impacts répétés sur nos films minces de CrN. Afin de mieux comprendre le phénomène de cloquage des films observés, l'influence de l'épaisseur des films, des contraintes résiduelles et de leur éventuelle relaxation et des propriétés mécaniques du substrat a été étudiée. Les résultats obtenus permettent alors de dégager certaines pistes qui nous ont semblé nécessiter un travail plus approfondi de modélisation.

Le quatrième chapitre est alors consacré à la présentation des résultats numériques obtenus par éléments finis. Après une première phase de validation du modèle établi par comparaison des résultats « macroscopiques » des calculs (diamètre d'empreinte, force induite…) avec les valeurs expérimentales, le modèle a été utilisé pour estimer les champs de contraintes dans le substrat et à l'interface film/ substrat. Les calculs ont été faits dans différents configurations (substrat mou/durci, contact glissant/ collant)

Enfin le cinquième chapitre s'intéresse à l'influence de la microstructure du substrat sur le phénomène de cloquage dans les films minces et revient sur l'influence de la dureté du substrat sur le phénomène de cloquage.

La conclusion reviendra sur les différents acquis de ce travail et proposera plusieurs pistes et nouvelles expérimentations pour valider certaines hypothèses et améliorer encore la compréhension du phénomène.

Chapitre I. Etat de l'art

I.1. Contexte et objectif

Pour répondre aux différentes préoccupations des effets du réchauffement climatique sur la planète, les industriels du secteur automobile ont fait un effort tout particulier pour la réduction des pertes d'énergie par frottement provenant des moteurs et ce afin d'améliorer la consommation de carburant et réduire les émissions de gaz à effet de serre. Ces exigences ont poussé les fabricants de moteurs à utiliser des revêtements permettant une meilleure protection à l'usure des composants et assurer un fonctionnement à faible frottement. De plus, les solutions ont aussi été recherchées du coté des technologies plus respectueuses de l'environnement telles que les techniques d'élaboration de dépôts par voie sèche et en particulier, les techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD). Les revêtements obtenus par cette technique tels que le CrN, TiN, DLC… offrent généralement une solution intéressante.

Cependant les interactions entre les composants de distribution et de transmission dans un moteur sont tribologiquement très complexes, avec des contacts souvent mixtes, incluant entre autre de l'usure par glissement lubrifié, usure abrasive, écaillage, fatigue et impact…etc. C'est sur ce dernier point de la résistance à l'impact des revêtements que nous nous sommes plus particulièrement penchés.

Dans un premier temps l'objectif de cette étude est donc de mettre au point un dispositif de caractérisation par chocs répétés des couches minces. En effet des travaux antérieurs réalisés par Y. Gachon [8] et F. Ledrappier [2] avaient permis de mettre en évidence l'intérêt d'un tel dispositif pour l'étude de la résistance aux chocs de revêtements mais de nombreux problèmes expérimentaux subsistaient, en particulier au niveau du suivi des essais. Nous avons jugé nécessaire de réinstrumenter le dispositif et de l'étalonner afin de disposer d'un appareil fiable et parfaitement contrôlé.

Ensuite dans un deuxième temps, le comportement et les mécanismes d'endommagements de couches minces (élaborées par PVD au laboratoire, en particulier le CrN) sous impacts répétés seront étudiés. En effet les nitrures à base de chrome sont actuellement des candidats potentiels pour ce type d'applications en raison de leurs propriétés mécaniques et tribologiques intéressantes, mais également en raison de leur bonne résistance à l'oxydation et de leur stabilité thermique à haute température.

Enfin tout au long de ce travail nous avons cherché à corréler et comparer les résultats expérimentaux avec les résultats numériques issus de la modélisation par élément finis pour une meilleure compréhension.

I.2. Les monocouches de nitrure de Chrome (CrN)

I.2.1. Structure et Morphologie :

I.2.1.1. Structure

La structure cristallographique des nitrures de chrome est variable selon la stœchiométrie du matériau. Selon le diagramme de phases du système Cr-N (Figure I-1), il existe deux nitrures de chrome : β-Cr_2N, dont la composition varie entre environ 30 et 33 % at. N et CrN à 50 % at. N à température ambiante. Le Cr_2N présente une structure hexagonale (groupe d'espace $P6_3/mmc$) et le CrN a une structure cubique à faces centrées du type NaCl. (groupe d'espace Fm3m). A l'équilibre thermodynamique, cette phase reste stable jusque 1050°C, température à laquelle elle se décompose en β-Cr2N et en azote.

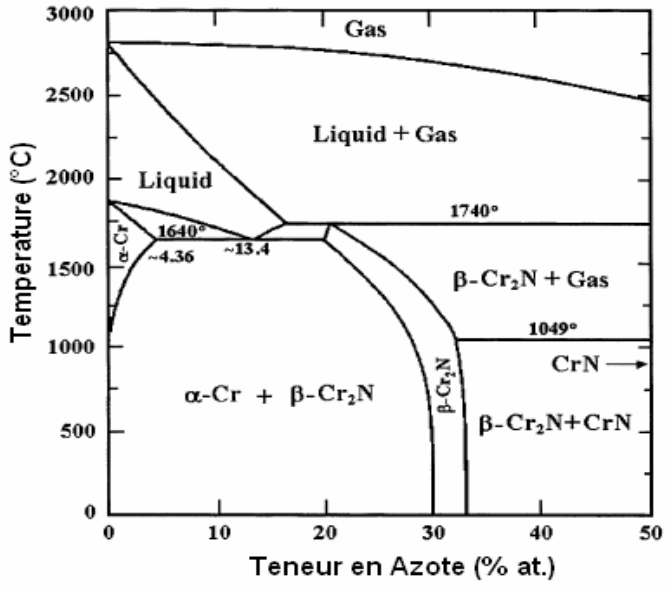


Figure I-1 : Diagramme de phases du système Cr-N [9]

Si le diagramme de phase prévoit une stœchiométrie quasi parfaite pour le CrN, son élaboration en film mince par PVD permet généralement de l'observer pour un intervalle de composition plus large.

I.2.1.2. Morphologie

Si la composition d'un film mince est à examiner, sa morphologie doit également être étudiée. Dans l'optique de contrôler la morphologie du revêtement in situ, il est possible de fournir aux particules pulvérisées plus ou moins d'énergie lors de leur condensation sur le substrat. L'apport d'énergie permet un arrangement optimal des atomes dans la structure en formation et donc une densification du revêtement, tandis qu'une diminution de cette énergie mène à moins de mobilité des atomes en surface et donc à une structure colonnaire plus poreuse. Parmi les moyens de contrôler la morphologie des revêtements in situ on peut citer la pression du gaz lors de la pulvérisation et la température du substrat. Ces effets peuvent être représentés par le diagramme de Thornton (Figure I-2)

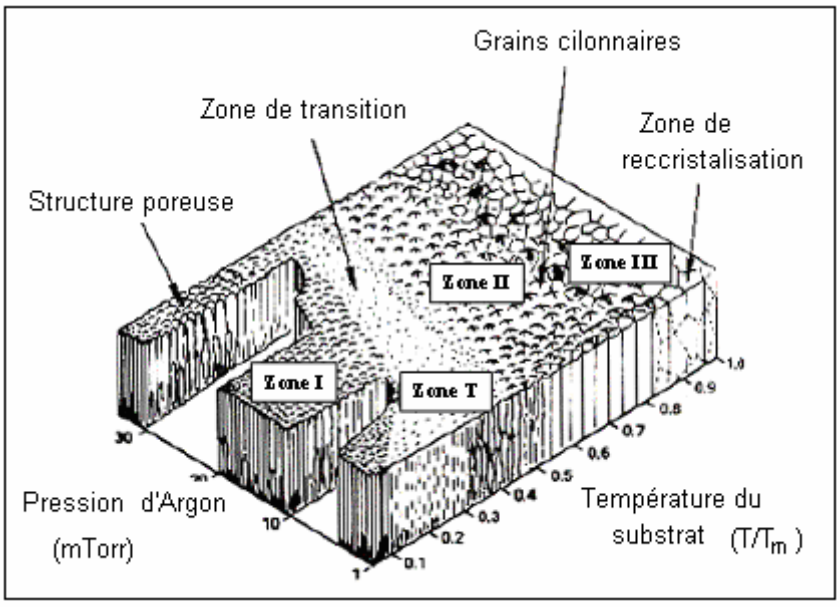


Figure I-2 : Diagramme de zones de Thornton [10]

- **Zone 1 :** Les grains sont de forme colonnaire séparés par des espaces vides. La faible mobilité de surface des adatomes lors de la formation de la couche ainsi que le phénomène d'ombrage expliquent la forme colonnaire et la porosité élevée des structures obtenues dans ces conditions.
- **Zone T :** Cette zone est caractérisée par des grains colonnaires plus fins et la réduction de l'espace séparant deux colonnes voisines. L'énergie croissante des adatomes permet cet arrangement.

- **Zone 2 :** L'énergie des adatomes est plus élevée que dans la zone de transition et leur diffusion latérale est suffisante pour que les colonnes soient accolées entre elles. Les surfaces des dépôts présentent un profil anguleux. Cela est dû à l'existence de plans cristallographiques bien déterminés.
- **Zone 3 :** La température élevé permet aux atomes de diffuser dans toutes les directions et ainsi de former des grains équiaxes caractéristiques des matériaux massifs. De plus, les grains peuvent recristalliser dans cette zone jusqu' à former un monocristal.

La majorité des dépôts issus de la voie PVD, notamment le CrN, sont connus pour développer une structure colonnaire et pour être texturés. Autrement dit, pendant leur élaboration, les atomes qui les constituent s'empilent de manière à constituer un réseau cristallin orienté dans une direction donnée de l'espace. Une orientation (111) des dépôts CrN est la plus souvent rencontrée [11-14], mais l'orientation dans les directions préférentielles, (200) et (220),(311) des dépôts CrN déposés sur des substrats en acier est également rapportée par d'autres auteurs [15-16] . En outre, la texture est fortement influencée par les conditions de dépôts (procédé d'élaboration, tension de polarisation, nature du substrat…)

I.2.2. Propriétés mécanique et tribologique

I.2.2.1. La dureté

La première raison du développement des dépôts à base de nitrures est le durcissement superficiel engendré par cette couche mince. Les auteurs s'accordent sur des valeurs de la dureté mesurée pour les dépôts de CrN variant entre 17 et 30 GPa [17-20]. La dureté varie avec les conditions d'élaboration [21-22]. Les principaux paramètres sont :

- La pression partielle d'azote dans l'enceinte qui influe sur la stœchiométrie,
- La polarisation du substrat qui est susceptible de modifier la taille des grains et les contraintes internes des revêtements.

I.2.2.2. Résistance à l'usure et coefficient de frottement

L'usure d'un revêtement est souvent caractérisée par la perte de masse en fonction du temps. Elle est généralement influencée par le coefficient de frottement et par la dureté du revêtement. La formation de couches de lubrifiant solide est souvent recherchée. Les valeurs du coefficient de frottement du CrN évoquées dans la littérature sont à prendre avec

précaution car sa mesure dépend d'une part des paramètres liés au test et d'autre part des conditions environnementales. Selon Polcar et al [23], des coefficients de frottement de 0,45 à 0,8 [23-24] ont été mesurés à température ambiante (25°C), contre des billes en acier type 100Cr6, en Si_3N_4 et en Al_2O_3.

I.2.3. Stabilité thermique et résistance à l'oxydation à haute température

Les dépôts durs ont souvent pour vocation d'augmenter la durée de vie des outils de coupe notamment pour des applications d'usinage. Les températures au niveau des arrêtes de l'outil peuvent atteindre plusieurs centaines de degrés et la stabilité thermique des revêtements est donc une caractéristique fondamentale à déterminer. Grâce à sa stabilité thermique et sa résistance à l'oxydation à haute température, le nitrure de chrome est devenu l'un des nitrures des métaux de transition parmi les plus utilisés. En effet Navensik et al [25] ont comparé le comportement du TiN et du CrN à haute température; une oxydation est détectée à partir 800°C pour le CrN contre seulement 600°C pour le TiN. Lors de l'oxydation, les films de TiN forment une structure N_x-Ti-O_y à la surface. Cette structure laisse des sites vacants qui autorisent une diffusion rapide de l'oxygène dans la structure. En revanche, le CrN forme directement une couche protectrice de Cr_2O_3 selon la réaction suivante :

$$2CrN_{(s)} + \frac{3}{2}O_{2(g)} \rightarrow Cr_2O_{3(s)} + N_{2(g)} \qquad \text{(I-1)}$$

I.3. Origine des contraintes résiduelles dans les dépôts PVD

L'étude des contraintes internes des revêtements PVD au niveau de l'interface substrat/revêtement est importante puisque les sollicitations imposées aux premières couches d'atomes du revêtement pendant l'élaboration affectent grandement la croissance des couches suivantes et conditionnent la tenue mécanique du film ultérieurement

Les contraintes internes des revêtements PVD sont généralement des efforts en compression qui peuvent atteindre plusieurs GPa. Elles sont dues essentiellement à la somme des contraintes d'origine thermique et contraintes intrinsèques liées au mécanisme de croissance des grains.

$$\sigma_{\text{int}} = \sigma_g + \sigma_t \qquad \text{(I-2)}$$

I.3.1. Contraintes résiduelles d'origine thermique

Pour les procédés PVD, selon la nature de la cible, lors de la phase de refroidissement de la pièce revêtue, la différence des coefficients de dilatation entre le dépôt (α_d) et le substrat (α_s) introduit des contraintes résiduelles d'origine thermomécanique. Les déformations thermiques créées dans le dépôt et le substrat sont :

$$\varepsilon_d = \alpha_d \Delta T \qquad \varepsilon_s = \alpha_s \Delta T \tag{I-3}$$

Les indices d et s désignent respectivement le dépôt et le substrat.

Sur la plupart des dépôts PVD, cette contrainte résiduelle est en compression. Elle permet donc au dépôt de mieux supporter des contraintes de traction importantes générées lors de sollicitation en service. L'épaisseur du dépôt étant négligeable devant l'épaisseur de la pièce traitée, l'amplitude de cette contrainte résiduelle thermique ne varie pas avec l'épaisseur du dépôt.

Han et al [26] ont utilisé l'équation suivante pour estimer la valeur des contraintes d'origine thermique pour un dépôt CrN.

$$\sigma_{CrN} = \frac{(\alpha_{CrN} - \alpha_{Si})\Delta T}{\left[\frac{\nu_{CrN} - 1}{E_{CrN}} + \frac{h_{CrN}(\nu_{CrN} - 1)}{h_{Si} E_{Si}}\right]} \tag{I-4}$$

Avec

- α est le coefficient de dilatation thermique ($\alpha_{CrN} = 2{,}3x10^{-6}\,K^{-1}$, $\alpha_{Si} = 4{,}1x10^{-6}\,K^{-1}$).
- E est le module d'Young (E_{CrN} = 452 GPa, E_{Si} = 130 GPa)
- h est l'épaisseur.
- ν est le cœfficient de Poison (ν_{CrN} = 0,199, ν_{Si} =0,279)
- ΔT est la différence entre la température de déposition et la température ambiante.

A partir de cette équation il a estimé que les contraintes d'origine thermique ne sont que de l'ordre 0,3 GPa pour les dépôts CrN obtenus par pulvérisation cathodique magnétron.

I.3.2. Contraintes résiduelles intrinsèques

Les contraintes résiduelles intrinsèques ont pour origine les mécanismes de croissance des grains. La présence de défauts, la migration d'atomes, la présence de lacunes ou au contraire l'insertion d'atomes neutres – Argon ou Xénon – dans le dépôt introduisent une variation de volume local qui met le dépôt en compression. Dans le cas du CrN déposé sur un substrat en silicium, les contraintes résiduelles mesurées varient entre –1 et –8 GPa [26-27] alors que les contraintes thermiques ont été évaluées à 0,3 GPa soit seulement 4% à 12% des contraintes totales.

Knotek et al [28] ont proposé un modèle de croissance dans le cas d'un dépôt TiN élaboré par PVD, qui se divise en trois phases :

Phase I : Agglomération des constituants du revêtement à la surface du substrat selon une croissance classique (Figure I-3a).

Phase II : sous l'effet, par exemple, du champ électrique créé entre la cible et le substrat (cas de l'évaporation à arc), les atomes sont dotés d'une énergie cinétique telle qu'ils peuvent venir occuper des sites trop petits pour eux (Ti). Les atomes des gaz réactifs (N, O ou éventuellement Ar) peuvent quant à eux s'implanter en site interstitiel (Figure I-3b). Dans le cas d'un dépôt TiN, ces derniers atomes viennent s'implanter dans les sites octaédriques du réseau cubique à face centrée [29] causant une perturbation de l'implantation d'atomes.

Phase III : Cette structure primaire (phase II) très dense ralentit la croissance latérale du film mais favorise la croissance normale. La réorganisation des atomes pour occuper au mieux l'espace disponible conduit à la formation de contraintes en compression dans le film parallèlement au substrat (Figure I-3c)

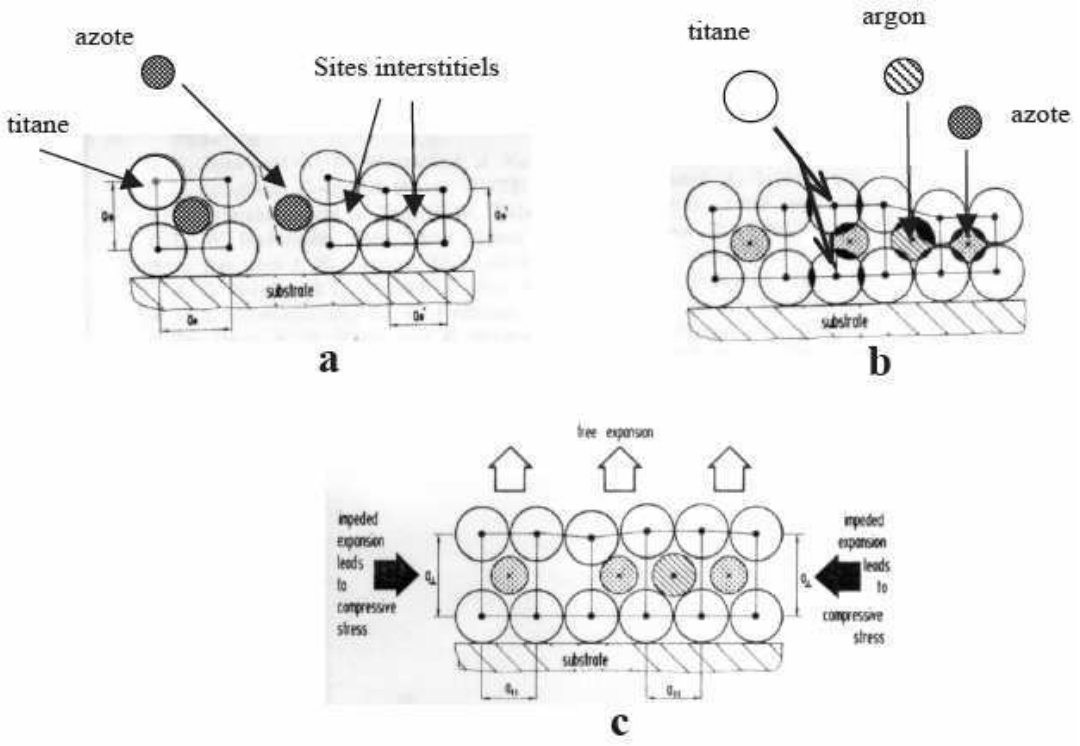


Figure I-3 : Origine des contraintes intrinsèques de compression selon Knotek et al [28]

Ce modèle, développé pour des films de TiN, est tout à fait transposable au cas du CrN pour lequel la formation de contraintes de compression est également observée. Compte tenu de ce modèle de croissance, un état de contraintes majoritairement biaxial est attendu. De plus, en fonction de l'épaisseur des films réalisés, le niveau de contraintes diffère et un gradient de contraintes au sein des films peut être observé [30].

I.4. Mécanismes d'endommagements des dépôts minces durs

I.4.1. Endommagement des dépôts minces sous contraintes traction

Plusieurs modes d'endommagement d'un revêtement peuvent se produire sous contraintes de traction, les plus courants sont représentés schématiquement dans la Figure I-4.
L'emplacement et l'étendue de la fissuration dépendent des propriétés du couple film/substrat et de l'interface. En effet, la plupart des cas de contraintes de traction dans les films fragiles conduisent à des fissurations à travers le film (Figure I-4a) qui se produisent avec une certaine périodicité à la surface. La propagation de fissures dans le substrat (Figure I-4b) a également été observée [31], ce qui tend à se produire pour des films avec une excellente adhérence sur

des substrats fragiles. En l'absence de réaction du substrat (fissuration, déformation…), la relaxation des contraintes peut entraîner la fissuration répétée tout au long (ou parallèlement) de l'interface film/substrat en induisant un délaminage (Figure I-4c).

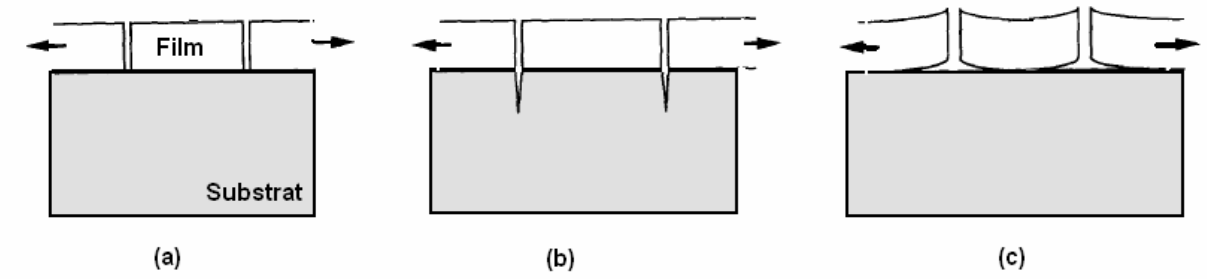


Figure I-4 : Mécanismes d'endommagement possibles d'un revêtement mince sous contraintes de traction [32]

En utilisant une approche de la mécanique de la rupture, dans des conditions purement élastiques, une fissure de traction à travers l'épaisseur se propage lorsque la contrainte dans le plan dépasse une valeur critique donnée par la relation suivante [32]:

$$\sigma_t = \frac{K_{IC}^c}{f\sqrt{(\pi a)}} \qquad \text{(I-5)}$$

Avec K_{IC}^c est le facteur d'intensité de la contrainte critique en mode I, f est le facteur de forme, a est la longueur de défaut, f dépend de la forme, la taille et de la position du défaut d'adhérence. Sa détermination est compliquée, car des mesures précises sont difficiles et les interactions avec d'éventuels défauts voisins doivent être considérées.

I.4.2. Endommagement des dépôts minces sous contraintes de compression

Les mécanismes d'endommagement des dépôts sous contraintes de compression dépendent également fortement des propriétés du substrat et de l'interface, et peuvent être résumés dans le Tableau I-1. La forme la plus évidente de l'endommagement des revêtements sous compression est le flambage qui résulte de décohésion interfaciale pour des films à faible adhérence.

Tableau I-1 : Mécanisme d'endommagement des dépôts minces sous compression [32]

Film	Substrat	Adhérence d'interface	Mécanisme de décohésion
Fragile	Ductile	Bonne	Propagation de la cloque dans le film
		Mauvaise	Propagation de la cloque à l'interface
Fragile	Dur	Bonne	Ecaillage de substrat
		Mauvaise	Propagation de la cloque à l'interface

D'autres auteurs [33-36] ont constaté que le flambement est le mode d'endommagement le plus courant pour des films minces sous contrainte de compression.

Si les films peuvent s'endommager instantanément sous l'effet de contraintes statiques, des dégradations peuvent également être provoquées par l'application de sollicitations mécaniques cycliques.

M.Y. He et Evans [37] ont montré que, lorsque le film a une bonne adhérence au substrat, l'endommagement peut se produire par la fatigue thermomécanique, causée alors par la plasticité induite dans le substrat près de l'interface. La Figure I-5 montre les différentes étapes pour provoquer flambement d'un dépôt dur par fatigue thermomécanique. On observe alors tout d'abord le décollement du film à l'interface (Figure I-5I), puis le cloquage se produit au-dessus de la zone décollée (Figure I-5II). Le taux d'énergie restituée conséquent dans le périmètre de la cloque, cause sa propagation. La fissure à l'interface se propage alors à la surface (Figure I-5IV), ce qui entraîne la rupture et l'écaillage de film.

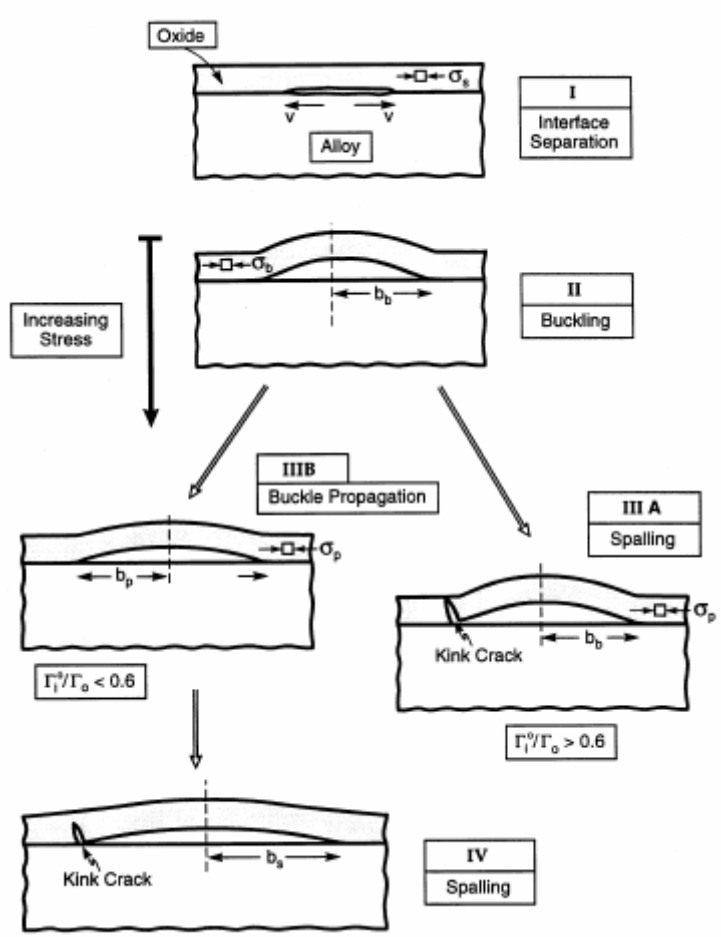


Figure I-5 : Les différentes étapes qui conduisent au cloquage d'un film mince sous contraintes de compression [37]

Différentes conditions de sollicitation statique ou cyclique peuvent provoquer l'apparition de cloques. Ce dernier point fera l'objet d'une attention particulière au cours de ce travail. Les paragraphes suivants détaillent donc les différents mécanismes de formation et d'évolution de ces défauts.

I.5. Phénomène de cloquage dans les films minces

Comme nous l'avons évoqué précédemment les dépôts minces déposés par PVD peuvent être le siège de très fortes contraintes internes, pouvant parfois atteindre plusieurs GPa en compression. De tels niveaux de contraintes peuvent alors être à l'origine de décollements spontanés, de formes et dimensions très variées, observés parfois dès la sortie de la chambre de dépôt. Le phénomène de cloquage des films minces a fait depuis longtemps l'objet de

nombreuses études détaillées [33,38], essentiellement par microscopie optique, microscopie à force atomique et microscopie électronique à balayage.

I.5.1. Mécanique des cloques

Le phénomène de cloquage des couches minces est largement présenté dans des études précédentes [33-34,39-40]. Ainsi, différents modèles mécaniques principalement basés sur la relaxation de l'énergie élastique emmagasinée dans le film et facilitée par la propagation d'une fissure à l'interface film/substrat, ont été proposés pour appréhender ce phénomène de cloquage. La formation d'une cloque par flambement du dépôt est illustrée sur la Figure I-6

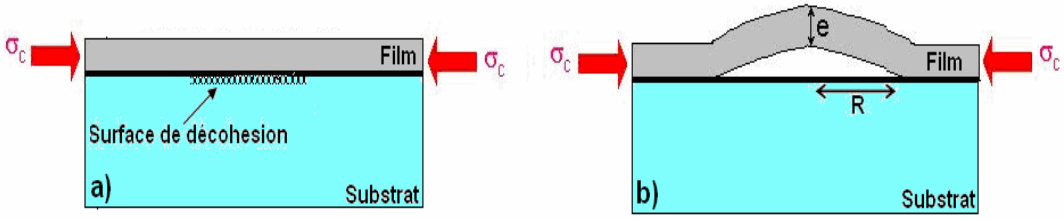


Figure I-6 : Représentation schématique du cloquage du film mince (passage de l'état (a) à l'état (b)).

L'équation (I-6) permet de déterminer la valeur critique de la contrainte de flambement dans le cas le plus simple pour lequel le substrat ne subit aucune déformation [32].

$$\sigma_c = \frac{1{,}22 * E_d}{1-\nu_d^2}\left(\frac{e}{R}\right)^2 \qquad \text{(I-6)}$$

Où e est l'épaisseur de dépôt, E_d et ν_d respectivement le module de Young et le coefficient de poisson de film et R le rayon de la zone présentant un défaut d'adhérence. Lorsque les conditions mécaniques et physiques sont réunies amenant à la valeur critique, le flambement du dépôt peut donc être observé sous la forme visible d'une cloque. Cependant, la création de cette cloque modifie les conditions mécaniques au sein du film et la question de la stabilité de la cloque se pose alors. En effet, après qu'une cloque ait été amorcée, des contraintes de traction localisées à l'interface se développent à la périphérie de la zone de décohésion. La rupture de l'interface est donc possible, lorsque les contraintes en compression dans le dépôt atteignent une valeur critique σ_r donnée par l'équation (I-7) amenant une extension de la zone de décohésion.

$$\sigma_r = E_d\left(\frac{1.052e^4}{R^4} + \frac{1.041\Gamma_f}{E_d e}\right)^{1/2} \qquad \text{(I-7)}$$

Ou Γ_f est l'énergie de rupture par unité de surface ($J.m^{-2}$) de l'interface dépôt – substrat. Le premier terme dans l'expression (I-7) correspond à l'énergie requise pour annoncer le cloquage σ_c et le deuxième terme correspond à la condition de sa propagation.

Ainsi pour un dépôt de nature donnée (E_d connu) élaboré dans des conditions de référence (R, Γ_f, supposés fixes), une plus forte épaisseur de film amènera une contrainte critique de cloquage plus élevée mais augmentera le risque de propagation.

I.5.2. La forme des cloques

Sous l'action d'une contrainte anisotrope, une cloque peut se former et se propager, soit de façon circulaire (Figure I-7a) soit de façon rectiligne donnant alors naissance à une ride à la surface du film (Figure I-7b), soit sous forme de cordons de téléphone (Figure I-7c). Cette dernière structure est généralement attribuée à une variation du champ de contraintes et/ou une instabilité de vitesse lors de la propagation.

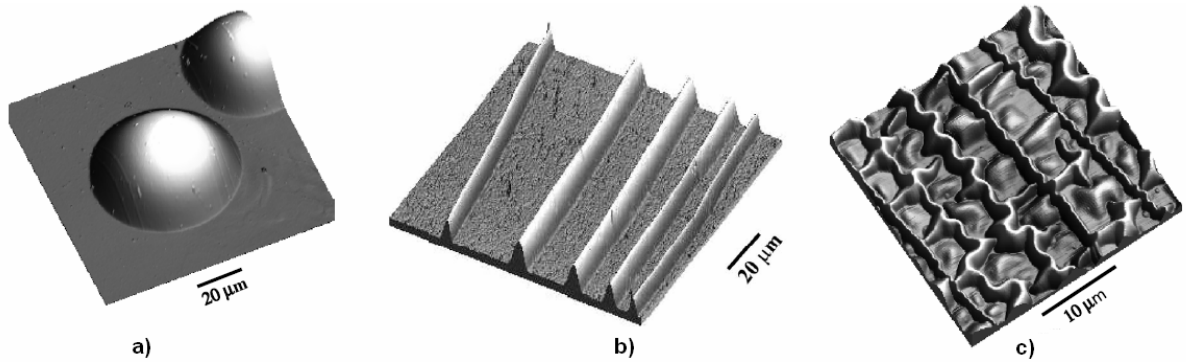


Figure I-7 : Forme de cloquage observé sur des dépôts PVD : circulaire [34], rectiligne [41], cordon téléphonique [34]

La Figure I-8 présente une cartographie des différentes morphologies de cloques possibles pour un film élastique soumis à des contraintes de compression longitudinale σ_0^l et transverse σ_0^t. La position relative des régions dans ce diagramme est qualitativement en accord avec le type de compressions qu'il faut appliquer pour obtenir expérimentalement les motifs en serpent, en rond, ou rectilignes. En effet, dans les régions du diagramme (β, δ), la configuration d'équilibre du film amènera la formation de cloques quasi circulaires. Dans la

région γ, le flambement rectiligne libère efficacement les contraintes transverses, car il permet au film de retrouver sa longueur naturelle dans la direction transverse.

Par suite, dans la région ε, il subsiste d'importantes contraintes longitudinales dans la cloque droite. Si elles sont assez importantes, ces contraintes peuvent entraîner un flambement secondaire de la cloque rectiligne. On pourrait ainsi obtenir des configurations en serpent.

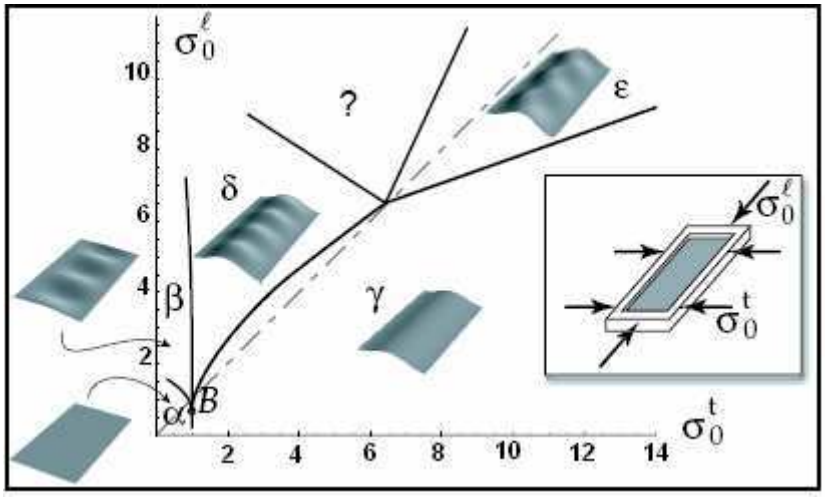


Figure I-8 : diagramme de morphologie théorique d'une plaque élastique rectangulaire [42] soumise à différentes compressions.

I.5.3. Influence de la déformation du substrat

Zhao et al [43] ont montré que la déformation élastique du substrat favorise le cloquage des films minces par la diminution de la contrainte critique à atteindre. Plus particulièrement la différence de propriétés élastiques entre le film et le substrat, caractérisée par le coefficient de Dundur α (Equation I-8), joue un rôle déterminant dans la chute de la valeur de la contrainte critique, tels que :

$$\alpha = \frac{\overline{E}_F - \overline{E}_s}{\overline{E}_F + \overline{E}_s} \qquad \text{(I-8)}$$

Et $\overline{E}_i = \dfrac{E_i}{1-\nu_i^2}$ module de Young réduit.

En effet la (Figure I-9) montre l'évolution de la contrainte critique de cloquage normalisée en fonction de la taille de défaut normalisée. Il apparaît clairement que, lorsque le substrat est significativement plus mou que le film ($\overline{E}_s < \overline{E}_f$), alors α est voisin de 1 et la contrainte

critique est abaissée de plusieurs dizaines de pourcent. En revanche, lorsque le substrat a un module de Young réduit supérieur à celui du film ($\overline{E}_s > \overline{E}_f$), la contrainte critique est alors augmentée, rendant le cloquage du film d'autant plus difficile.

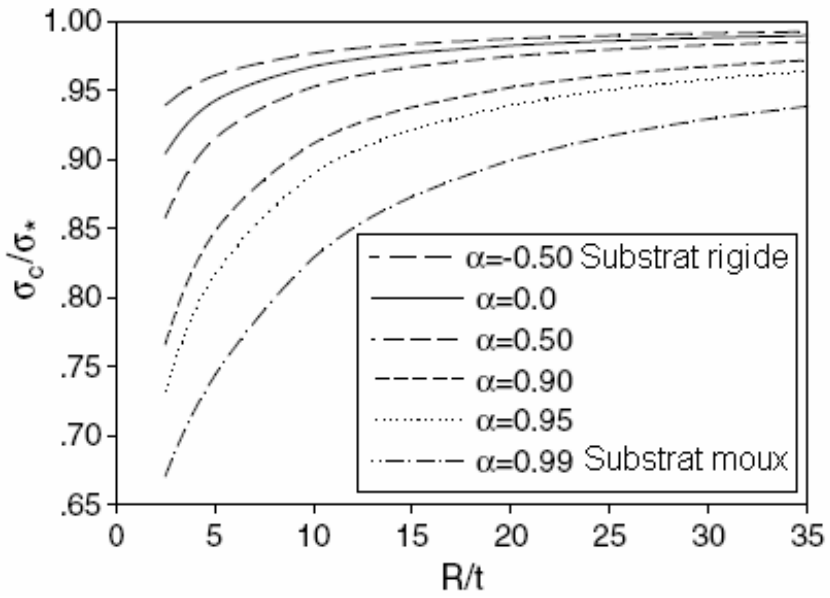


Figure I-9 : Evolution de la contrainte critique normalisée en fonction du rayon normalisé de la cloque [43]

Avec : σ^* est la contrainte critique sans déformation.

t est l'épaisseur du film.

R est le rayon de la cloque.

I.5.4. Influence des imperfections et des défauts

A la fin des années 90, l'équipe de Wang et al [44] a travaillé sur l'adhérence des oxydes à croissance thermique (TGO). Après un certain nombre de cycles température / temps, le film se sépare du substrat et permet la ségrégation des espèces comme les sulfures à l'interface. Ces imperfections conduisent à la réduction de la résistance à la rupture du film. Ce phénomène conduit à la séparation du film vis-à-vis du substrat sous l'effet des contraintes résiduelles de traction normales à l'interface (Figure I-10). Ces contraintes se développent

préférentiellement sur des interfaces de formes de rides, des oxydes hétérogènes et aux joints de grains.

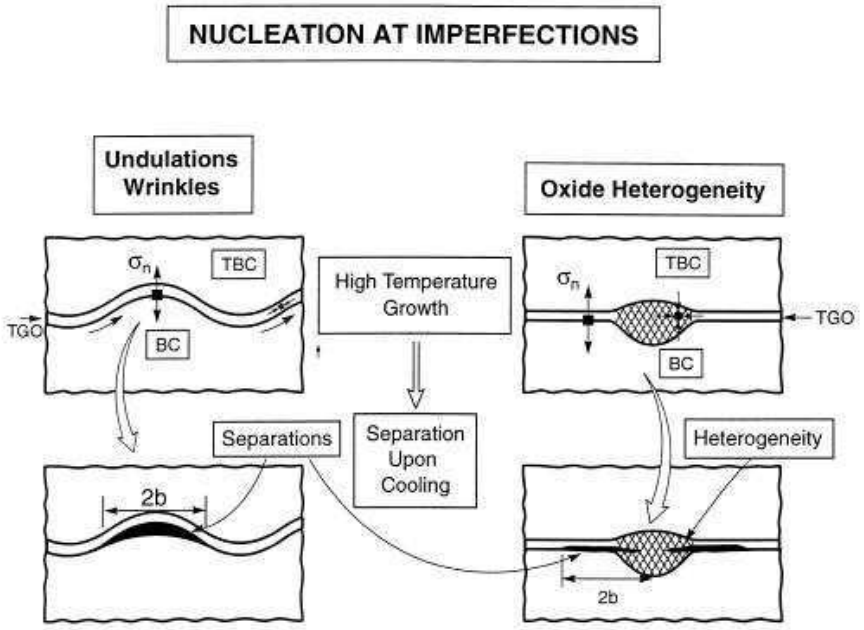


Figure I-10 : Schéma des deux morphologies d'imperfection qui conduisent à la séparation de l'interface TGO [44].

L'ouverture de la cloque et le cloquage peuvent alors être caractérisés par trois indices sans dimensions [45], [46].

- **Indice de cloquage** :

$$\Pi = (1-\nu^2)(\sigma/E)(R/e)^2 \qquad \text{(I-9)}$$

Ou : E est le module du Young, σ est la contrainte de compression, ν est le coefficient de poisson, e est l'épaisseur de film, R est le rayon de la cloque.

Il y a cloquage du film, lorsque l'indice de cloquage est égal à la valeur critique : $\Pi_c = 1{,}22$

- **Indice d'adhésion :**

Il est donné par la formule : $\Sigma = \sigma\sqrt{e(1-\nu)/E\Gamma_i^0}$ (I-10)

L'ouverture et la propagation de la cloque se produit lorsque $\Sigma \geq 1{,}85$, mais au dessous de cette valeur la cloque reste stable.

- **Indice de mixité de mode :**

Définit par λ, il dépend de la rugosité et du frottement qui se produit à l'interface. Cet indice détermine la transition entre le cloquage et l'ouverture de la cloque. C'est cette caractéristique

qui permet la stabilité de la cloque et il est relié à la ténacité de l'interface Γ_i par la relation suivante : $\Gamma_i = \Gamma_i^0\left[1+\tan^2(1-\boldsymbol{\lambda})\boldsymbol{\psi}\right]$ (I-11)

Avec Ψ est l'angle mixte, donnée par la formule :

$\boldsymbol{\psi} = \tan^{-1}(\boldsymbol{K_{II}}, \boldsymbol{K_I})$ tel que : K_I et K_{II} sont les facteurs d'intensité des contraintes à l'interface selon les modes I et II respectivement.

Partant de ces trois indices on peut tracer une cartographie de cloquage (Figure I-11) qui permet alors de prédire l'apparition et la stabilité des cloques en fonction des propriétés mécaniques des films et de la qualité de l'interface.

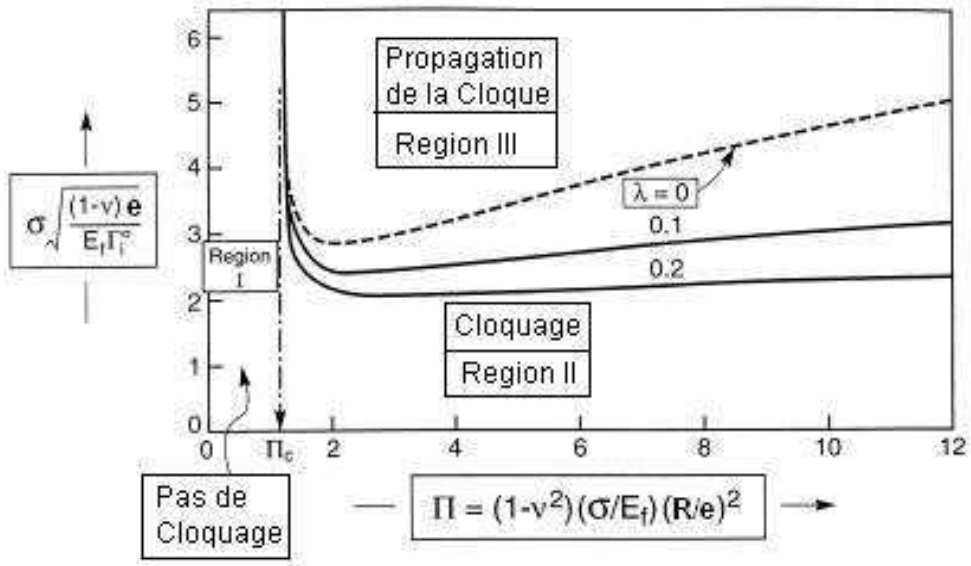


Figure I-11: cartographie de cloquage mettant l'accent sur le domaine de propagation de la cloque [44].

I.6. Mécanique du contact et de l'impact

I.6.1. Contact sphère plan (statique)

I.6.1.1. Contact élastique

Heinrich Hertz fut le premier à traiter le problème de contact entre solides élastiques à surface lisse et sous chargement normal en 1881. Il calcula et vérifia par des mesures expérimentales

la distribution de la pression sur la surface de contact, ainsi que la distribution des contraintes dans le corps à l'aide des fonctions du potentiel newtonien.

Aujourd'hui, le problème de contact est répertorié comme hertzien s'il satisfait les conditions suivantes :

- Les matériaux sont homogènes, isotropes, obéissent à la loi de Hooke, et subissent de faibles déformations et rotations (domaine élastique linéaire)
- Le contact entre les surfaces est sans frottement
- Les dimensions de la région de contact déformée restent petites comparées au rayon principal des surfaces non déformées.
- Les surfaces en contact sont continues et peuvent être représentées par des polynômes du second degré, avant déformation.

La théorie de Hertz permet d'établir différentes relations liant l'effort normal, aux propriétés élastiques et à la géométrie de contact.

La Figure I-12 représente un contact de Hertz sphère / plan :

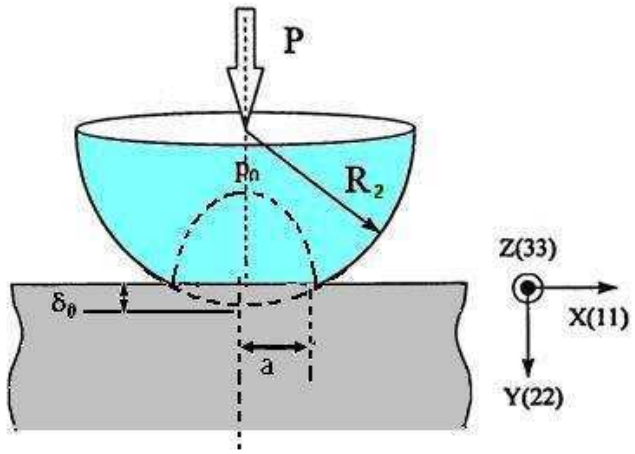


Figure I-12 : Contact Hertzien sphère plan

Les calculs de Hertz donnent le rayon de contact (**a),** l'enfoncement (δ), la pression maximale (p_0) d'un contact sphère-sphère ou sphère-plan sous effort normal (F), [47] :

Le rayon de contact :

$$a = \left(\frac{3\ F\ R^*}{4\ E^*} \right)^{1/3} \tag{I-12}$$

Le rayon équivalent : $\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}$. Pour le contact sphère plan on a $R_1 = \infty$ et donc $R^* = R_2$. Le module équivalent est: $\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}$, E_1, E_2 : modules de Young du plan et de la sphère. ν_1, ν_2 : Coefficients de Poisson du plan et de la sphère.

L'enfoncement des surfaces est égal à :

$$\delta_0 = \frac{a^2}{R^*} = \left(\frac{9F^2}{16R^*E^{*2}} \right)^{1/3} \tag{I-13}$$

Le maximum de la pression appliquée au centre de la surface p_0 est égal à :

$$p_0 = \frac{3}{2} p_m = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left(\frac{6FE^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \tag{I-14}$$

$$\text{et} \quad F = \frac{\pi^3 R^{*2}}{6E^{*2}} p_0^3 \tag{I-15}$$

Où P_m est la pression moyenne.

I.6.1.2. Contact élastoplastique

Dans un contact sphère plan sous effort normal, l'écoulement d'un matériau indenté se produit en trois étapes (Figure I-13) caractérisées par le rapport entre la pression de contact moyenne (P_m) et la limite d'élasticité (σ_y) en traction simple.

Un rapport $C = P_m/\sigma_y$ est défini, ce qui conduit aux considérations suivantes :

- $C \leq 1{,}1$: la contrainte produite est insuffisante pour créer l'écoulement plastique, la déformation après déchargement est parfaitement réversible c'est-à-dire qu'il n'y a qu'une déformation élastique.
- $1{,}1 < C \leq 2{,}8$: l'écoulement commence dans une zone localisée au-dessous du centre de la surface de contact. Si la charge appliquée augmente, cette zone s'agrandit en produisant une déformation élastoplastique jusqu'à ce que C approche 2,8. Quand on atteint C = 2,8 l'écoulement commence à engendrer des déformations irréversibles au bord du contact. L'effet de l'apparition de ces déformations conduit à des quantités mesurables telles que P_m et la géométrie de l'empreinte résiduelle même si celle-ci reste très faible.

- C > 2,8 : un écoulement parfaitement plastique se développe qui permet d'augmenter le rayon de contact. Après décharge, une déformation plastique (la déformation élastique est très faible par rapport à celle plastique) significative demeure.

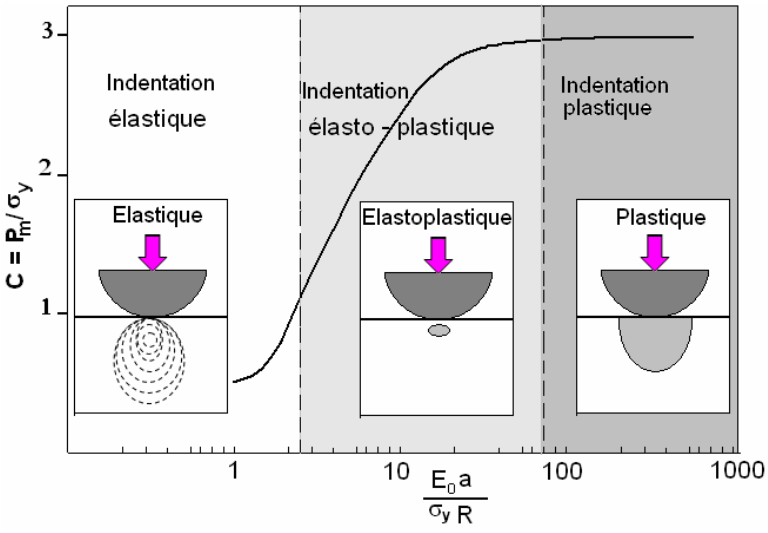


Figure I-13 : Définition des domaines élastique, élastoplastique et plastique pendant l'indentation [48]

I.6.2. Impact sphère plan (dynamique)

I.6.2.1. Impact élastique

La théorie de l'impact élastique est basée sur la théorie du contact élastique de Hertz [47]. Cette théorie est valide si certains critères sont satisfaits. Ainsi, l'hypothèse de Hertz reste valable si le temps d'impact est plus grand que le temps de propagation de l'onde élastique dans la région du contact.

Hunter [49] a montré que le temps t d'impact doit être supérieur à:

$$t \geq 2\frac{a}{c} \qquad \text{(I-16)}$$

Avec

- a : est le rayon de contact
- c : est la vitesse de propagation d'une onde élastique longitudinale dans le projectile.

Dans le cas de l'impact d'une sphère non élastique dans un demi-espace élastique, Hertz, développe les relations suivantes :

La profondeur maximum d'indentation dans la surface plane est :

$$\delta_{\max} = \left(\frac{5}{4}\right)^{4/5} \left(\frac{mV^2}{E^*\sqrt{R^*}}\right)^{2/5} \quad \text{(I-17)}$$

Où m désigne la masse du système allant percuter l'échantillon (kg)

V est la vitesse d'impact (m/s)

E* le module équivalent (GPa)

Et R* le rayon de la sphère (m)

La force de compression est

$$F_{\max} = \frac{4}{3}\left(\frac{15}{16}\right)^{3/5} \left[m^3 V^6 E^{*2} R^*\right]^{1/5} \quad \text{(I-18)}$$

Le temps de contact, sans frottement, dans le cas d'un impact élastique parfait, sera deux fois plus long que la phase de charge et peut être déterminé par l'équation :

$$t_c = 4{,}529\left(\frac{m^2}{\pi^2 E^{*2} R^* V}\right)^{1/5} \quad \text{(I-19)}$$

I.6.2.2. Impact plastique

Dans le cas d'une indentation sphérique statique, un écoulement plastique apparaît, pour une pression maximum de contact $P_{max} \geq 1{,}6\sigma_y$ correspondant à une pression moyenne de $P_{moy} \geq 1{,}1\sigma_y$ où σ_y est la limite d'élasticité [47]. Cette valeur est modifiée dans le cas de contact dynamique.

Ainsi, Johnson [47] a montré qu'une vitesse d'impact critique de plastification V_y peut être calculée par l'équation suivante :

$$V_y = \left(\frac{\sigma_y}{E^*}\right)^2 \sqrt{26\frac{\sigma_y}{\rho}} \quad \text{(I-20)}$$

Dans le cas des métaux, cette équation donne des vitesses critiques très faibles d'où l'apparition de la déformation plastique lors d'un impact.

En négligeant l'effet de la propagation d'onde et du frottement à l'interface, l'énergie cinétique transmise par l'indenteur sera convertie au niveau de la cible en déformation élastique et plastique tant que $V_i > 0$.

$$E_i = \frac{1}{2} m V_i^2 = \int_0^{\delta_{max}} F \, \partial\delta \tag{I-21}$$

δ_{max} est la profondeur maximale d'indentation.

Dans la phase de retour ($V_i < 0$), une énergie cinétique de rebond de la bille est à prendre en compte lors du retour élastique. Dans le cas d'un contact métal ductile / sphère rigide, Dias [50] a montré que le rayon de courbure de l'empreinte d'indentation est supérieur au diamètre de la bille. Ce fait est attribué à l'énergie élastique emmagasinée au voisinage de l'empreinte d'indentation.

Dias et al [50] ont développé des équations d'impact en déformation plastique permettant de calculer la profondeur maximale et le temps correspondant sans effet de restitution élastique en faisant les hypothèses suivantes :

- la force entre la bille et la cible est décrite en terme de pression constante.
- $\delta << R$ avec $\delta = \frac{a^2}{2R}$,

La profondeur maximale d'indentation :

$$\delta_{max} = V_i \sqrt{\frac{m}{2\pi R P_m}} \tag{I-22}$$

Cette profondeur maximale est atteinte au moment :

$$t_c = \frac{\pi}{2} \sqrt{\frac{m}{2\pi R P_m}} \tag{I-23}$$

I.6.3. Influence des dépôts sur les propriétés mécaniques [48]

Si toutes les équations présentées précédemment ont été établies dans le cas de contacts dynamiques bille/ matériau massif, il faut maintenant s'intéresser au cas de substrats revêtus qui font l'objet de ce travail. En particulier l'influence de la présence d'un film mince sur les conditions mécaniques de contact doit être examinée. En effet, selon sa nature et son épaisseur, une couche superficielle pourra ou non jouer le rôle de transmetteur de charge. Considérons une couche d'épaisseur e, de dureté H_f déposée sur un substrat de dureté H_s. A partir de formules empiriques dérivées de simulations numériques, lors d'une indentation sphérique (à l'aide d'une sphère de rayon R), la dureté H mesurée peut être exprimée par la relation [48] :

$$H = H_s + (H_f - H_s) b \tag{I-24}$$

b : coefficient d'influence qui varie en fonction de l'épaisseur, de l'enfoncement et de rayon de la sphère selon les modèles proposés par les divers auteurs

Ainsi on peut proposer une classification des dépôts en termes de :

- **Dépôt mince** : il ne fait que transmettre la charge (ceci est vrai si son épaisseur e ≤ 0,1 a (avec a demi largeur de contact).
- **Dépôt épais** : il absorbe la charge pour l'essentiel (ceci est vrai si son épaisseur e ≥ a).
- **Dépôt intermédiaire** : il n'absorbe qu'une partie de la charge (ceci correspond à un cas médian).

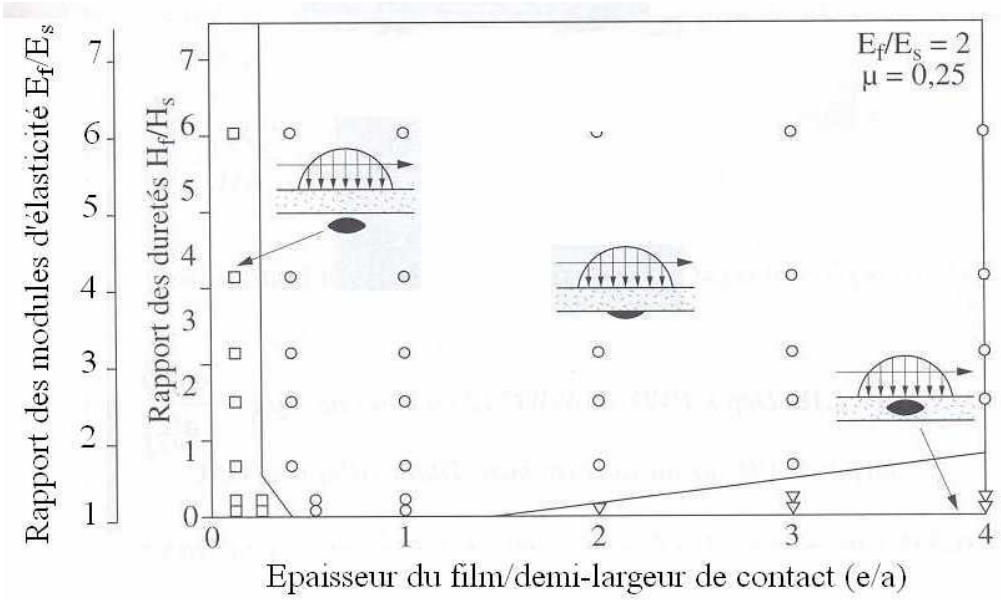


Figure I-14 : Position des débuts de plastification dans une couche ou dans le substrat selon les critères de contrôle d'après [48]

Dans les cas de nos films élaborés par PVD, ce sont donc des films minces qui transmettent la charge. D'un point de vue du champ de contraintes, peu de perturbations à l'échelle macroscopique sont donc à attendre. En revanche, il faudra examiner de plus près les perturbations locales au niveau de l'interface qui pourront survenir.

I.7. Essais d'impacts répétés sur des dépôts durs type PVD

Dès le début des années 90, des essais de chocs répétés ont été réalisés en vue d'optimiser la conception d'outils de coupe. En effet Knotek et al [51-52] ont mis au point un montage qui consiste à venir percuter cycliquement un échantillon avec une bille en carbure métallique ∅ 6 mm. D'autres dispositifs ont été ensuite utilisés par Bouzakis [53-55] et Batista [56].

Le comportement sous impacts répétés de divers dépôts tels que le TiAlN, TiAlCN, CrN, et MoN, a alors été étudié et les résultats des essais sont synthétisés sous forme de courbes de Wöhler, en exprimant le nombre de cycles à l'endommagement du dépôt en fonction de la force d'impact. Le critère d'endommagement retenu est l'écaillage du dépôt et l'apparition du substrat. Ces essais présentent des durées de vie de 10^3 à 10^6 impacts dans la gamme de force choisie – de 400 à 1200 N – avec une bille en carbure de tungstène [53-55].

La classification des dépôts minces sous des sollicitations de chocs répétés a également été complétée par une observation des différents types d'endommagement dans les empreintes au microscope optique et au microscope électronique à balayage [51-52] Trois zones d'endommagement sont alors identifiées et sont présentées sur ce schéma (Figure I-15), la zone de contact est délimitée par un trait discontinu.

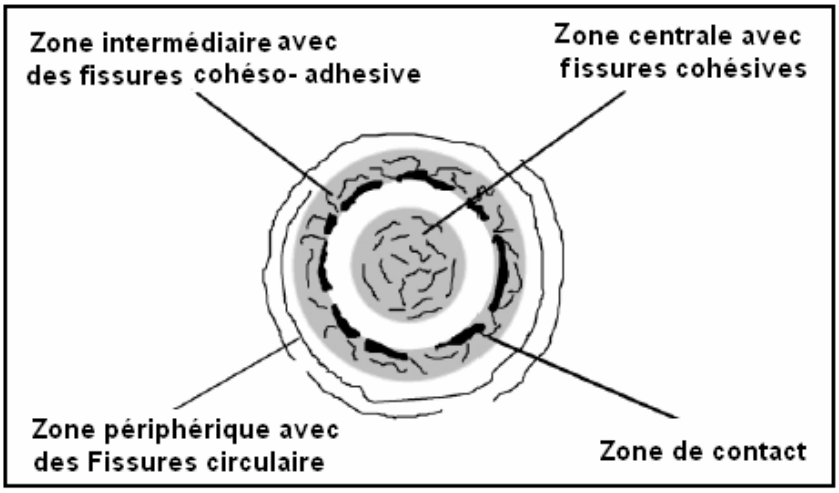


Figure I-15: Principaux endommagements observés lors d'essais de chocs répétés [56]

Les trois types d'endommagement observés lors des essais de chocs répétés sont :

- Des fissures cohésives circulaires sur le bord externe de l'empreinte. Ces fissures de type Hertziennes se développent en surface dans la zone de traction maximale.
- Un faïençage cohésif en fond d'empreinte.
- Des fissures cohésives circulaires sur le bord interne de l'empreinte qui peuvent dégénérer en fissures adhéso-cohésives – écaillage du dépôt.

La déformation plastique de l'empreinte n'est observée qu'au cours des premiers impacts. Au cours des impacts suivants, la conformation des surfaces, ainsi que l'écrouissage du substrat permettent d'aborder les impacts par une approche parfaitement élastique avec une contrainte minimale non nulle [57].

Cependant, il est à noter qu'aucune publication précédente des différentes équipes de recherche impliquées dans les essais d'impacts répétés sur les films minces [48-49] ne signale la présence de cloques au sein de leurs dépôts après essais.

I.8. Simulation de l'impact par calcul numérique

Les travaux de Bouzakis et al [44-45,47-49] ont permis d'établir un lien entre les essais de chocs sévères et des problèmes concrets de fatigue rencontrés sur des outils de coupe ou des pièces de turbines à gaz.

Une analyse numérique par la méthode des éléments finis est alors utilisée pour calculer les déformations engendrées dans le dépôt pendant et après l'impact en considérant la déformation plastique et le retour élastique du substrat. Ces calculs révèlent que l'empreinte tend rapidement vers une géométrie d'équilibre, de manière à ce que les impacts deviennent rapidement parfaitement élastiques. La déformation plastique du substrat sollicite le dépôt en traction et l'endurance du revêtement est alors interprétée par le biais des diagrammes de Goodmann-Smith en connaissant l'amplitude de la variation des contraintes équivalentes ainsi que la contrainte équivalente moyenne.

Cette interprétation des résultats d'impacts élasto-plastiques permet d'estimer l'endurance d'un dépôt dans les conditions de sollicitations réelles. La variation des contraintes dans le dépôt sur l'outil est également déterminée par une analyse numérique de la pièce.

Belwasaki et al [60] ont également utilisé la méthode des éléments finis pour investiguer les contraintes de traction sur la surface des revêtements mono et multicouches sous un impact. Il a ainsi étudié différentes combinaisons et configurations de couche pour réduire les contraintes de traction à la surface. Une architecture optimisée de revêtement a été proposée, elle consiste en une première couche épaisse ayant un module de Young élevé recouverte en extrême surface par une fine couche à faible module de Young.

Dans le cas des revêtements monocouches, le niveau des contraintes de traction dépend fortement de l'épaisseur du revêtement. En règle générale, plus le dépôt est épais plus la contrainte est faible à la surface. En outre, une combinaison de l'épaisseur du revêtement très

élevée et un faible module d'Young semble être l'approche la plus efficace pour une diminution des contraintes.

Dans le cas de l'érosion, l'analyse détaillée du champ de contraintes créé lors d'un impact d'une particule sur un matériau avec un comportement élastique pour le revêtement par S. Hassani [61] a montré que des contraintes de traction dans le substrat sont créées lors du déchargement. En effet la Figure I-16a montre la création de contraintes de compression dans la phase de chargement, après 0,5 ns, qui évoluent ensuite lors du début de la phase de déchargement au bout de 4 ns (Figure I-16b). Lors de la fin de la phase de déchargement après 9 ns (Figure I-16c), une zone de contraintes de traction apparaît nettement à proximité de l'interface.

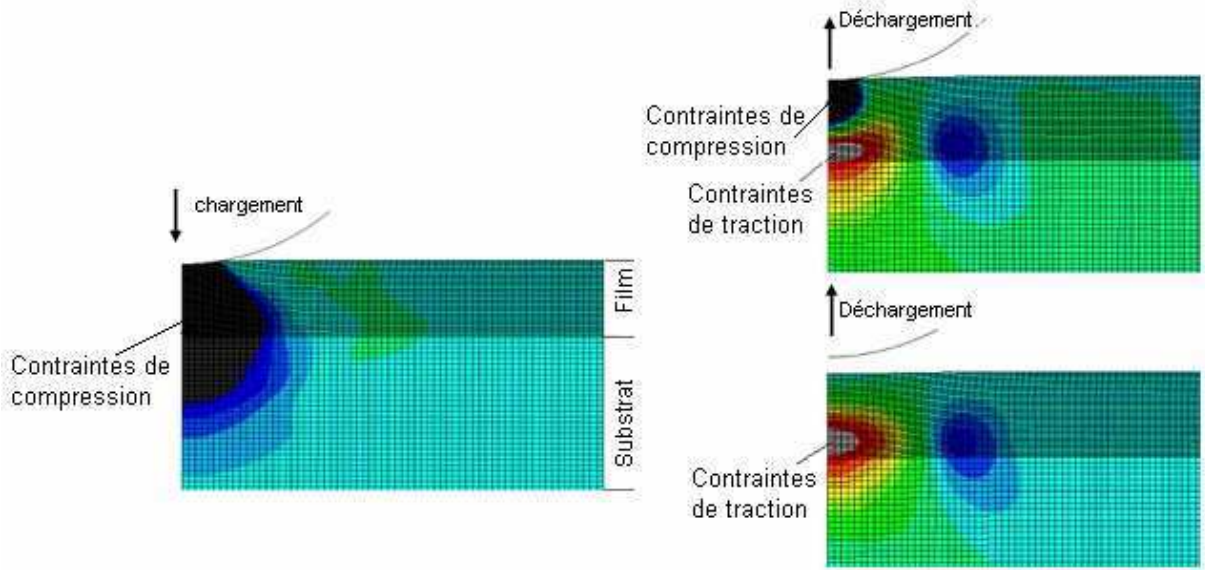


Figure I-16 : Evolution du champ de contraintes σ_{yy}, créé dans le dépôt / substrat lors d'un impact simple [61].

L'impact d'une particule sur un matériau provoque également la formation d'un cratère représentée par le déplacement des éléments. Ainsi, le volume déplacé W a été calculé à partir des dimensions du cratère (D et h sont respectivement le rayon et la profondeur du cratère) en utilisant la relation suivante [62].

$$W = \frac{1}{3}\pi D^2 h \qquad \text{(I-25)}$$

Hassani et al [62] a étudié l'influence de l'épaisseur e de dépôt sur le volume de la matière déplacé d'un dépôt TiN lors d'un impact normal d'une particule Al_2O_3 de 50 µm de diamètre

sur un dépôt avec une vitesse 84 m/s. La Figure I-17 montre clairement qu'au dessous d'une épaisseur critique (8 μm) le volume de matière déplacé W augmente considérablement avec la diminution de l'épaisseur. En revanche, au delà de cette épaisseur critique, le volume de la matière déplacé devient très infime.

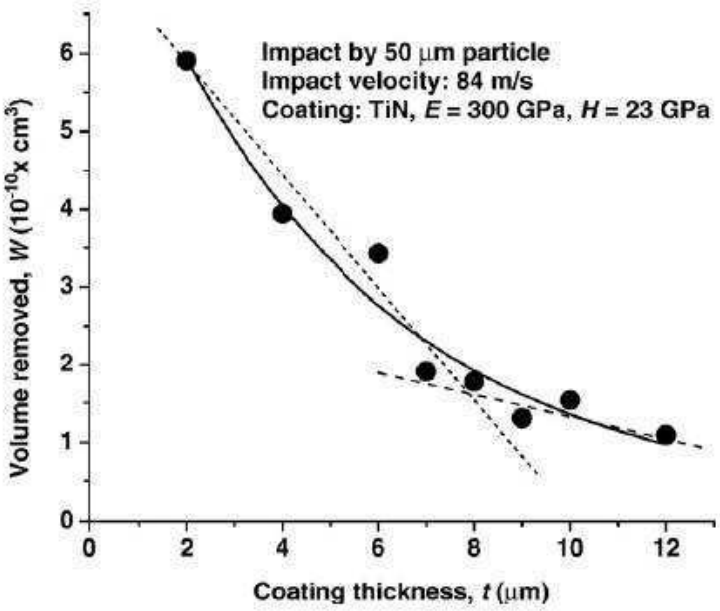


Figure I-17 : Effet de l'épaisseur sur le volume de matière déplacé lors d'un impact simple [62]

I.9. Conclusion

Dans ce premier chapitre nous avons commencé par une présentation générale du contexte et des objectifs de notre étude, ensuite nous avons exposé les principales propriétés structurales, morphologiques, mécaniques des films de CrN obtenus par PVD.

Le nombre conséquent de travaux publiés montre l'intérêt de la compréhension des mécanismes d'endommagement de dépôts minces avec ou sans sollicitation extérieure (thermique, mécanique…). Une attention particulière a été portée au phénomène de cloquage dans les dépôts PVD. Par la suite, la mécanique du contact et de l'impact a été abordée, seul le cas d'un contact sphère/ plan a été développé.

En ce qui concerne les travaux de modélisation par éléments finis de l'impact répété sur des dépôts minces, l'équipe de Bouzakis semble être celle qui a le plus travaillé dans ce domaine. Nous avons noté cependant que la majorité de leurs simulations font une analyse macroscopique de l'impact et le manque de détails expérimentaux rend l'exploitation de ces résultats difficiles.

Chapitre II. Techniques expérimentales

II.1. Introduction

Le second chapitre s'articule en trois parties. Dans la première partie, le dispositif expérimental d'élaboration des revêtements sera décrit. La seconde partie traite des divers dispositifs de caractérisation utilisés durant ce travail. Nous avons distingué trois types de caractérisations : les caractérisations structurales et morphologiques puis les caractérisations mécaniques permettant, entre autres, d'avoir accès au module de Young et la dureté des revêtements. Enfin, la troisième partie est dédiée à la caractérisation par essai d'impact. Une description détaillée de cette machine ainsi que son instrumentation et sa calibration, pour en faire un appareil scientifique, est proposée dans ce chapitre afin d'établir clairement ses possibilités et ses limites.

II.2. Procédés de dépôt PVD

Tous les dépôts physiques en phase vapeur résultent de la condensation sur un substrat d'une vapeur obtenue par évaporation ou par pulvérisation d'un matériau source. Parmi les différents modes de production de vapeur du matériau source (évaporation, pulvérisation par faisceau d'ions…), c'est la pulvérisation cathodique en milieu réactif qui a été choisie pour nos travaux. Celle-ci présente l'avantage de permettre le dépôt de nombreux métaux, alliages, composés réfractaires, conducteurs ou diélectriques [63]. La stœchiométrie peut être maîtrisée, et l'adhésion des dépôts est bonne. Ces différents avantages en font une technique largement utilisée dans l'industrie pour applications mécaniques ce qui explique le choix fait au début de ce travail.

II.2.1. Principe et mécanisme de la pulvérisation cathodique

L'ensemble de nos revêtements a été réalisé dans une machine industrielle du type Alcatel SCM 450. On dispose d'une enceinte à vide d'un volume de 90 litres environ reliée à un groupe de pompage qui assure un vide de 10^{-6} mbar.

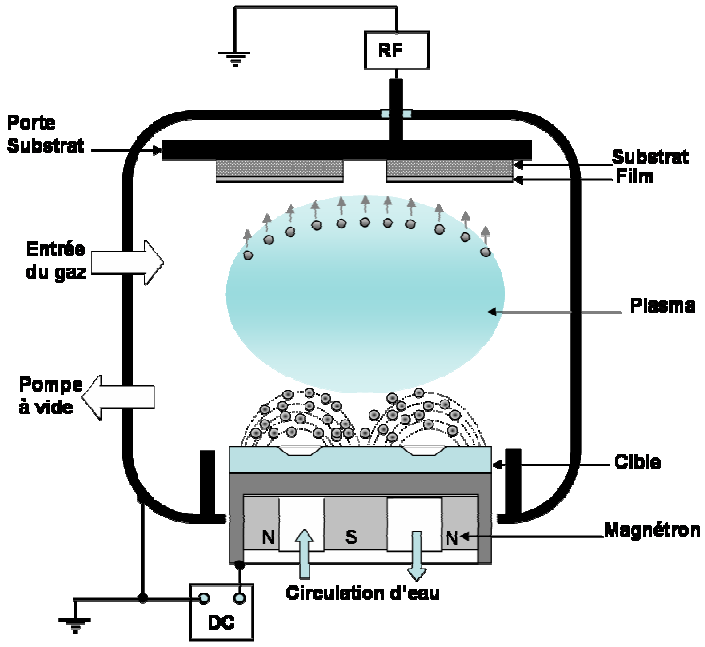


Figure II-1: Représentation schématique de l'enceinte de pulvérisation

Ce dernier comprend une pompe à palettes pour le vide primaire et une pompe turbo-moléculaire pour le vide secondaire. L'enceinte est équipée de deux sources (cibles) posées sur des dispositifs magnétrons. Le porte échantillon fixe est ajustable en hauteur autorisant ainsi le réglage de la distance entre la cible et le substrat. Le porte substrat est placé face à la cible et il est isolé électriquement du réacteur pour pourvoir le polariser. Un cache amovible est situé entre la cible et le porte échantillon pour permettre la pré-pulvérisation de la cible sans polluer la surface à revêtir.

Pour un meilleur contrôle du procédé, le dispositif est équipé d'une jauge de pression de type MKS Baratron et de débitmètres massiques MKS.

Les cibles sont alimentées par des générateurs de courant continu et pulsé « Advanced Energy Pinacle + ». Ils permettent les trois modes de régulation : en intensité I(A), en voltage V(V) et en puissance P(W). La puissance maximale délivrée est 5 kw. Un générateur RF est utilisé pour le décapage du substrat avant le dépôt et pour la polarisation pendant la croissance des revêtements.

II.2.2. Substrats utilisés

Les revêtements sont déposés sur plusieurs types de substrats, selon les objectifs particuliers de chaque série d'essais et des caractérisations menées. Afin d'être représentatifs des cas réels, des substrats en acier rapide ont été choisis.

- Les propriétés mécaniques et tribologiques (microdureté, adhésion, impact…etc.) ont été testées généralement sur acier M2 (disque de dimensions : 8*30 mm) ayant des duretés différentes, i.e. 230 Hv_{100g} à l'état brut de livraison et 790 Hv_{100g} obtenues par différents traitements thermiques de trempe et revenu qui seront détaillés dans le cinquième chapitre.
- L'étude de l'influence de la dureté a été réalisée sur des substrats de C45 avec différents traitements thermiques pour avoir différentes duretés allant de 180 Hv_{100g} à 790 Hv_{100g}.
- L'état de surface de l'acier est poli spéculaire par un polissage avec du papier SiC et une finition avec un feutre et de la pâte diamantée de 1 µm.
- L'épaisseur des films est mesurée sur des lames de verre.
- Les contraintes internes sont évaluées à partir de la mesure de la courbure d'un clinquant (système de la poutre encastrée) de silicium poli miroir (280 µm d'épaisseur, 40*4 mm) et des lames d'acier M2 (77 µm d'épaisseur, 40*4 mm) relaxé suite à un recuit.

Tous les substrats sont dégraissés par ultrasons dans l'acétone puis dans l'alcool pendant 10 minutes puis séchés avant d'être placés dans l'enceinte de dépôt où ils subiront un décapage ionique in-situ.

II.2.3. Protocole d'élaboration des revêtements

Avant toute expérience, on attend que le vide soit fait dans le réacteur. La pression résiduelle avant chaque dépôt est de 8.10^{-6} mbar minimum afin de limiter la contamination des revêtements par d'autres éléments. Notre protocole d'élaboration est identique à celui présenté dans la thèse de Z. Zhang [15]. Ce protocole peut être décrit en 2 étapes selon la tension de polarisation du substrat.

- **Etape 1**. Décapage « in situ » : Un décapage in situ est assuré par le bombardement des ions d'argon grâce à la polarisation (RF) négative des substrats de (-200V) pendant 5-15 minutes. L'avantage principal de cette étape est d'améliorer l'adhérence du revêtement sur les substrats et d'éliminer les contaminations de surface.
- **Etape 2**. Dépôt : La tension négative de polarisation cette fois-ci est réduite à -60 V pour diminuer l'énergie des ions arrivant au substrat. Mais elle est suffisante pour obtenir un revêtement dense et adhérent. Les paramètres de dépôt sont réglés (débits de gaz, intensité appliquée à la cible magnétron) et le temps de dépôt est ajusté pour obtenir l'épaisseur souhaitée.

II.3. Techniques d'analyse et de caractérisation des dépôts PVD

II.3.1. Mesure d'épaisseur

La mesure de l'épaisseur s'effectue à l'aide d'un profilomètre Altisurf 500. Dans le cas des films minces, la hauteur est obtenue par l'utilisation d'un capteur à force réduite pour ne pas dégrader le revêtement. Avant la mesure, l'appareil est étalonné avec un étalon à sillon. Pour valider les mesures obtenues, une vérification par Microscopie Electronique à Balayage des faciès de rupture de couches a été effectuée sur plusieurs échantillons. La Figure II-2 présente des valeurs d'épaisseur d'un revêtement CrN obtenues en mesurant la hauteur de marche par profilomètre. La mesure est ensuite confirmée par MEB sur la fracture transverse du revêtement.

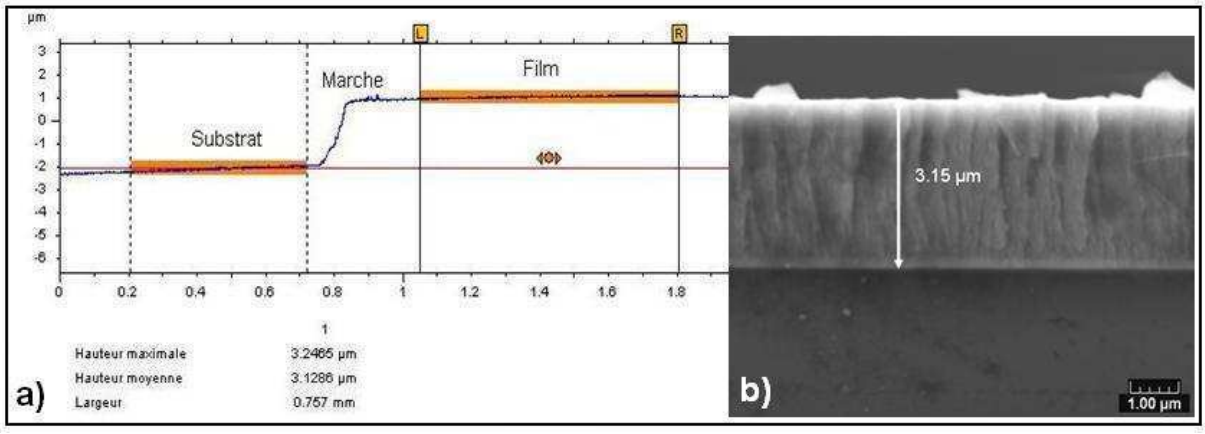


Figure II-2 : Mesure de l'épaisseur : a) par profilométrie (mesure de hauteur de marche), b) par MEB

II.3.2. Diffraction des Rayons-X (DRX)

II.3.2.1. Principe

La Diffraction des rayons X est une technique d'analyse qui permet de déterminer la structure des différentes phases d'un matériau massif, d'une poudre ou d'un film mince. Elle consiste à bombarder le matériau à analyser par des rayons X monochromatiques produits par une anti-cathode (de cuivre ou de cobalt) et à mesurer l'intensité des rayons X diffractés en fonction de leur orientation dans l'espace. Pour une orientation quelconque, les rayons X diffractés interfèrent entre eux de manière destructive : dans ces conditions, l'intensité du faisceau est pratiquement nulle. Lorsque les conditions de Bragg sont respectées, les rayons X diffractés

interfèrent de manière constructive. On observe un pic de diffraction proportionnel à l'intensité du faisceau réfléchi.

Le diffractomètre de rayons X utilisé pour caractériser nos échantillons est de marque Bruker D8 focus. Il est équipé d'une source de Cobalt (λ = 1,78897 Å) et peut être utilisé dans les deux modes de diffraction rasant et source tournante θ-2θ, le mode θ-2θ permettant d'évaluer la taille de grains diffractant dans les films minces analysés.

II.3.2.2. Influence du débit d'azote sur la phase de CrN_x

Les spectres de diffraction des revêtements CrN_x sont présentés dans la Figure II-3

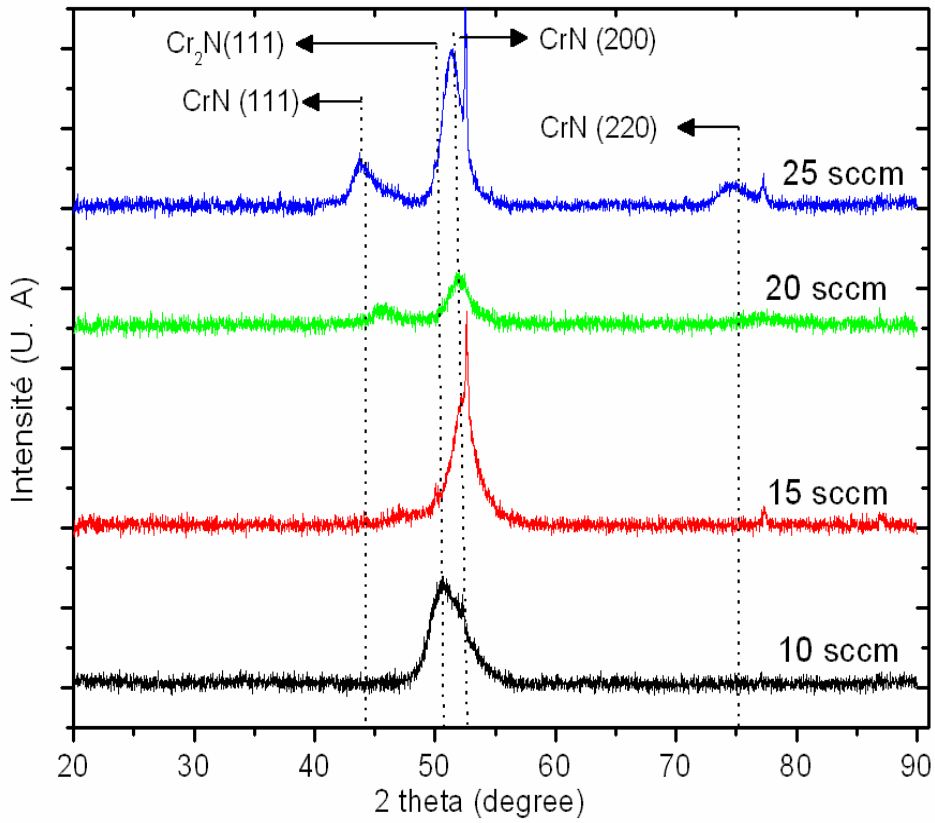


Figure II-3 : Analyse de la phase de CrNx par diffraction des rayons X en fonction du débit d'azote introduit (10, 15, 20 et 25 sccm).

Pour de faibles débits d'azote (10 sccm), on observe uniquement le pic de diffraction du plan (111) de la phase Cr_2N. Par ailleurs, à 15 sccm de débit d'azote un mélange des deux phases CrN et Cr_2N apparaît. L'augmentation du débit d'azote favorise la réaction entre les atomes de

chrome et d'azote pour former le nitrure de chrome CrN. Pour des débits d'azote de 25 sccm, il y a formation d'une phase unique de CrN pur selon une structure cubique à face centrée (CFC).

II.3.3. Spectrométrie de décharge luminescente (SDL)

La SDL est une technique destructive et qui ne s'applique (dans le cas de l'appareillage utilisé LECO GDS-750A) que sur des films et substrats conducteurs. Une autre limitation de l'appareillage utilisé est sa faible résolution en profondeur, ce qui limite l'épaisseur minimum des revêtements analysés à 0,5 µm. Par ailleurs, l'étude de concentration locale d'un composé dans la matrice analysée est impossible. Le matériau à analyser joue le rôle de cathode dans le tube à décharge. Ce tube à décharge est maintenu sous basse pression (de l'ordre du Torr) et dans une atmosphère d'argon. On va ensuite appliquer entre l'anode et la cathode une tension de plusieurs centaines de volts ce qui a pour conséquence de créer un plasma. Les atomes d'argon (Ar^+) ionisés vont bombarder la surface de l'échantillon et l'éroder en arrachant des atomes à la surface de l'échantillon. Ces atomes vont être excités par collisions avec les électrons ou les ions du plasma puis vont retourner à leur état fondamental en émettant un rayonnement caractéristique au type d'atome dont il provient.

Une calibration sur témoins de composition certifiée est nécessaire avant d'effectuer une mesure SDL. Les témoins ayant servi à la calibration lors de notre étude sont les suivants : **Cr, N, Fe, O, C**, **Zr,** Cu, Si, W, Nb, Ti, Al, Ni.

La Figure II-4 présente un exemple de profil SDL d'un échantillon CrN(Zr) déposé sur substrat en acier. Il met en évidence l'évolution de la composition en fonction du temps d'analyse. Il est possible de convertir le temps d'analyse en profondeur si l'on connaît l'épaisseur du revêtement

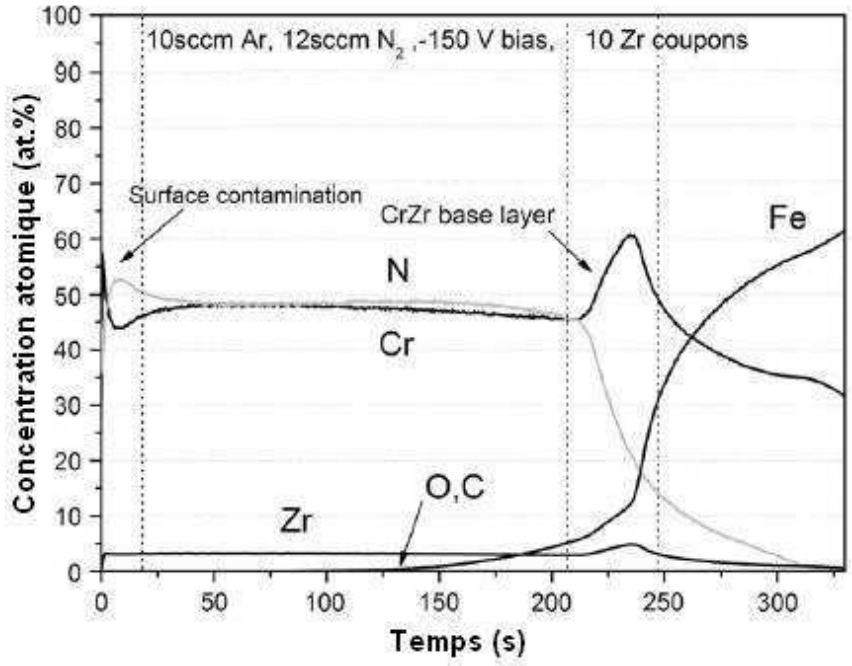


Figure II-4 : profil GDEOS CrN(Zr) [64]

II.3.4. Principaux paramètres de dépôts retenus

Après les analyses structurale et morphologique, les principaux paramètres retenus pour l'élaboration des dépôts sont résumés dans le Tableau II-1.

Tableau II-1 : Principaux paramètres d'élaboration des dépôts

Paramètres PVD	Valeurs
Débit d'argon	10 sccm
Débit d'azote	25 sccm
Polarisation RF du substrat	-50V
Distance cible-substrat	8 cm
Intensité du courant injecté sur la cible de chrome	1,5 A
Temps de dépôt	30 mn à 4 h
Décapage substrat	–200 V (10 min)
Décapage cible	1,5 A (5 min)

II.3.5. Mesure des contraintes internes

Les couches minces sont quasi systématiquement affectées par des contraintes en dehors de l'application de sollicitations externes. Ces contraintes sont appelées contraintes résiduelles ou internes. Elles sont essentiellement présentes dans le film et sont dues à :

- la différence de paramètre de maille entre la structure du substrat et la structure du revêtement
- la différence du coefficient de dilatation entre le revêtement et le substrat.
- aux défauts de croissance (incorporation de certains atomes durant le dépôt).

La méthode de mesure des contraintes internes la plus rependue (qui est également celle utilisée pour nos travaux) est celle développé par Stoney [65]. Cette méthode est basée sur la mesure du rayon de courbure de l'ensemble substrat-dépôt. Notre substrat de silicium ou d'acier, ne présentant pas de courbure initiale. Cette lamelle est maintenue à une seule extrémité lors de la phase de dépôt pour permettre sa déformation libre (système de poutre encastré, cf Figure II-5)

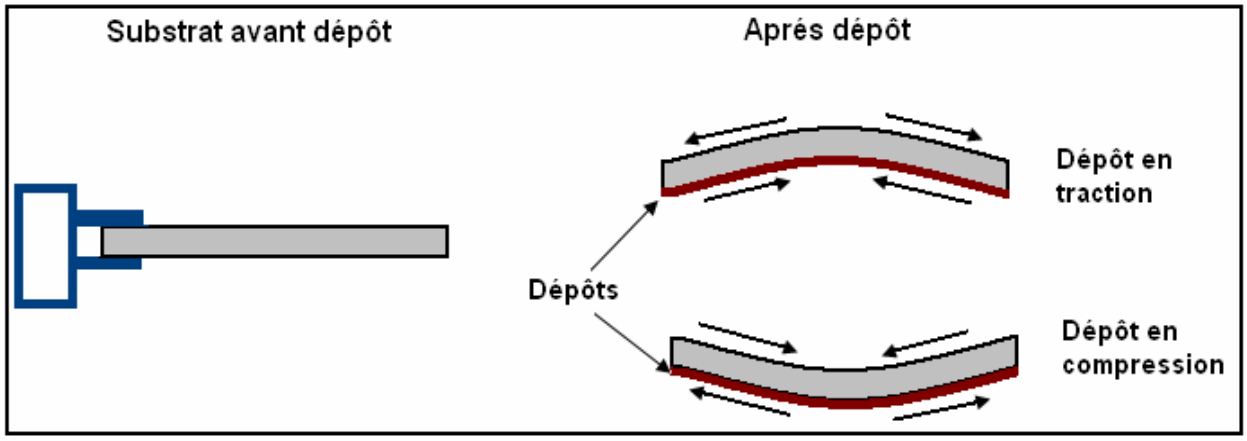


Figure II-5 : Représentation de substrats avant et après dépôt avec des états de contraintes de tension et de compression.

Le rayon de courbure de l'ensemble acier-film est mesuré après dépôt par un profilomètre tactile équipé d'un capteur optique de 300 µm de débattement.

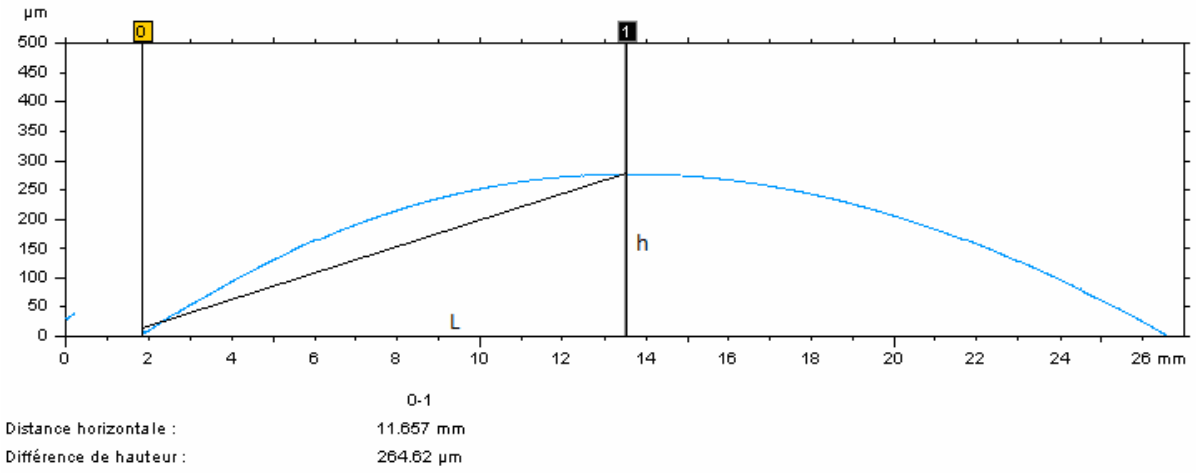


Figure II-6 : Exemple de mesure de courbure par profilomètre sur un clinquant.

La formule dite de Stoney utilisée est en réalité une variante de celle proposée pour la première fois par Stoney en 1909 [65] :

$$\sigma = \frac{E_s.d_s^2}{(1-\gamma_s).6.d_f.R_c} \qquad \text{(II-1)}$$

- E_s est le module de Young du substrat en [GPa].
- d_s est l'épaisseur du substrat en [µm]
- γ_s est le coefficient de Poisson du substrat,
- d_f est l'épaisseur du dépôt en [µm]
- R_c est le rayon de courbure en [mm] :
- $$Rc = \frac{L^2 + h^2}{4h} \qquad \text{(II-2)}$$

II.3.6. Mesures de dureté et du module de Young

La dureté que l'on cherche à déterminer étant celle de revêtements de quelques microns d'épaisseur, il est indispensable de s'affranchir au maximum de la contribution du substrat. Ainsi, on utilise la technique de nano-indentation qui permet de réaliser une mesure de dureté en ne sollicitant qu'une épaisseur de matériaux d'une centaine de nanomètres. Généralement, on considère que l'on doit vérifier la formule dite « règle du dixième » justifié par Bückle [66], c'est-à-dire :

$e_{film} < h/10$, avec h = profondeur de pénétration.

II.3.6.1. Principe de la mesure

La technique de nano-indentation consiste à suivre en continu l'évolution de la charge d'indentation avec le mouvement de l'indenteur. Une courbe typique obtenue sur un CrN-5 d'épaisseur 15µm est donnée Figure II-7.

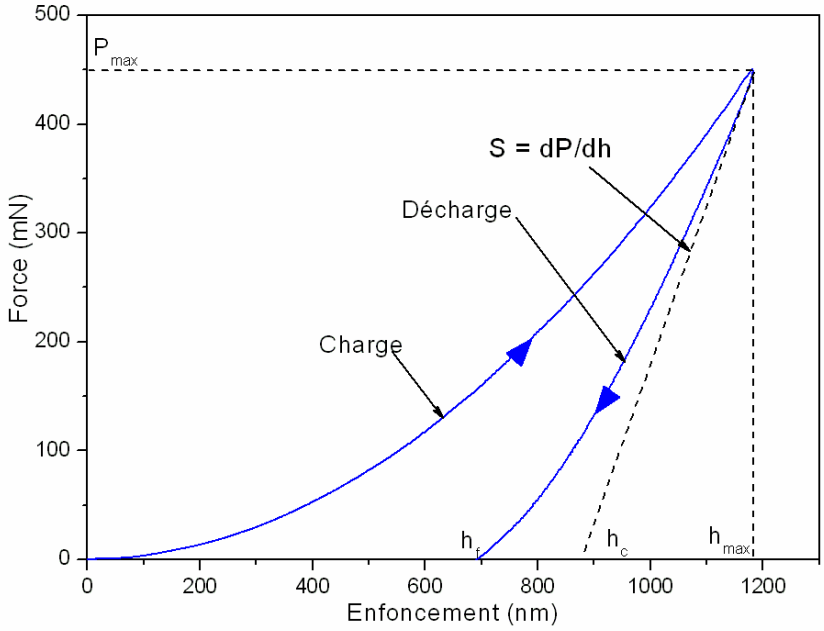


Figure II-7: courbe de charge/décharge en fonction de la profondeur obtenue sur CrN-5

L'observation de cette courbe permet, d'après la méthode développée par Oliver et Pharr [67] de calculer la dureté et le module de Young du dépôt. La profondeur de pénétration h est atteinte pour un effort normal maximal P_{max}. Le calcul de la dureté s'effectue au point de coordonnée (h, P_{max}), elle se calcule de la manière suivante :

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \qquad \text{(II-3)}$$

Avec A l'aire maximale projetée de l'indenteur ayant pénétré d'une profondeur h_c dans le matériau. et $h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S}$ (II-4)

Avec $\varepsilon = 0{,}75$ constante dépendant de la géométrie de l'indenteur.

Le module d'Young est déterminé à partir du calcul de la raideur de contact. Cette dernière est directement calculée à partir de la courbe chargement-déchargement et plus particulièrement à partir de la pente de déchargement au point de coordonnée (h, P_{max}) et s'exprime par :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \qquad \text{(II-5)}$$

Pour un indenteur Berkovitch, β est égal à 1,034, A correspond à l'aire projetée de contact entre l'indenteur et le matériau testé.

Le module E_r est un module réduit prenant en compte les caractéristiques mécaniques de l'indenteur et du matériau testé. Il alors possible d'en extraire le module d'Young en connaissant le coefficient de Poisson du matériau étudié. La formule qui relie l'ensemble de ces composantes est la suivante

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\upsilon^2}{E} + \frac{1-\upsilon_i^2}{E_i} \qquad \text{(II-6)}$$

υ est le coefficient de Poisson du matériau à tester, et υ_i et E_i sont respectivement le coefficient de Poisson et le module de Young de l'indenteur utilisé pour l'analyse du matériau.

II.3.6.2. Dispositif expérimental

La dureté et le module de Young des films élaborés durant cette étude sont mesurés par nanoindentation instrumentée à l'école Centrale de Lyon. Les échantillons ont été testés en charge croissante à partir d'un nano-duromètre (MTS Nano Instruments) équipé d'un indenteur Berkovich et calibré avec un étalon de Silice (H = 9 GPa, E = 72 GPa). Leurs propriétés sont évaluées suivant la méthode d'Oliver et Pharr [67]**.**

Les paramètres fixes sont donc :

- Nombre d'essai par échantillon : 5
- Indenteur : Berkovitch.
- Mode d'analyse : dynamique
- La profondeur de pénétration est fixée à 500 nm
- La vitesse de pénétration 0,005 s^{-1}.

II.3.7. Scratch test: Essai de rayure à charge croissante

L'essai de rayage consiste à rayer la surface revêtue à l'aide d'un indenteur de géométrie donnée, généralement de type Rockwell C. Une charge progressive est exercée sur l'indenteur en

translation. L'adhérence est définie par la charge à la rupture ou charge critique (Lc : critical load). C'est la charge pour laquelle le dépôt est séparé du substrat à l'interface ou près de l'interface.

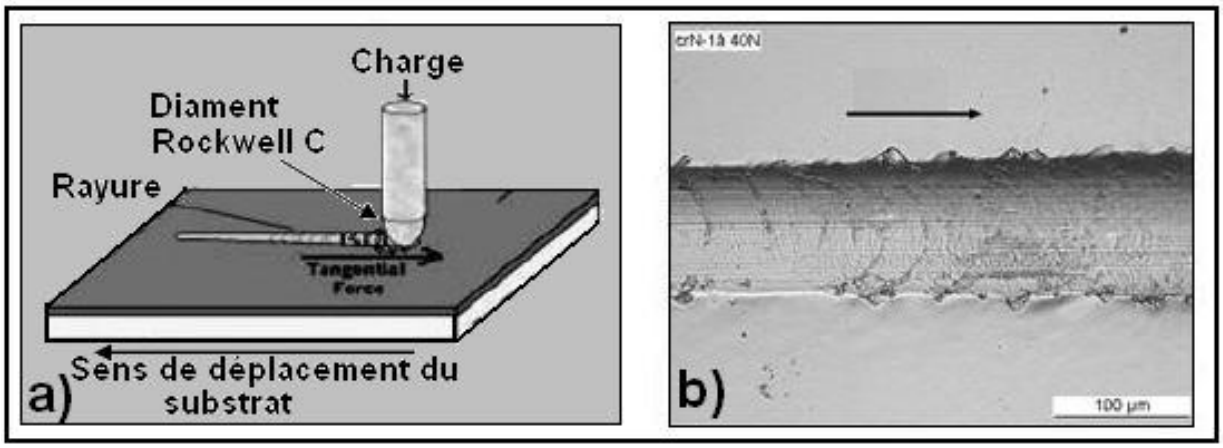


Figure II-8: Scratch test , a) principe de l'essai, b) rayure obtenue sur un échantillon CrN (3 µm) déposé sur acier M2.

Lors d'un essai de rayure, le dépôt peut être endommagé par une fissuration cohésive caractérisée par la rupture du dépôt seul, ou par une fissuration adhésive associée à une rupture de l'interface dépôt/substrat.

La comparaison des résultats de ces essais n'est pas triviale. Car ils peuvent varier avec le rayon, l'état de surface et l'usure du diamant. Ensuite, la vitesse de déplacement du diamant, le taux de chargement ainsi que de l'amplitude totale de la rampe de force appliquée ont une influence significative sur les résultats.

Les valeurs des charges critiques dépendent de nombreux facteurs tels que l'épaisseur du dépôt, la dureté, la ductilité du substrat et du dépôt…etc. De ce fait ces valeurs ne peuvent être valables que dans une utilisation comparative entre deux systèmes identiques. De plus, seule la valeur de L_C peut être utilisée pour juger de l'adhésion du dépôt au substrat.

Pour nos essais, ils ont été réalisés dans les mêmes conditions :

- Indenteur Rockwell C de 200 µm en diamant
- Vitesse de déplacement : 10 mm/min
- Vitesse de chargement : 100 N/min
- Charge entre 5N et 80 N

II.4. Le Micropercuteur à énergie d'impact contrôlée

Le processus d'endommagement est simulé avec une machine de marquage à commande numérique, le « micropercuteur ». Cette machine est construite par l'entreprise Technifor.

A l'origine le micropercuteur était prévu pour tracer de caractères alphanumériques ou de logotypes sur des pièces. L'un des avantages principaux de cette machine est sa fiabilité dans la mesure où il s'agit d'un dispositif industriel. Celle-ci concerne aussi bien la durée de vie des organes que la reproductibilité des impacts qui passe par un contrôle implicite de l'énergie de ces impacts.

Autrement dit, cet appareil, ainsi que l'ont établi Gachon [8], Sekkal [68] et Ledrappier [2] est capable de générer des impacts avec une énergie comparable à celle exercée par des particules solides projetées à grande vitesse (écroui par grain de sable) ou d'induire des déformations plastiques (c'est le principe même du marquage), de répéter autant de fois que nécessaire cette opération (c'est la notion de fiabilité). La micropercussion se fait à l'aide d'une tête de marquage appelée stylet, fixée sur une table en mouvement (x, y) pilotée par un moteur. L'ajustement de la hauteur de la tête de marquage par rapport à la pièce est réglable manuellement à l'aide d'une manivelle (Figure II-9)

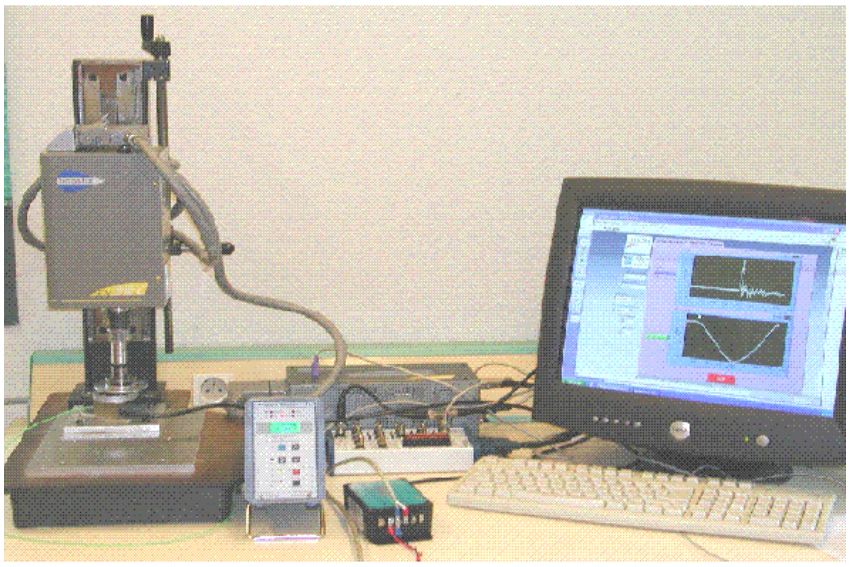


Figure II-9: Micropercuteur Type CN312Cm

Pour piloter notre machine, CN312Cm, de manière à réaliser plus rapidement et plus simplement des essais de chocs répétés, un logiciel spécifique a été développé. Ce programme permet de réaliser un tableau de points en faisant varier en chaque point la durée de l'impulsion de l'électroaimant, la fréquence et le nombre d'impacts. L'énergie cinétique de l'impact dépend de

la hauteur initiale de l'outil au dessus de l'échantillon et de la durée de l'impulsion électromagnétique.

II.4.1. Capteurs de déplacement et de force

Afin de tirer profit au mieux des performances de la machine et d'en faire un appareil à usage scientifique, il a été nécessaire de l'instrumenter, de caractériser et de quantifier chaque phase de son fonctionnement. Deux capteurs étaient déjà disponibles et avaient fait l'objet d'une étude antérieure au début de ce travail. Cependant il était clairement apparu qu'ils n'étaient pas complètement adaptés au type d'essais réalisés. Ainsi compte tenu de l'amplitude et de la brièveté de l'événement, le capteur de déplacement à triangulation laser présente plusieurs inconvenants tels que l'encombrement, la complexité de mise en place et la fréquence d'échantillonnage de capteur trop faible. Nous avons alors cherché à le remplacer par un autre capteur permettant un suivi quasi continu sur toute la descente et la remontée du stylet.

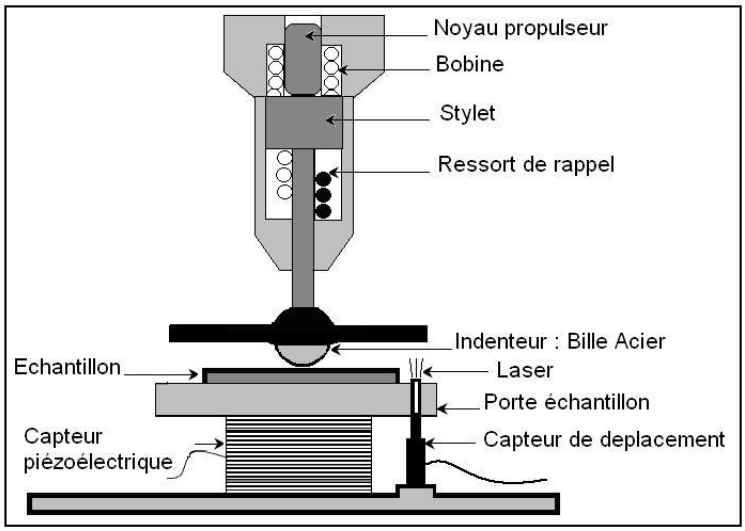


Figure II-10 : Schéma de micropercuteur instrumenté

Compte tenu du cahier des charges ainsi obtenu, le choix s'est porté sur un capteur à laser diode [69]. De la même façon, la définition du capteur de force a été revue. Si le choix d'un capteur piézoélectrique a été maintenu compte tenu des contraintes temporelles des impacts, le principal problème à résoudre a été celui de la fréquence de résonance des capteurs généralement située à proximité de la fréquence propre des impacts et imposant ensuite un gros travail de filtrage et de convolution toujours délicat [2]. Pour tenter de résoudre cette difficulté et compte tenu des

exigences techniques spécifiques citées précédemment un capteur spécifique de très haute rigidité et très haute fréquence propre a été installé.

II.4.1.1. Capteur déplacement

II.4.1.1.1. Description de capteur

Ayant accès à un capteur de déplacement de type D125 Philtec qui utilise une fibre optique pour transmettre un faisceau lumineux non colmaté vers la cible (échantillon) et détecter la lumière réfléchie par celle-ci elle-même très largement dépendante de l'état de surface réfléchissante, ceci impose donc une recalibration du capteur à chaque montage / démontage du porte échantillon. La distance mesurée entre la cible et la sonde est fonction de la quantité de lumière captée.

La Figure II-11 présente la réponse en tension du capteur en fonction de la distance capteur – cible. La courbe présente 4 zones différentes :

- La première zone linéaire permet de mesurer de très courtes distances (0-500µm) avec une très grande précision et une sensibilité 35,38 mv/µm.
- Un pic de saturation interdit toute mesure précise pour des distances comprises entre (0,5–1 mm).
- Avant une large plage de mesure possible pour des distances supérieures à 1 mm Cette gamme est linéarisable pour des distances (1,1 – 5,5 mm) avec une très bonne précision et une stabilité -0,454 mv/µm.

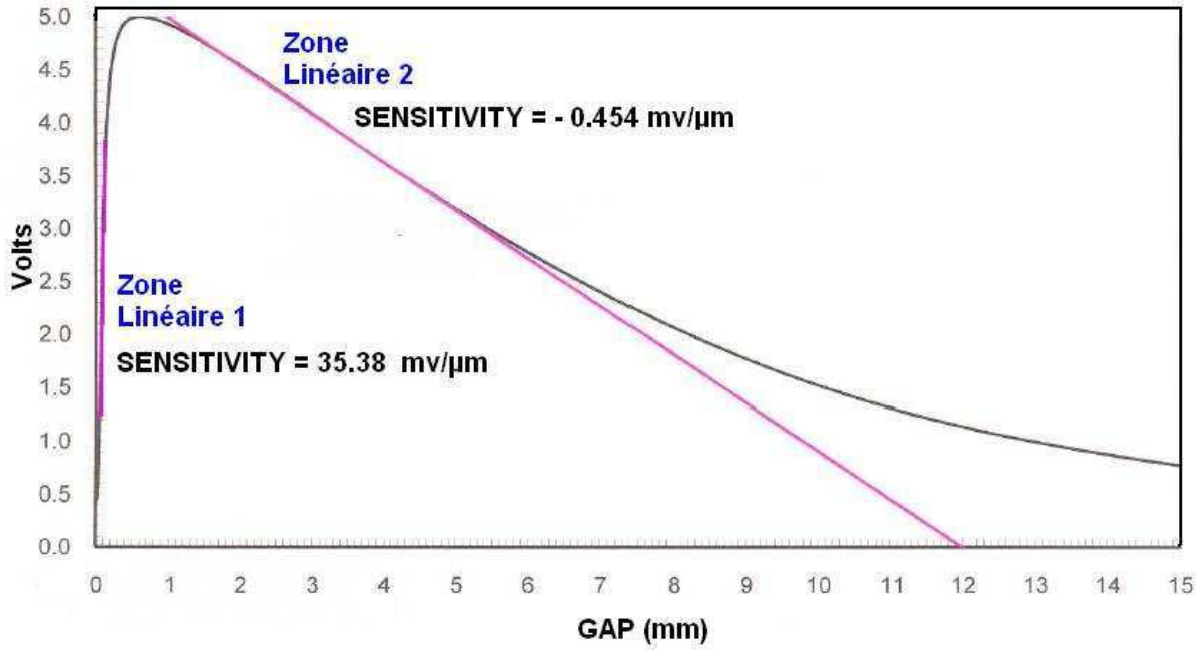
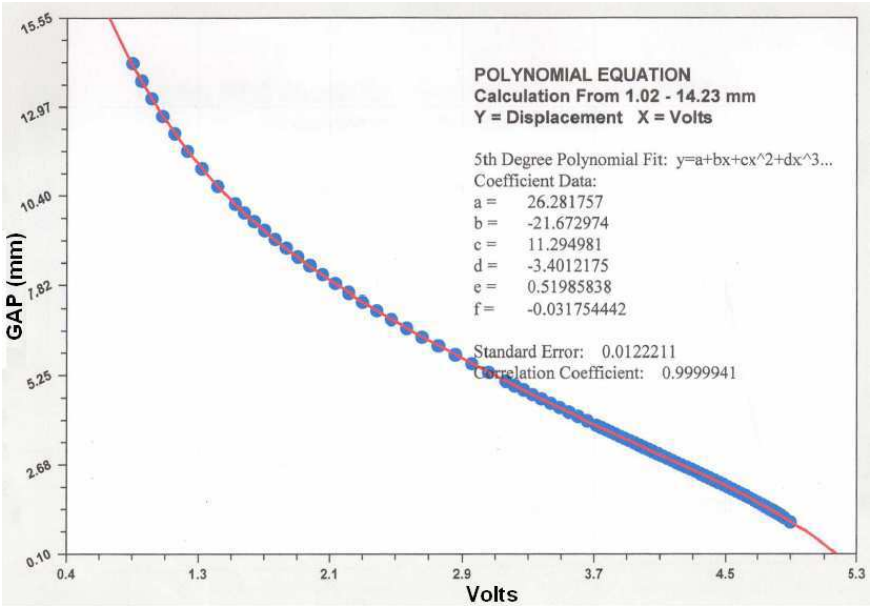


Figure II-11 : Gammes de mesure du capteur de déplacement.

- Pour des distances plus importantes (5,5 – 14,23 mm), une modélisation polynomiale de la courbe complète est utilisée (Figure II-12)



.

Figure II-12 : Gammes de mesure du capteur de déplacement (zone étendue).

Dans le cas de nos essais, les distances à mesurer sont typiquement comprises entre 12 mm (indenteur au repos) et 8 mm lors de contact de l'indenteur avec l'échantillon.

Les résolutions spatiale et temporelle (20 Khz – 1 Mhz) du capteur sont largement suffisantes pour effectuer des mesures de l'accélération de l'indenteur et de la vitesse d'impact.

La courbe de la Figure II-13, représente le déplacement du stylet au cours d'un impact en fonction de temps, pour un temps d'impulsion de 1,9 ms, et une hauteur initiale de 3 mm.

La descente de la bille est régie par deux régimes : le premier dû à l'accélération électromagnétique ; le second dû à une dynamique d'inertie.

La remontée de la bille en l'absence d'impact, est effectuée par le ressort de rappel.

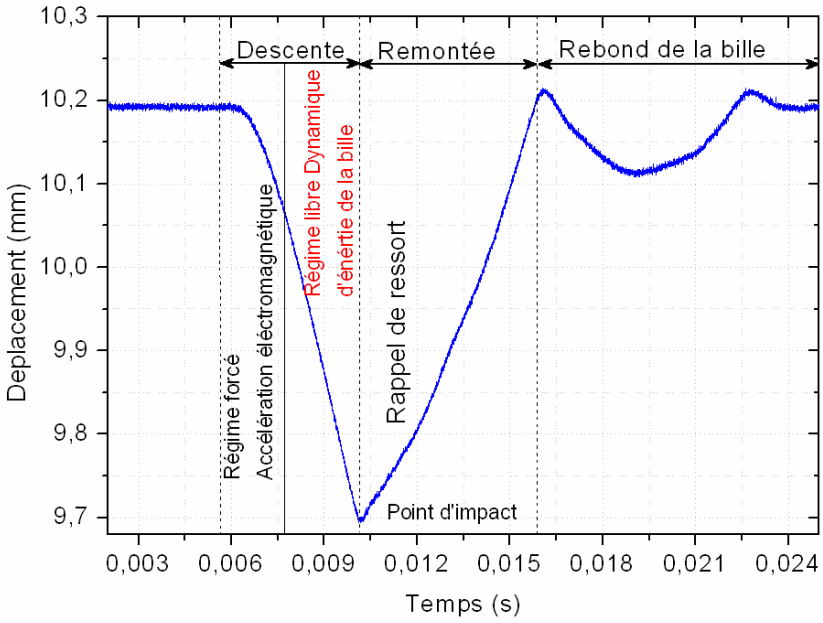


Figure II-13 : Mesure de la hauteur de descente et de remontée de la bille en fonction du temps

II.4.1.1.2. Vitesse de descente de la bille

Afin de déterminer la vitesse de descente de la bille, nous avons pris en considération seulement la partie descendante régie par la dynamique d'inertie (Figure II-14).

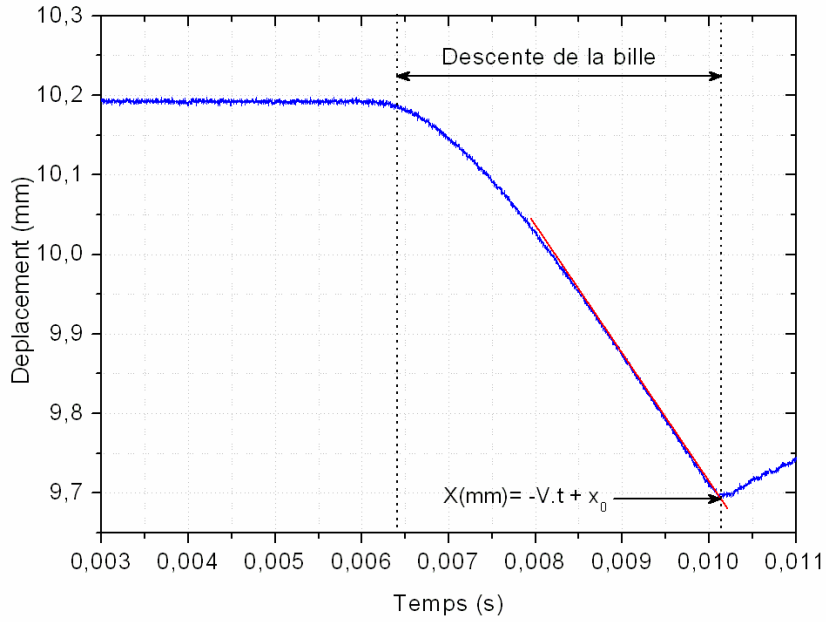


Figure II-14 : descente de la bille lors d'un impact

Les calculs des vitesses d'impact sont faits à partir des équations de mouvement. A la vue des résultats, il est possible d'écrire une équation de mouvement de la forme :

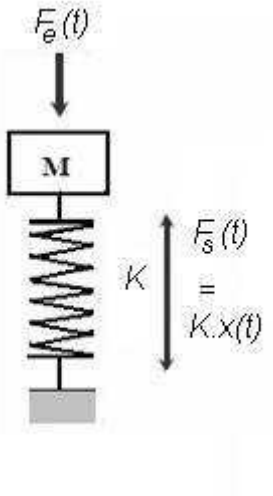
$X\ (mm) = -V.t + X_0$ avec V : vitesse d'impact, X_0 : position initiale de la bille.

II.4.1.2. Capteur de force

II.4.1.2.1. Description

Ce capteur de marque Kistler, de type 9333 est destiné à la mesure des forces de compression. Les pressions s'exerçant sur les capteurs engendrent une charge électrique qui leur est proportionnelle dans l'élément de mesure piézoélectrique. Cette charge est à son tour convertie en une tension électrique proportionnelle par un amplificateur de charge de type 5011B monocanal.

La mesure de la force exercée par la bille sur l'échantillon au cours de l'impact permet de remonter rapidement aux pressions de contact et de juger de la sévérité du contact. Cependant, en raison de la brièveté de l'événement, la mesure de la force exercée sur l'échantillon pendant l'impact pose des difficultés d'ordre métrologique. Les capteurs de force peuvent en effet être décrits par le schéma cinématique de la Figure II-15 :



K = Rigidité du capteur de force (N/m)

M = Masse de l'échantillon chargé (kg)

$F_e(t)$ = Force variable d'excitation de la masse M (N)

$F_s(t)$ = Force mesurée par le capteur de force.

Figure II-15 : Schéma cinématique équivalent d'un capteur de force

L'équilibre dynamique de la masse M s'écrit alors :

$$M\ddot{x} + Kx = F_e(t) \quad \Leftrightarrow \quad F_e(t) = F_s(t) + \frac{M}{K}\frac{\partial^2 F_s(t)}{\partial t^2} \tag{II-7}$$

Ainsi, le capteur de force se comporte comme un oscillateur harmonique de pulsation propre

$w_0 = \sqrt{\frac{K}{M}}$ et de fréquence propre $f_0 = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{K}{M}}$

La force mesurée est alors représentative de la force appliquée sur la masse M à condition que la fréquence de celle-ci soit négligeable devant la fréquence propre du capteur de force. Cette observation révèle donc l'importance de la masse de l'échantillon et de la rigidité du capteur de force.

L'étude des impacts élastiques nécessite donc de travailler sur des échantillons les plus légers possibles et en utilisant un capteur le plus rigide. Ce besoin de rigidité dans le capteur de force a donc conduit au choix d'un capteur de force à céramique piézoélectrique, spécifique de fréquence propre supérieur à 45 KHz. Cependant, en raison du montage nécessaire au maintien des échantillons, le signal peut présenter des perturbations, comme l'illustre le graphique de la Figure II-16 qui présente l'évolution de la force mesurée au cours d'un impact d'une bille en acier 100Cr6 de 20 mm de diamètre sur un échantillon d'acier rapide.

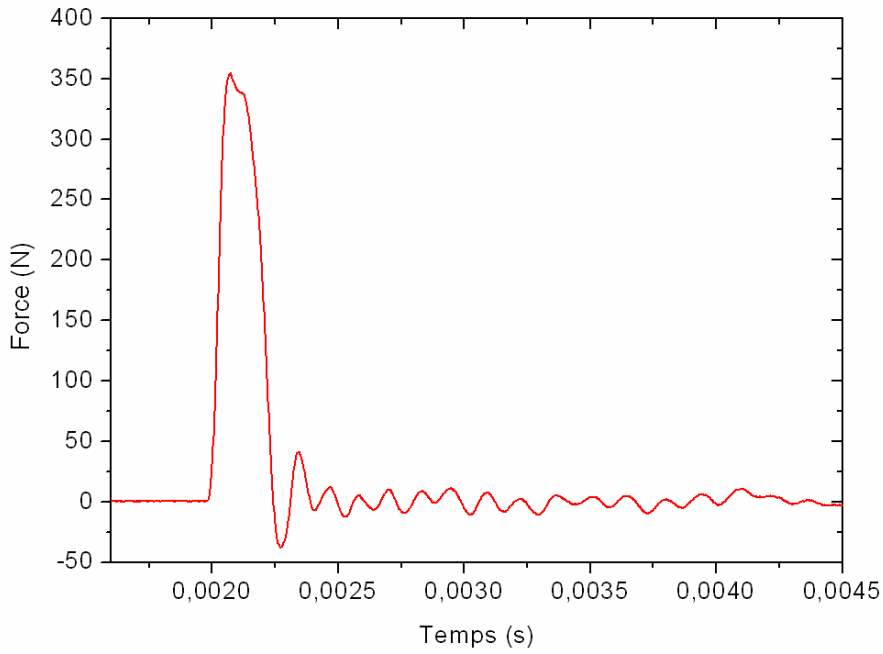


Figure II-16 : Evolution de la force en fonction de temps lors d'un impact

Le passage de la force en dessous de zéro après le premier pic n'est pas représentatif de l'effort réel appliqué par la bille sur l'échantillon : le capteur n'est pas sollicité en traction lors du rebond de l'indenteur.

II.4.1.2.2. Analyse Fréquentielle

L'analyse fréquentielle d'un signal enregistré au cours d'un impact permet d'identifier les principales composantes du signal et en particulier de vérifier qu'il y'a pas de pics correspondants à la résonance du capteur de force. Le graphique de la Figure II-17b est une analyse fréquentielle du signal d'impact de la Figure II-17a.

On constate que l'on n'a que la composante fréquentielle de l'impact et pas de trace de phénomènes de résonance du capteur. Ce signal très peu bruité est donc directement exploitable pour notre étude.

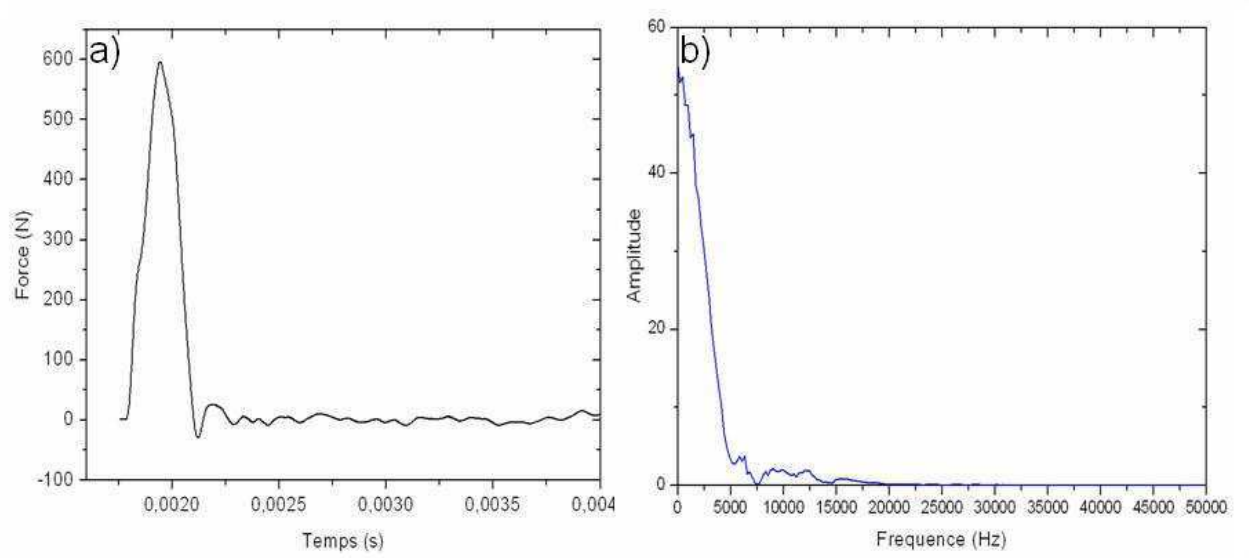


Figure II-17:a) signal de force, b) analyse fréquentielle du signal

En revanche, lorsque le système de maintien de l'échantillon n'est pas de bonne qualité ou que l'échantillon est mal positionné, le signal de la force présente des perturbations au moment de l'impact (Figure III-18a). Ces perturbations sont représentées par des composantes fréquentielles entre 15 et 30 KHz et qui ne semblent donc pas fausser la mesure de la force d'impact.

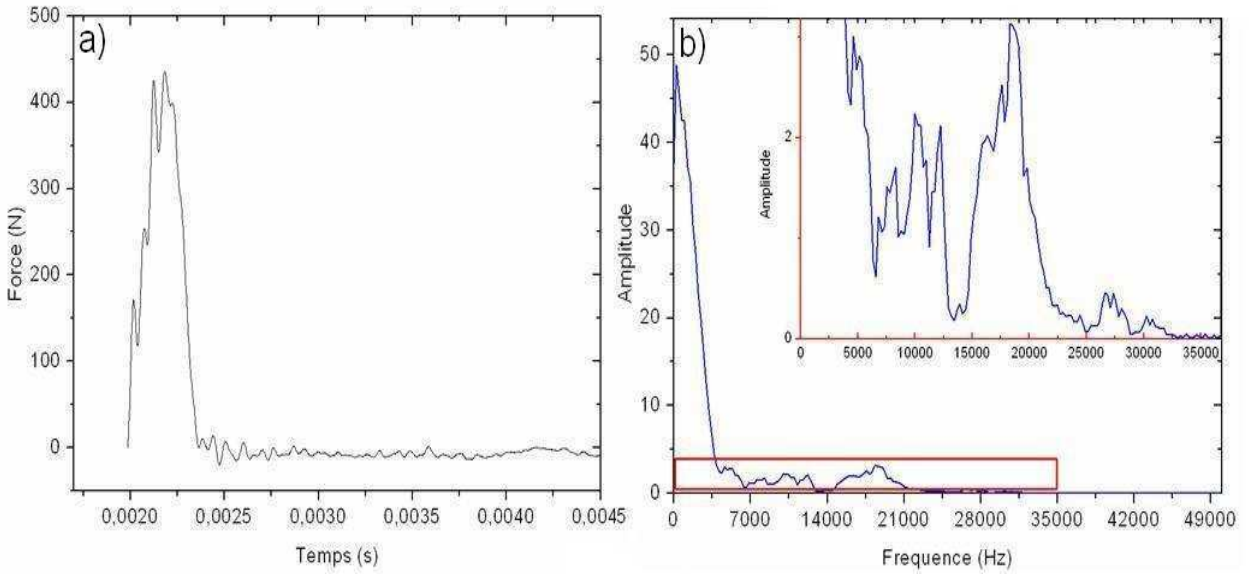


Figure II-18 : a) Signal de force avec vibration, b) analyse fréquentielle du signal

En résumé, les perturbations qui apparaissent juste après l'impact correspondent à des oscillations d'origine mécanique qui sont dues à la vibration du notre système de maintien de l'échantillon et de porte échantillon. Cependant, compte tenu des fréquences élevées de ces vibrations, éloignées de celle de nos impacts, aucun phénomène de résonance n'est à attendre et la validité de notre mesure de force ne semble pas être à remettre en cause.

II.4.2. L'énergie cinétique

Afin de maîtriser les conditions d'impact, il est nécessaire de connaître l'énergie cinétique Ec du percuteur au moment où il entre en collision avec l'échantillon. Celle ci est donnée classiquement par la relation suivante :

$$E_c = \frac{1}{2} MV^2 \qquad \text{(II-8)}$$

V : étant la vitesse d'impact.

M : masse de la bille (100Cr6 ∅ 20mm) + porte Bille : 165 g

La Figure II-19 donne les vitesses de l'impact en fonction de l'impulsion électromagnétique pour différentes hauteurs de la bille.

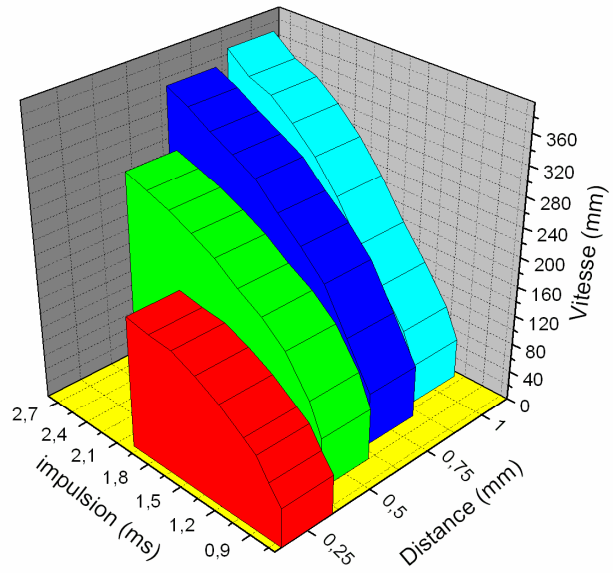


Figure II-19 : Vitesse de la bille en fonction de la hauteur de descente pour différents temps d'impulsion

II.4.3. Vitesse et Force d'impact

Les mesures de vitesse et de force d'impact permettent ainsi de caractériser les impacts réalisés sur le banc de chocs répétés. Néanmoins vu les difficultés rencontrées parfois lors de la mise en place du capteur de déplacement (recalibration impérative à chaque montage/démontage + taille d'échantillon non standard), nous avons tracé la courbe (Figure II-20) afin de déterminer à chaque fois la vitesse en connaissant uniquement la force d'impact, dans le cas où on utilise un substrat en acier M2 non traité.

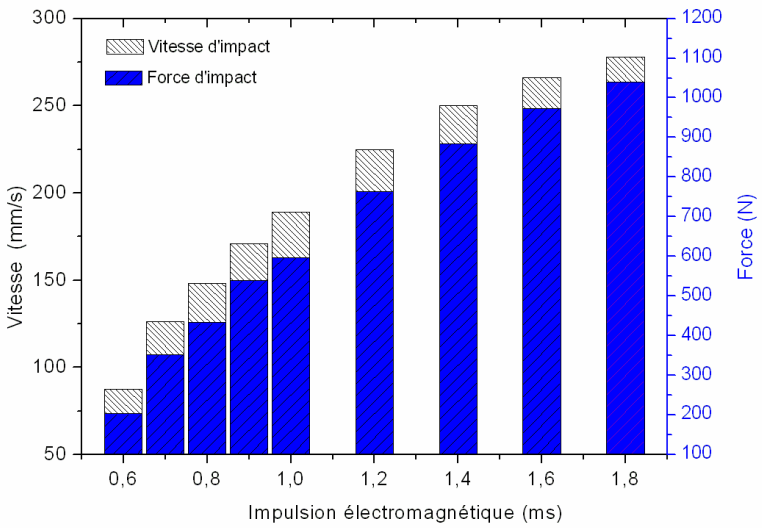


Figure II-20: Evolution de la force et de la vitesse d'impact pour une distance initiale d = 0,5 mm en fonction du temps d'impulsion.

II.4.4. Mesure du chargement au cours de N cycles d'impact (reproductibilité des impacts)

Nous avons réalisé des mesures du chargement par répétition du cycle d'impact sur un dépôt de CrN déposé sur un acier rapide (M2 non traité) pour un temps 0,7 ms et une hauteur initiale de 0,5 mm.On constate donc que, après un certain nombre d'impacts, les signaux de forces se superposent d'une manière parfaite (Figure II-21).

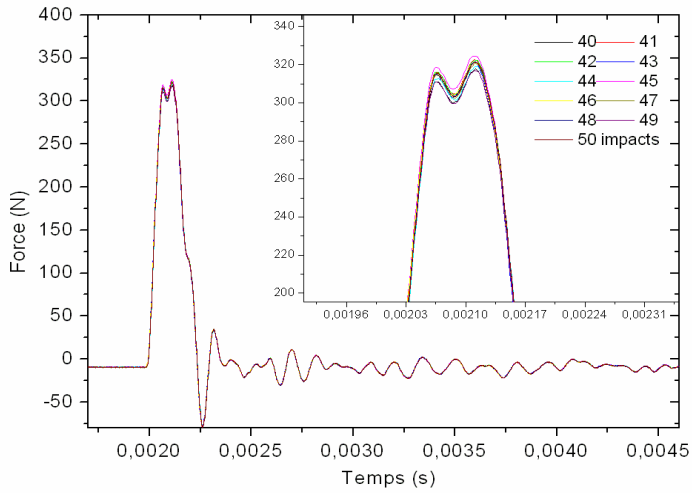


Figure II-21 : reproductibilité du signal de force pour 50 impacts

Afin de mieux quantifier la variabilité des impacts, la Figure II-22 montre l'évolution de la force maximale par impact sur un acier rapide, en fonction du nombre de cycles d'impacts, pour les mêmes conditions de sollicitation. On constate que la force de pénétration a une variation de ± 6 % autour d'une valeur moyenne, ce phénomène est lié à la variation de la vitesse d'impact, elle aussi comprise dans un intervalle ± 3 %

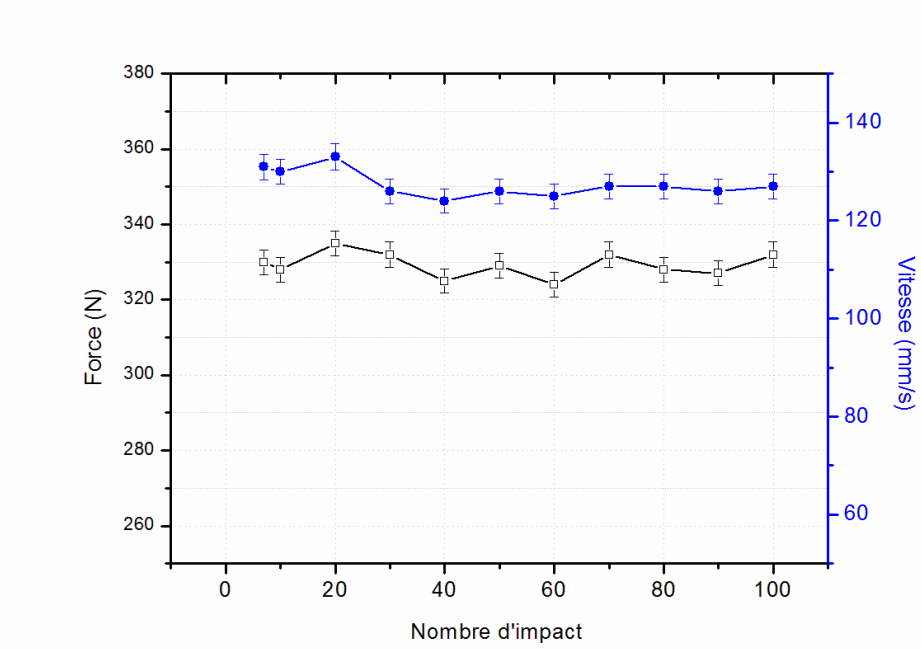


Figure II-22 : Evolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles d'impacts.

II.4.5. Comparaison entre les mesures du capteur et le calcul de Hertz

Lorsque l'impact est parfaitement élastique, la force d'impact et l'enfoncement de l'indenteur sont reliés par les formules de la théorie de Hertz. La force d'impact peut être calculée en connaissant la vitesse d'impact de l'indenteur [47] :

$$F_{max} = \frac{4}{3}\left(\frac{15}{16}\right)^{3/5}\left[m^3 V^6 E^{*2} R^*\right]^{1/5} \qquad \text{(II-9)}$$

Où m désigne la masse du système allant percuter l'échantillon (kg)

V est la vitesse d'impact (m/s)

E* le module équivalent (GPa)

Et R* le rayon de la sphère (mm)

La Figure II-23 montre l'évolution de la force d'impact en fonction de la vitesse de la bille obtenue par la théorie de Hertz et par des essais d'impacts réalisés sur un substrat en acier type M2 avec une dureté de 230 Hv revêtu d'un dépôt de CrN de 3 µm d'épaisseur.

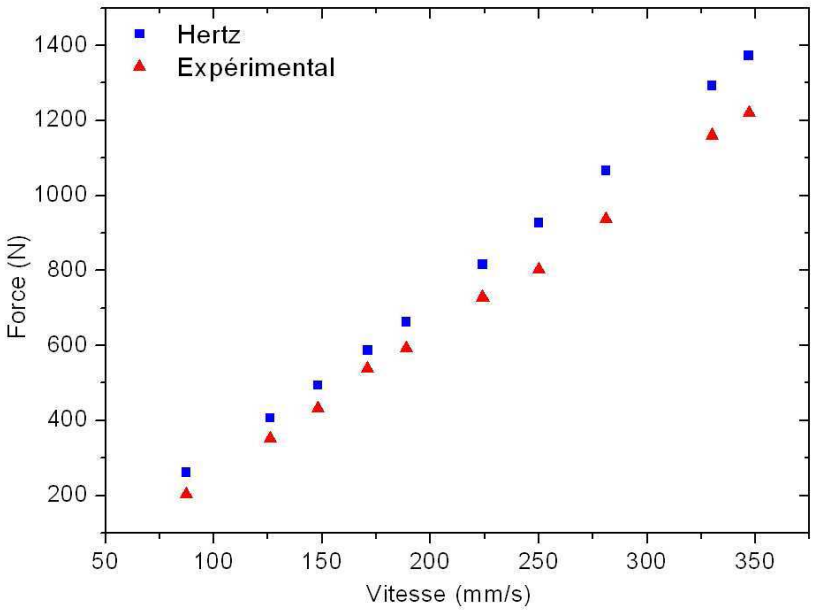


Figure II-23 : Comparaison entre valeur de force expérimentale et calcul de Hertz

On remarque sur cette figure que plus la vitesse est faible plus la valeur expérimentale de la force est proche de la valeur théorique. A faible vitesse d'impact, la déformation du substrat est élastique ou élastoplastique et la force d'impact observée correspond bien à la réponse élastique attendue. En revanche, lorsqu'on augmente la vitesse d'impact, le substrat se déforme plastiquement et la force d'impact diminue et s'éloigne des valeurs théoriques

II.5. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons décrit le dispositif expérimental que nous avons utilisé dans l'élaboration des films minces. Nous avons également présenté les différentes techniques de caractérisation de couches minces auxquelles nous avons eu recours.

Enfin, partant d'un système possédant une fiabilité industrielle -c'est à dire garantissant entre autre la reproductibilité des cycles, après l'avoir instrumenté, transformé en impacteur à énergie d'impact contrôlée, nous avons pu ainsi le caractériser en termes de force d'impact (50-2500N),

d'énergie d'impact (0,2-100 mJ) et de vitesse d'impact (0,05 - 1 m/s). Ces valeurs sont obtenues dans la limite de mesure de la zone linéaire de capteur de déplacement.

Tableau II-2 : Paramètres de la machine d'impacts

Paramètres	Plages de mesure
Energie cinétique	0,2 à 100 mJ
Force d'impact	50 à 2500 N
Nombre d'impact /série	1- 2.10^6 impacts
Vitesse d'impact (m/s)	0,05 à 1 m/s
Fréquence des impacts	2,5 à 25 Hz

Chapitre III. Phénomène de cloquage dans les films

III.1. Introduction

Ce troisième chapitre est consacré à la description de nos résultats expérimentaux. Au départ quelques mots seront dits sur le mode de réalisation de nos dépôts ainsi que sur leur principales caractéristiques (structurales, mécanique,…).

Ensuite une attention particulière sera portée à la caractérisation par essai d'impacts de ces dépôts. On étudiera en particulier le comportement et les mécanismes d'endommagement de ces dépôts sous impacts répétés et puis on s'intéressera à l'influence de l'épaisseur de dépôts sur ces mécanismes d'endommagements avant de s'interroger sur l'effet de la déformation du substrat sur la réaction observée des dépôts.

III.2. Matériaux – élaboration Propriété

Comme nous l'avons évoqué en introduction, nous avons choisi de nous focaliser sur l'étude de films minces élaborés par PVD de CrN. A titre de comparaison, nous avons également testé des revêtements de ZrN, dont les propriétés mécaniques différentes laissent attendre un comportement sous impacts répétés également différent.

Ainsi les différents dépôts de CrN ont été élaborés au laboratoire sur des substrats en acier rapide de type M2 non traité ayant une dureté de $230Hv_{100g}$. Les revêtements ont ensuite été élaborés dans les conditions de dépôts standard au laboratoire telles que détaillées dans le chapitre II (§II.2.3). Seul le temps de dépôt a été modifié afin d'élaborer des films de différentes épaisseurs pour observer l'influence de ce paramètre spécifique sur les mécanismes d'endommagements ainsi que d'éventuelles relaxations de contraintes dans les dépôts. Les épaisseurs des couches ont été déterminées par profilométrie 3D optique. Les modules d'Young des couches ont été estimés par nanoindentation en utilisant la méthode désormais reconnue d'Oliver et Pharr en admettant pour nos couches un coefficient de poisson de $\nu = 0,25$ [70] Des essais de scratch test ont également été réalisés afin d'évaluer la charge critique Lc de premier endommagement. Les principales caractéristiques des dépôts sont regroupées dans le Tableau III-1 suivant :

Tableau III-1 : Caractéristiques des revêtements testés

Echantillon	Epaisseur [µm]	Module de Young [GPa]	Dureté [GPa]	L_C (N)	rugosité [µm]
CrN-1	2,7	304 ± 12	25 ± 3	17,9	0,08 ± 0,005
CrN-2	6,5	300 ± 10	25 ± 2	19,5	0,16 ± 0,015
CrN-3	7,8	/	/	24,3	0,08 ± 0,003
CrN-4	8,6	/	/	26,5	0,09 ± 0,005
CrN-5	15,5	308 ±10	24 ± 1	31,2	0,07 ± 0,008

III.2.1. SDL

Les compositions des échantillons ont été déterminées par spectroscopie à décharge luminescente à partir de couches déposées sur des substrats en acier. La Figure III-1 présente l'évolution du profil de composition de revêtements en fonction de temps pulvérisation obtenue par SDL, elle montre clairement la présence d'oxygène (5,8 at %) dans les premières couches atomiques de la surface. En effet le CrN pur peut s'oxyder et former de l'oxyde de chrome (Cr_2O_3 principalement) suivant la réaction :

$$2CrN_{(s)} + \tfrac{3}{2}O_{2(g)} \rightarrow Cr_2O_{3(s)} + N_{2(g)} \qquad \text{(II-1)}$$

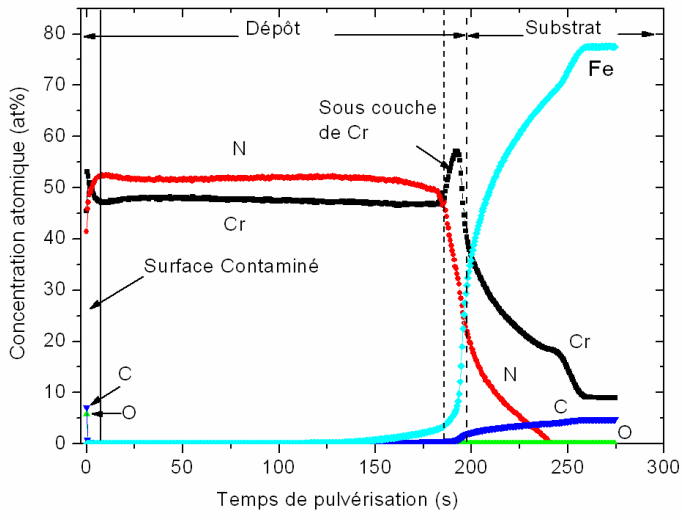


Figure III-1: Profils de composition des revêtements CrN

Si cette réaction a généralement lieu à haute température pour des matériaux massifs, la présence de Cr_2O_3 peut également être observée à la surface de films minces élaborés par PVD et généralement attribuée à une contamination en oxygène à la fin de la phase d'élaboration lors de l'arrêt du processus [71]. De plus, il apparaît clairement sur la figure III-1 que le signal de l'oxygène diminue considérablement en fonction du temps de pulvérisation ce qui indique que la profondeur de cette couche de contamination est très fine. On obtient alors un revêtement CrN légèrement non-stœchiométrique avec 48 at.% de Cr et 52 at.% de N.

III.2.2. Rayon X

La Figure III-2 présente un diagramme de diffraction des rayons X typique obtenu sur les revêtements CrN. Il apparaît clairement selon le fichier [JCPDS76-2494] la formation d'une phase unique de CrN avec une texture d'orientation selon la direction cristallographique (200) selon une structure cubique à face centrée (NaCl). La diffraction des rayons X n'a pas permis de détecter la présence de Cr_2O_3, cela veut dire que la couche de contamination est susceptible d'être très mince et / ou amorphe.

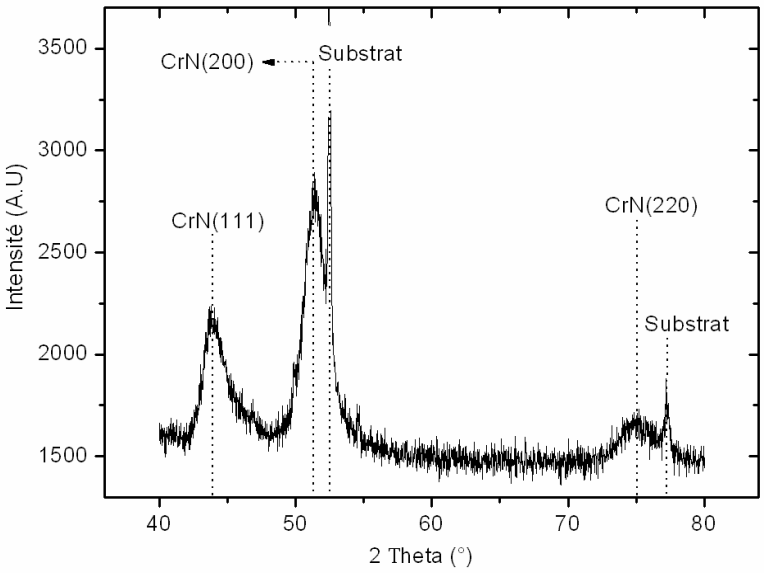


Figure III-2: Diffractogramme des rayons X pour les revêtements de CrN

Ces résultats sont confortés par d'autres travaux publiés, où aucune trace de couche de contamination n'a pu être observée par diffraction des rayons X et ne pouvait être détectée qu'en utilisant des techniques tels que l'XPS ou la spectroscopie Raman [72] pour des couches d'oxyde d'épaisseur inférieure à 100 nm, ce qui pourrait donc être le cas pour nos dépôts.

III.2.3. Observation MEB

Les faciès de rupture, obtenus par microscopie électronique à balayage, des revêtements CrN pour différentes épaisseurs sont présentés Figure III-3. Une croissance colonnaire des films peut être observée sur les trois micrographies. Aucune trace flagrante de contamination de surface ne peut en revanche être révélée sur ces photographies compte tenu des grossissements utilisés (limitation de l'appareil).

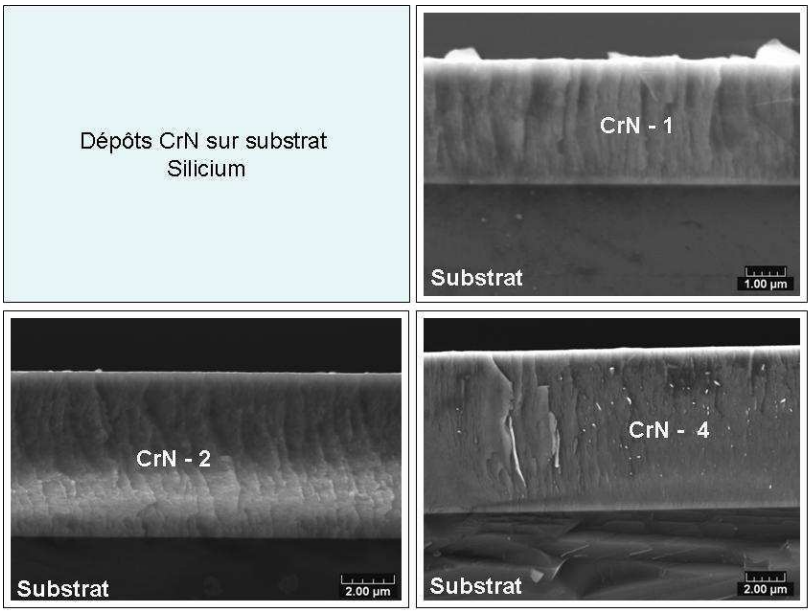


Figure III-3 : Faciès de ruptures obtenus par MEB des revêtements de CrN pour différentes épaisseurs

III.2.4. Nano indentation

La présence de la couche de contamination peut être en revanche observée lorsqu'on examine les courbes de nano indentation obtenues sur les différents films de CrN élaborés. La Figure III-4 présente l'évolution de la dureté mesurée en fonction de la profondeur de pénétration de

l'indenteur pour les deux dépôts CrN-1 et CrN-5. Lors de l'indentation, on constate la présence d'une fine couche plus dure à la surface des échantillons (premières dizaines de nanomètres). Cet effet a été observé sur chaque courbe d'indentation et sa présence ne dépend pas de l'épaisseur du revêtement. Si une dureté de 25 GPa est en bon accord avec les valeurs connues pour le CrN [17-20] la valeur plus élevée de la dureté (35 GPa) sur la couche superficielle du dépôt confirme bien la présence d'une phase plus dure.

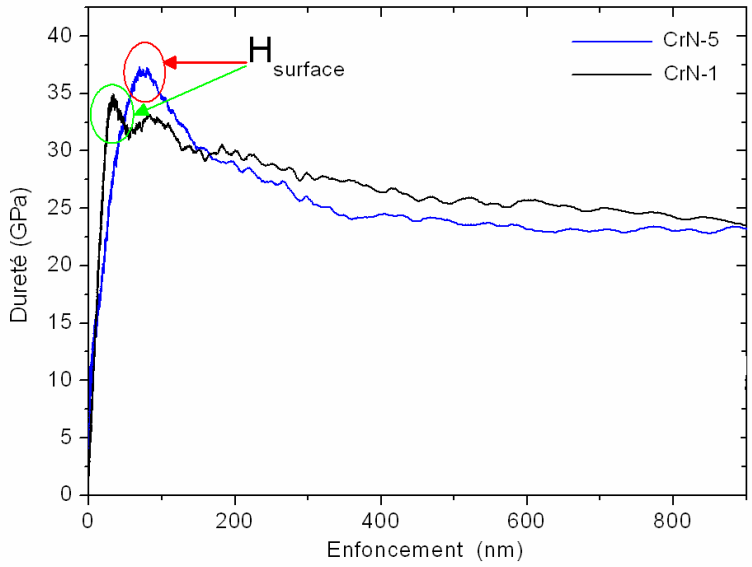


Figure III-4 : Evolution de la dureté en fonction de l'enfoncement de l'indenteur pour les revêtements CrN-1 et CrN-5.

La dureté mesurée de cette couche est en bon accord avec la dureté des films de Cr_2O_3 indiquée dans la littérature [73-74]. De plus, même si l'épaisseur réelle de la couche durcie est très difficile à estimer à partir de la courbe de dureté en fonction de l'enfoncement, l'ordre de grandeur de 100 nm indiquée par Chen [72] est en bon accord avec les résultats de nano-indentation présentés ici.

III.3. Contraintes internes dans le film

Comme il a été souligné dans le chapitre précédent, l'existence et le niveau de contraintes internes au sein des films élaborés sont de première importance pour leur tenue aux chocs. Cependant les méthodes traditionnelles de détermination de ces contraintes sont souvent peu/mal adaptées aux films minces et rarement localisées. C'est pourquoi, après une première

détermination du niveau des contraintes internes globale par méthode de Stoney [65] présentée dans le paragraphe suivant, nous avons cherché à mettre en œuvre une technique plus localisée, également applicable par la suite dans les zones sollicitées sous impacts.

III.3.1. Mesure des contraintes internes globales dans les films

Compte tenu de la mauvaise définition des spectres de diffraction RX obtenus sur nos films (cf figure III-2) et de la présence d'un pic du substrat superposé au pic principal du CrN, la détermination des contraintes internes au sein du film à partir des spectres de diffraction apparait assez hasardeuse. C'est pourquoi, afin d'évaluer le niveau de contraintes internes globales induites par le procédés d'élaboration, la méthode de Stoney, présentée dans le chapitre II, a été utilisée. La mesure des rayons de courbure de clinquants utilisés (Si pour les faibles épaisseurs et acier recuit pour les dépôts les plus épais) a permis d'obtenir les niveaux de contraintes pour les différents films qui sont résumés dans le Tableau III-2.

Tableau III-2 : Contraintes internes dans les films

Echantillons	Epaisseur [µm]	Contraintes Résiduelles [GPa]
CrN-1	2,7	1,7
CrN-2	6,5	3,1
CrN-3	7,8	3,6
CrN-4	8,6	3,75
CrN-5	15,5	2,5

On constate alors que le niveau moyen des contraintes internes augmente avec l'épaisseur du film déposé avant d'atteindre un palier vers 3,5 GPa. Ensuite, pour les films les plus épais, le niveau de contraintes internes semble redescendre.

III.3.2. Mesure des contraintes internes locales

Rares sont les méthodes expérimentales qui permettent de mesurer localement les contraintes internes dans les films minces. La plupart ne sont pas des méthodes spécifiques et possèdent toutes des limitations, La Figure III-5 situe les principales techniques en fonction de leur sensibilité aux déformations et de leur résolution spatiale.

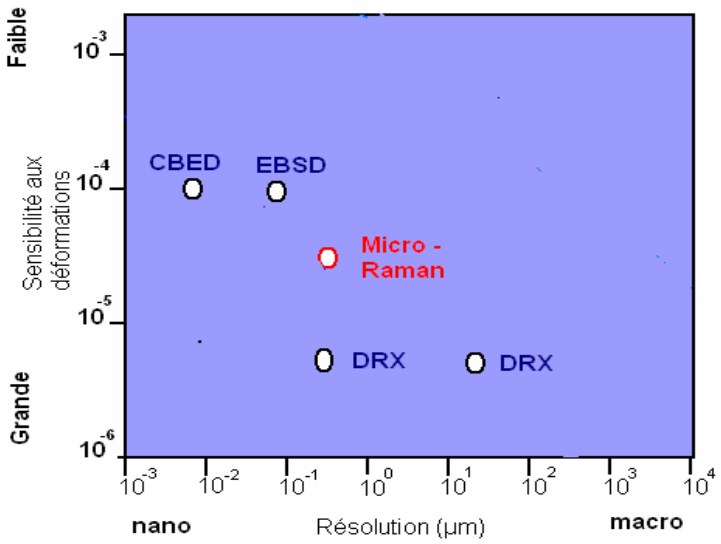


Figure III-5 : Les principales techniques de caractérisation de contraintes locales [75]

On peut d'abord citer la diffraction des Rayons X [76] qui n'est une technique applicable qu'aux produits bien cristallisés où les déformations sont déduites de la mesure des paramètres de maille du cristal. La technique de diffraction d'électron en faisceau convergent (CBED) [77], réalisée dans un Microscope Électronique en Transmission, bénéficie de la meilleure résolution spatiale (quelques nanomètres). Cette technique est cependant destructive et nécessite un important travail de modélisation dû aux relaxations de contrainte se produisant dans les échantillons amincis.

La technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) [78] utilise un Microscope Électronique à Balayage et permet d'observer des échantillons non amincis. La résolution spatiale est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres et la détermination des déformations est effectuée par l'analyse du cliché de diffraction. Cette technique nécessite un traitement d'image important.

La spectroscopie Raman est quant à elle une technique non destructive, très sensible aux déformations, qui possède une résolution spatiale submicronique (~ 0,5 µm).

De toutes ces techniques, la spectroscopie Raman nous a donc semblé être la technique la plus adéquate pour notre problème compte tenu de sa résolution et sa facilité de mise en œuvre. La spectroscopie Raman étant généralement plutôt une technique d'analyse connue des chimistes et géologues, nous allons brièvement rappeler son principe, sa mise en œuvre et ses principales limitations avant de voir comment elle peut être utilisée pour la détermination des contraintes internes.

III.3.2.1. Principe de la spectroscopie Raman

L'effet Raman a été découvert en 1928 par Chandrasekhara Venkata Raman lauréat du prix Nobel de physique en 1930. Cette technique étudie les transitions vibrationnelles des atomes d'un matériau à partir du processus de diffusion inélastique de la lumière [79]. L'analyse de ces transitions permet de déterminer la structure cristalline des matériaux même lorsqu'elle n'existe que sur une très courte distance. Elle peut permettre également de mettre en évidence l'existence de contraintes internes ou d'estimer la taille des cristallites présentes, cette technique est donc très complémentaire de la diffraction des Rayons X.

III.3.2.2. Principe

La spectroscopie Raman est un moyen rapide et non destructif d'obtenir des informations sur la structure d'un matériau. Elle repose sur l'effet Raman qui résulte de l'interaction entre les photons d'une source lumineuse incidente et les modes de vibration des molécules du matériau. Lorsque cette onde monochromatique de fréquence ν_0 arrive sur le matériau, elle donne naissance à deux types d'ondes diffusées (Figure III-6) :

- une onde diffusée élastiquement, c'est-à-dire à la même fréquence ν_0 que l'onde incidente. Cette diffusion appelée diffusion Rayleigh est de très loin la plus probable.
- des ondes diffusées inélastiquement qui sont :
- l'onde Stokes, de fréquence $\nu_0 - \nu_{vib}$. Ce décalage résulte du transfert d'énergie du photon incident vers la molécule.
- l'onde anti-Stokes, de fréquence $\nu_0 + \nu_{vib}$. Ce décalage résulte du transfert d'énergie inverse du précédent, dans le cas où le matériau était initialement dans un état excité. Ce dernier effet est de loin le plus minoritaire dans des conditions normales d'essais.

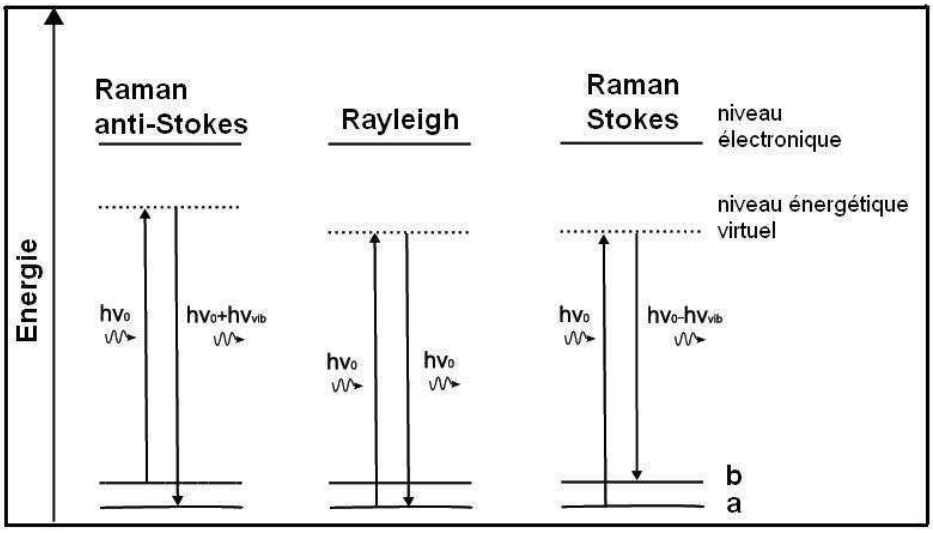


Figure III-6 : Représentation quantique des diffusions Rayleigh et Raman.

Sur un spectre Raman (Figure III-7) sera reporté en abscisse le déplacement Raman défini par ν_0/c avec c vitesse de la lumière (déplacement en cm^{-1}), obtenu en mesurant le décalage en fréquence par rapport à la fréquence laser excitatrice.

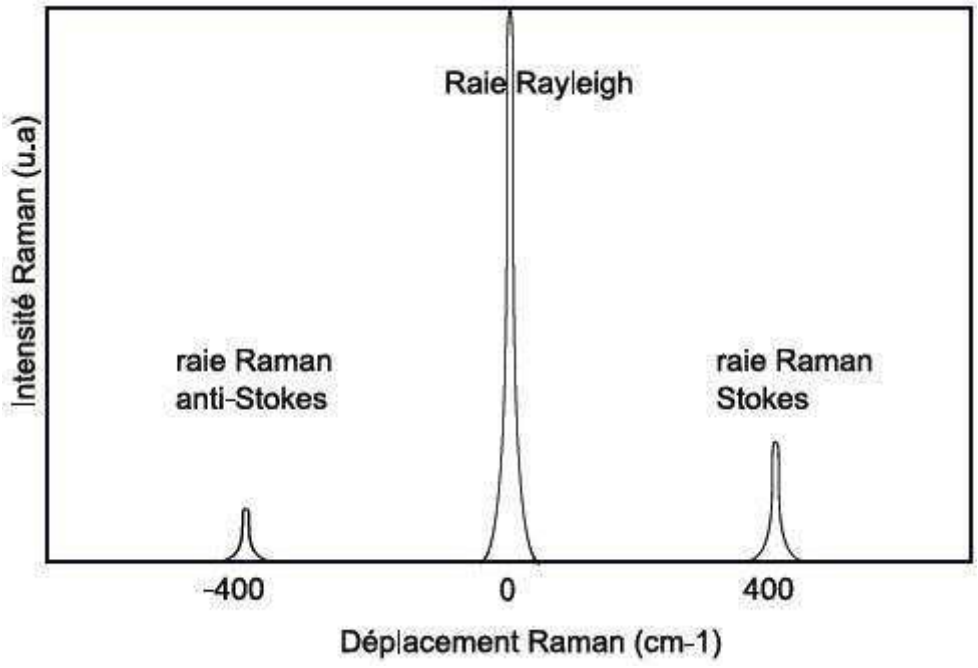


Figure III-7: Schéma d'un spectre Raman

Nous pouvons remarquer d'après la Figure III-7 que l'intensité de la raie Stokes est plus importante que celle de la raie anti-Stokes

Contrairement à la diffraction des Rayons X où la position et le décalage des raies peuvent théoriquement être mis en relation avec la description du réseau cristallin et l'application d'une contrainte via la loi de Hooke, le lien entre la variation de fréquence des photons

incidents/diffusés et le mode de vibration de la matière n'est pas direct et nécessite une détermination expérimentale de la position des raies et une calibration expérimentale de leur décalage en fonction des contraintes appliquées.

III.3.2.3. Dispositif expérimental

Un spectromètre Raman RENISHAW RM1000 équipé d'un microscope OLYMPUS (objectifs disponibles : x10, x50, x100) a été utilisé. Le laser utilisé est un laser Ar^+ ayant une puissance réglable de 14 mW à 30 mW (correspondant à 40% et 100% de la puissance nominale du laser) à 514,5 nm. La détection du signal se fait par une caméra CCD refroidie par effet Peltier après dispersion par un réseau à 1800 traits/mm. Permettant d'atteindre une précision de 0,5 cm^{-1}, ce type de spectromètre permet la détection des signaux Raman et de luminescence (cela peut poser des problèmes importants lorsque ces deux signaux sont détectés simultanément : l'intensité de la luminescence, beaucoup plus forte, est susceptible de cacher le signal Raman) en fonction des matériaux à étudier et des phénomènes que l'on souhaite mettre en évidence.
Le faisceau laser peut être focalisé sur un diamètre de 5 μm sur l'échantillon à l'aide d'un objectif x50. Les spectres sont enregistrés dans une fenêtre allant de 300 à 1000 cm^{-1}.

III.3.3. Application au CrN

Malheureusement les règles de sélection restrictives font que les cristaux de CrN de symétrie cubique n'ont pas de raies Raman actives, aucun spectre ne peut alors être observé sur un échantillon bien cristallisé. Dans le cas de films minces possédant de nombreux défauts de structure, les règles d'interdiction sont contournées et un spectre Raman peut être obtenu, malheureusement assez mal défini avec des raies peu intenses et très larges [80-82]. Dans notre cas, la présence d'une fine couche de Cr_2O_3 de contamination en surface, composé ayant un spectre Raman bien commun et intense, nous a conduit à tenter malgré tout d'utiliser la spectroscopie Raman pour déterminer l'état de contrainte interne dans nos films.
Cependant, nous devrons être prudents lors de cette analyse sur une couche a priori très fine car la puissance du laser doit être suffisamment faible pour ne pas induire un décalage thermique non contrôlé des nombres d'onde, l'élévation de température comme les contraintes décalant les modes de vibration [83].
Si le CrN a une structure cubique très symétrique limitant les possibilités d'effet Raman, le Cr_2O_3 a lui une structure rhomboédrique, de groupe d'espace $\boldsymbol{R\bar{3}c}$. La théorie des groupes [84] prévoit

sept modes de symétries (deux modes A_{1g} et cinq E_g) actifs en Raman. Des études antérieures [84-87] ont montré que seul cinq modes sont réellement observés à température ambiante: quatre modes Eg ont pour nombre d'onde 296, 350, 528 et 615 cm^{-1} et un mode A_{1g} à 554 cm^{-1}, qui correspond à la raie la plus intense. La Figure III-8 représente un spectre Raman enregistré à température ambiante sur la surface d'un film de Cr_2O_3, où les pics sont indexés par leurs modes de vibration.

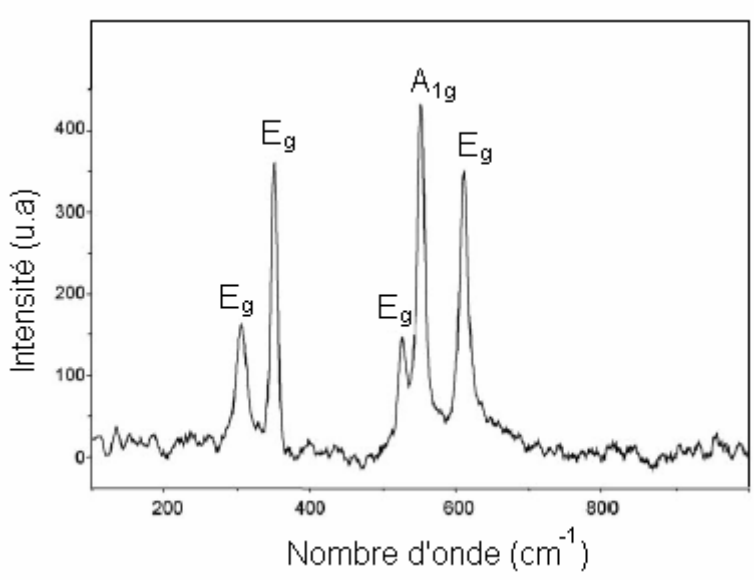


Figure III-8: Spectre Raman de Cr_2O_3 [84]

L'intensité importante du pic A_{1g} a conduit plusieurs auteurs à l'utiliser pour mesurer les contraintes dans le film et à établir une relation entre sa position exacte $\nu_1(A_{1g})$ sur le spectre et les contraintes appliquées sur le matériau.

III.3.3.1. Détermination de la loi d'extensomètre pour le Cr_2O_3 [88]

Comme nous venons de l'évoquer, une contrainte $\Delta\sigma$ appliquée à l'échelle macroscopique va se répercuter à l'échelle moléculaire ou atomique par une déformation $\Delta\varepsilon$ (%) des liaisons chimiques et une modification des fréquences de vibration du réseau cristallin. Il en résulte un déplacement direct du nombre d'ondes ν (cm^{-1}) caractéristique des modes de vibration.

Ainsi, un mode Raman de nombre d'onde ν_i d'un composé soumis à un allongement $\Delta\varepsilon$ ou à une contrainte $\Delta\sigma$ subira un décalage suivant la loi suivante :

$$\Delta\nu = S \times \Delta\varepsilon = S \times \frac{\Delta\sigma}{E} \qquad \text{(III-2)}$$

Où S est un coefficient généralement négatif (ν baisse lorsque le cristal est sollicité en tension et augmente en compression) dont la valeur est fonction des caractéristiques de la liaison considérée.

Pour déterminer expérimentalement le coefficient constant ($\frac{s}{E}$), un étalonnage de l'influence de la pression appliqué sur le décalage des pics Raman est donc nécessaire. Birnie et al [84,87] ont étalonné ce décalage pour le mode $A_g(\nu_1)$ du monocristal et de la poudre microcristalline de Cr_2O_3 en appliquant une pression hydrostatique avec la technique de la cellule à enclume de diamant. La position de la raie Raman se décale vers les plus grands nombres d'onde avec la pression. De plus, au-dessus de 1 Kbar, une relation linéaire entre le décalage Raman et la pression hydrostatique appliquée a été observée à la fois pour le monocristal et pour la poudre microcristalline avec un coefficient de pression de 2,8 kbar/cm^{-1} ± 0,8 cm^{-1}.

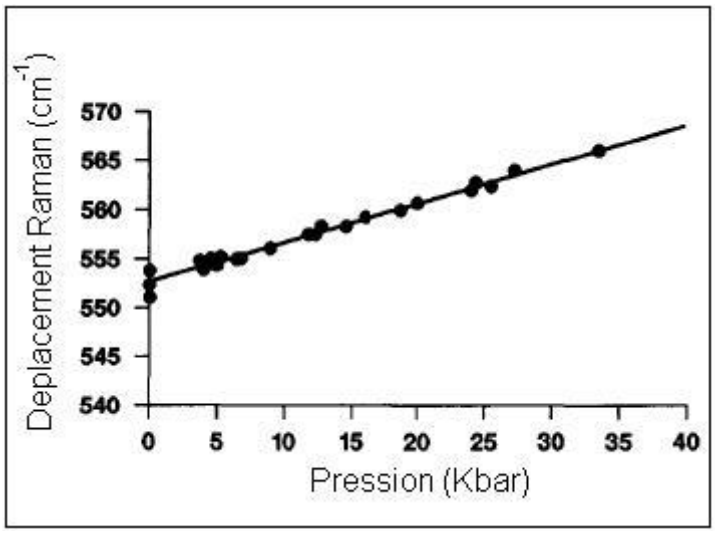


Figure III-9 : Evolution de la position de la raie Raman en fonction de la pression hydrostatique appliquée [84]

Cette relation permet donc, à partir d'un état de référence bien connu, de déterminer l'état de contraintes isotropes homogènes dans un matériau à base de Cr_2O_3.

Pour pouvoir appliquer cette méthode sur nos films minces, il nous faut donc désormais valider la présence de Cr_2O_3 en extrême surface (et surtout la possibilité de la détecter dans les conditions d'analyse), déterminer un état de référence et estimer les possibles contraintes internes.

III.3.3.2. Influence de la puissance du laser sur la position des pics

Dans une premier étape, la spectroscopie Raman a donc été utilisée pour confirmer ou pas la présence de la couche de contamination de Cr_2O_3 sur les dépôts de CrN. La Figure III-10 présente le spectre Raman obtenu sur le dépôt CrN-2.

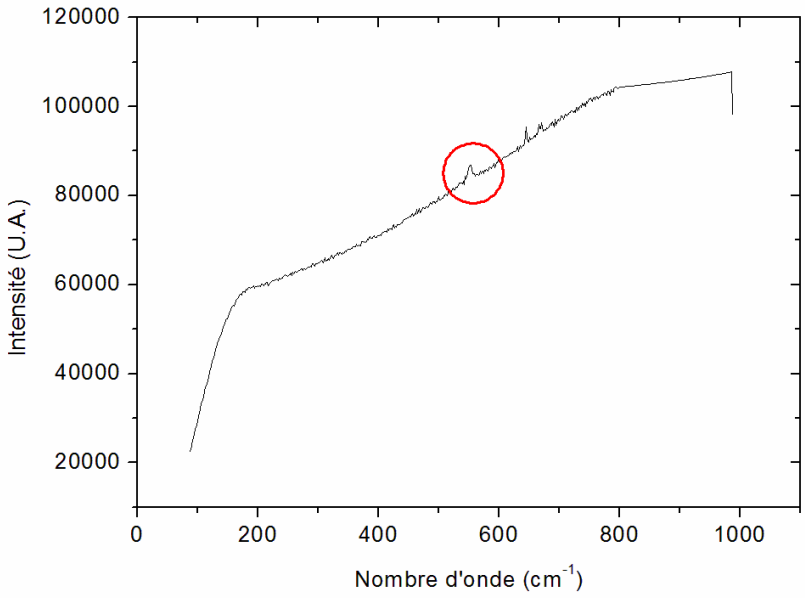


Figure III-10 : Spectre Raman non traité de CrN-1 [150-1500] cm^{-1}

Comme la puissance du laser (12 mW) utilisée dans cette première analyse est limitée, l'intensité du spectre Raman obtenu est très faible. Néanmoins après un traitement du spectre et application d'un modèle Lorentzien, on observe une raie Raman aux environs de 551 cm^{-1} (Figure III-11) qui met clairement en évidence la présence de Cr_2O_3. En effet, les autres composés à base de Cr-O ne présentent pas de raies caractéristiques dans cette gamme de valeur. En particulier, les hydroxydes de chrome sont connus pour donner des raies bien définies entre 480-490 cm^{-1} [89]. Cette raie à 551 cm^{-1} a donc été attribuée au mode de vibration A_{1g} de Cr_2O_3 [85,90], en accord avec les résultats antérieurs de Birnie [84] à 552 cm^{-1}, Calvarin [87] à 553,7 cm^{-1} et Mougin [86] à 549 cm^{-1}. Toutefois, l'utilisation d'une faible puissance de laser combinée un important bruit de fond ne permet pas de mettre en évidence les autres raies.

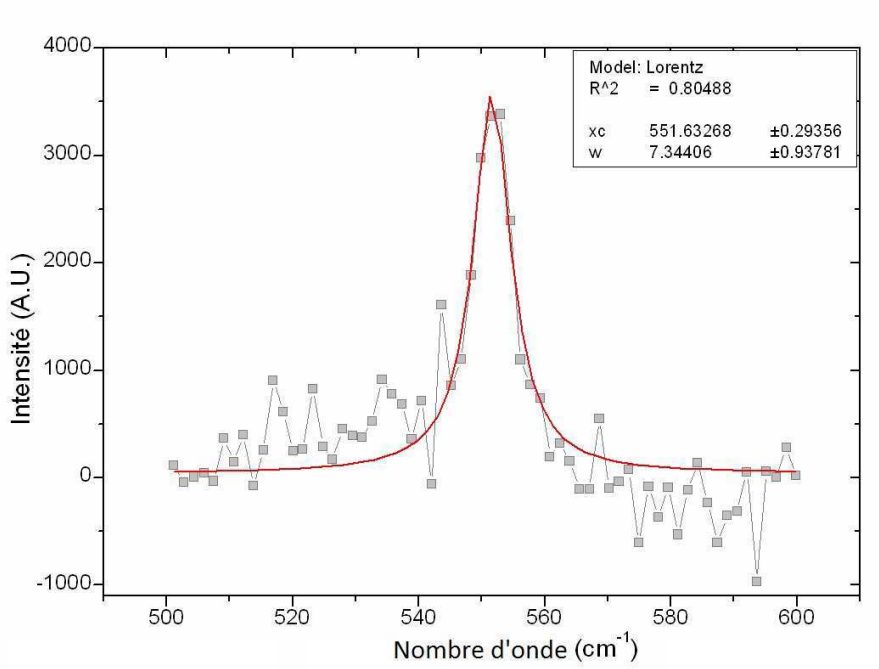


Figure III-11 : Fit Lorentzien de la raie A_{1g} après soustraction de la ligne de base.

Dans de telles conditions expérimentales, la position de la raie principale est particulièrement difficile à localiser avec une grande précision.

Afin d'obtenir des spectres Raman avec une meilleure définition des raies, la puissance du laser incident a été augmentée jusqu'à 30 mW. Cette augmentation de puissance doit être réalisée avec soin afin d'éviter les éventuels effets thermiques et l'apparition de dégradations thermiques irréversibles qui peuvent être induites par l'utilisation des faisceaux laser focalisés à haute puissance [91]. Pour cela une étude de l'influence de la puissance laser sur les spectres Raman a été réalisée. Tous les spectres présentés dans la Figure III-12 ont été obtenus à la même position sur la surface d'un même échantillon, en utilisant des temps de repos de 5 minutes entre chaque mesure, pour laisser l'échantillon se refroidir et éviter les effets thermiques.

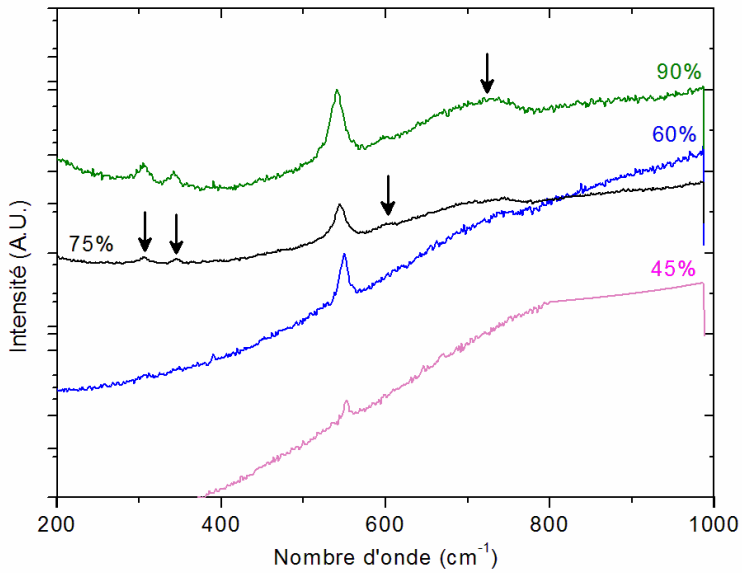


Figure III-12: spectre Raman de CrN-1 obtenu sous différentes puissances laser

Un refroidissement correct et l'absence de toute dégradation irréversible ont été régulièrement contrôlés par l'enregistrement du spectre Raman de la zone irradiée en utilisant la puissance du laser la plus basse et en le comparant avec le premier spectre Raman obtenu au début de l'expérience. De la Figure III-12 on peut voir clairement que l'utilisation d'un Laser avec une forte puissance (90%) permet une meilleure définition du spectre Raman.

Non seulement la raie principale à 551 cm^{-1} devient plus intense, mais d'autres raies apparaissent et semblent correspondre aux 4 modes de vibration E_g prévus par la littérature. On a deux raies aux environs de 600 cm^{-1} et 530 cm^{-1} (très faible dans notre cas), les deux autres à 340 cm^{-1} et 300 cm^{-1} de Cr_2O_3 [85]. La présence de tous ces pics confirme donc la structure d'oxyde Cr_2O_3 dans la couche superficielle du film CrN.

Une étude approfondie et précise de la position des raie a été réalisée en utilisant la procédure de simulation du pic principal par un modèle Lorentzien. Elle révèle que sa position est légèrement décalée en fonction de la puissance du laser. La Figure III-13 présente l'évolution de la position du pic principal pour différentes puissances allant de 12 à 30 mW correspondant à 100% de puissance.

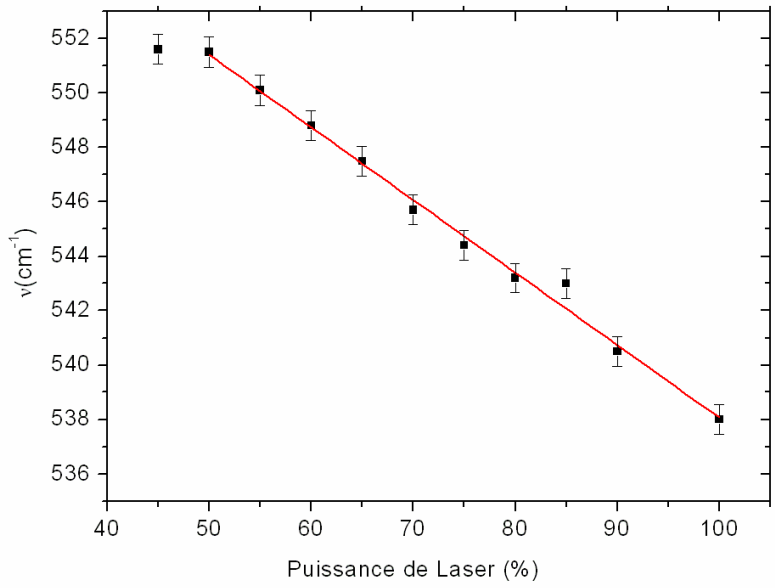


Figure III-13 : Evolution de la position de la raie A_{1g} en fonction de la puissance Laser.

Elle montre que pour des puissances laser supérieures à 16 mW (55%) on a une variation linéaire de la position de pic principal en fonction de la puissance du laser incident. Cette valeur de puissance correspond alors à une irradiation d'environ 5 GW/m^2 compatible avec les 6 GW/m^2 indiqués par Mougin comme limite à ne pas dépasser pour éviter tout effet thermique. Ces résultats sont également en accord avec la variation du nombre d'onde en fonction de la température de l'échantillon présenté par Siab et al [73] et semblent confirmer l'apparition d'un effet thermique sur des échantillons irradiés par un laser avec une puissance maximale. Selon Siab [73], une température de quelques centaines de degrés Celsius pourrait être atteinte localement. Comme aucune mesure de température n'est disponible pour nos revêtements qui sont très différents de la couche d'oxyde thermique analysée par Siab, cette évaluation directe de la température de la surface irradiée au cours de nos expériences Raman est sujette à caution. Des mesures Raman in situ sur nos dépôts PVD chauffés devraient être effectuées pour confirmer l'effet de la température sur le décalage des pics. En outre, même si la température augmente, la possibilité de re-obtenir un spectre à une faible puissance du laser similaire à la puissance initiale, même après une irradiation de 30 mW, indique que l'effet thermique est entièrement réversible et n'induit pas de changement irréversible de la microstructure ou du champ de contraintes dans le film.

Malheureusement cet effet thermique ne nous permet pas d'avoir un spectre Raman de bonne qualité avec une raie principale intense dont la position pourrait être déterminée, sans doute

possible quant à la présence d'effet thermique. Une estimation directe de la valeur absolue des contraintes internes dans la couche superficielle des films déposés n'est donc pas possible dans les conditions expérimentales particulières utilisées. En revanche, ces spectres pourront par la suite servir de référence pour un suivi relatif en cours de sollicitation sous impact.

III.4. Identification des mécanismes d'endommagement par flambement du dépôt sous impact :

Dans le cadre de sa thèse, F. Ledrappier [2] a constaté sous certaines conditions expérimentales d'impact un mécanisme d'endommagement par flambement assez original. En effet ce phénomène de cloquage a alors été observé sur des dépôts à base de chrome et sur un dépôt de DLC après 10^5 impacts à 250 N.

Dans une volonté d'approfondir cette étude et obtenir une meilleure compréhension de ce phénomène, des essais d'impacts ont été réalisés sur des dépôts de CrN élaborés sur des aciers M2 non traités. Pour cela, une bille en 100Cr6 de 20 mm de diamètre a été utilisée comme indenteur et les paramètres de l'impact ont été choisis afin d'assurer une énergie cinétique incidente de 0,8 mJ.

Lors de ces essais, un certain nombre de cloques semble apparaître dans l'empreinte d'impacts avec des formes (Figure III-14a) et dimensions différentes (Figure III-14b).

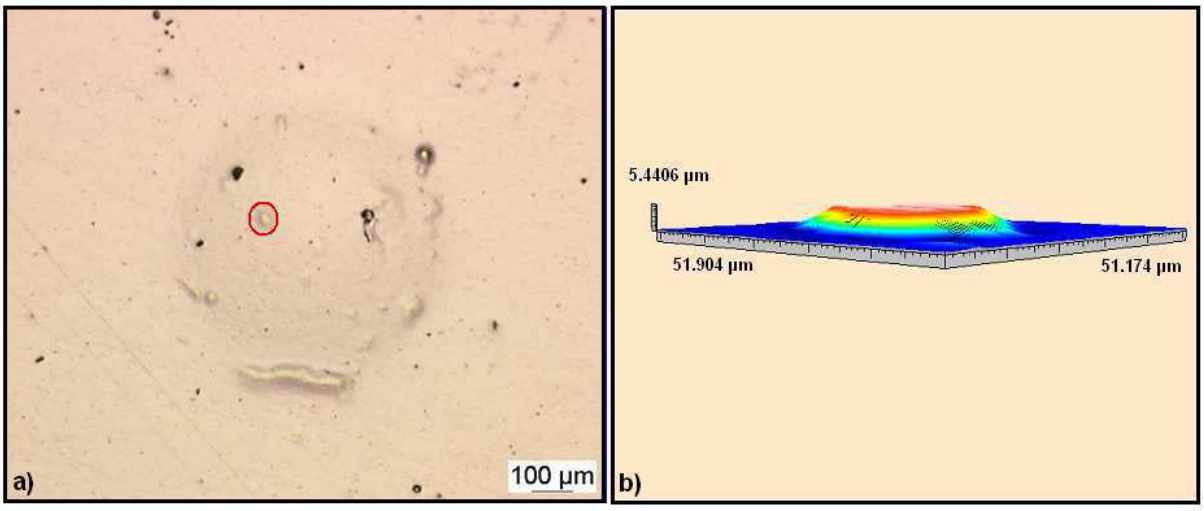


Figure III-14 : cloque observée sur une empreinte sur CrN : a) microscopie optique, b) profilométrie optique

Différents modèles ont été proposés pour appréhender ce phénomène de cloquage [32,43]. Ces cloques sont formées par un décollement local du dépôt et un flambement sous l'action combinée des contraintes résiduelles en compression et de la compression cyclique sous la charge de la bille. En raison des contraintes de compression appliquées, l'instabilité mécanique est en effet probable.

L'équation (III-3) proposée dans les travaux de Hutchinson et Evans [92-93] permet de déterminer la valeur critique de la contrainte de flambement dans le cas le plus simple pour lequel le substrat ne subit aucune déformation.

$$\sigma_c = \frac{1{,}22 \cdot E_d}{1 - \nu_d^2} \cdot \left(\frac{e}{R}\right)^2 \qquad \text{(III-3)}$$

Où e est l'épaisseur de dépôt, E_d et ν_d respectivement le module de Young et le coefficient de poisson de film et R le rayon de la zone présentant un défaut d'adhérence.

Dans le cas de nos dépôts CrN-1, en considérant une zone de mauvaise adhérence visible d'environ 25 µm de rayon, la contrainte de compression critique pouvant provoquer le flambement du dépôt est de l'ordre de 4,6 GPa. Cette valeur semble être élevée si on la compare aux contraintes résiduelles dans le film qui sont de l'ordre de 1,7 GPa.

Il apparaît donc que cette formule simple ne permet pas à elle seule de comprendre le phénomène de cloquage des films et que d'autres éléments doivent sans doute être pris en compte pour expliquer comment on atteint cette valeur de contraintes de compression pour faire cloquer le film ou ce qui permet de la diminuer, de telle sorte que le cloquage se produit pour des contraintes de compression inférieures.

Afin de mieux comprendre les conditions de formation des cloques observées et pouvoir contrôler leur apparition, nous avons fait le choix d'étudier dans un premier temps l'influence des conditions d'impacts sur le cloquage éventuel des films puis de nous intéresser plus particulièrement à l'effet d'un des paramètres qui apparaît dans l'expression de la contrainte critique, à savoir l'épaisseur, et enfin d'analyser d'éventuelles relaxations de contraintes induites par ce phénomène. Nous nous poserons aussi la question de l'influence de la nature du film ainsi que la plasticité du substrat.

III.4.1. Influence du nombre et de l'énergie d'impact

Nous avons donc choisi dans un premier temps d'étudier l'effet des conditions d'impact sur le cloquage éventuel des films les plus minces CrN-1. Les micrographies de la Figure III-15

montrent clairement que le cloquage du dépôt peut survenir dès les tous premiers impacts, même pour des niveaux d'énergie d'impact très faibles (Ec = 0,61 mJ). De plus, les premières cloques observées sont situées au centre de l'impact. On peut voir également que les différentes cloques observées présentent des diamètres très similaires, sans doute liés à des conditions mécaniques de flambement uniformes dans le contact. De plus, on constate que la taille des cloques formées dès les premiers impacts n'évolue pas de façon visible sauf coalescence éventuelle. En revanche on semble observer une augmentation progressive du nombre de cloques en fonction du nombre d'impacts. Ceci va dans le sens d'une condition critique de cloquage qui serait atteinte localement progressivement en fonction du nombre d'impacts.

Lorsque les impacts sont réalisés à plus grande énergie incidente (3,26 mJ), des cloques apparaissent également très tôt mais sont également rapidement accompagnées de phénomènes d'écaillage, principalement en périphérie de l'empreinte. Compte tenu de ces observations on peut alors penser que cet écaillage n'est pas classiquement issu de la rupture par fatigue de cloques existantes qui amènerait à la formation d'écailles rondes mais plutôt lié à la rupture catastrophique de l'interface dépôt/substrat le long d'une ligne de plus forte sollicitation avant propagation de la fissure au sein du film.

Ces différents résultats montrent clairement que si les conditions de cloquage des films ne sont pas réunies lors de l'élaboration des films (pas de cloquage spontané), elles peuvent rapidement être atteintes même après seulement quelques impacts à très faible énergie. En revanche les cloques formées apparaissent stables, les conditions de propagation progressive de la rupture interfaciale n'étant a priori pas réunies. Compte tenu de ce résultat, la majorité des essais qui seront effectués par la suite, le seront à faible énergie d'impact (Ec = 0,6-0,8 mJ) afin de permettre une meilleure observation des cloques sans risquer un écaillage brutal du film.

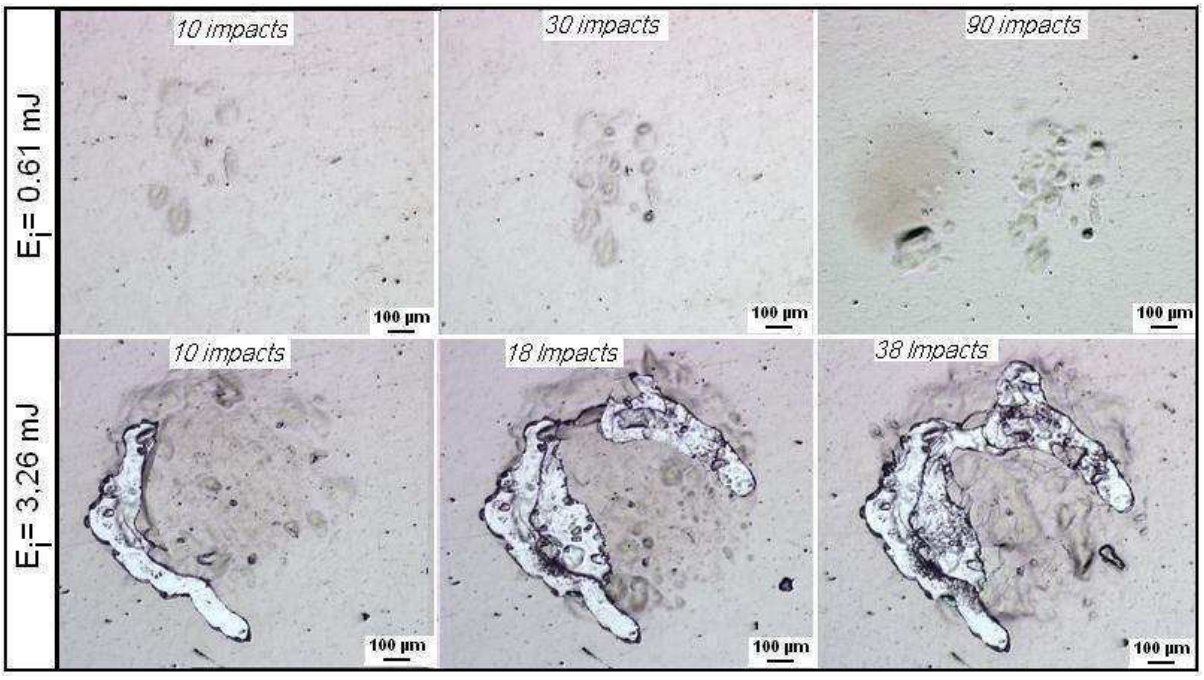


Figure III-15 : Evolution du phénomène de cloquage observé sur un film de CrN-1 (substrat M2 non traité) en fonction nombre et de l'énergie d'impact.

III.5. Influence de l'épaisseur des films et relaxation de contraintes

III.5.1. Epaisseur de films entre 1 à 8 µm

La Figure III-16 présente les observations expérimentales réalisées sur des films CrN ayant des épaisseurs allant de 2 à 8 µm. Les micrographies montrent clairement que la formation de cloques peut avoir lieu même pour un faible nombre d'impacts pour les plus minces. En revanche, plus l'épaisseur des films augmente, plus le nombre d'impacts nécessaires au cloquage augmente.

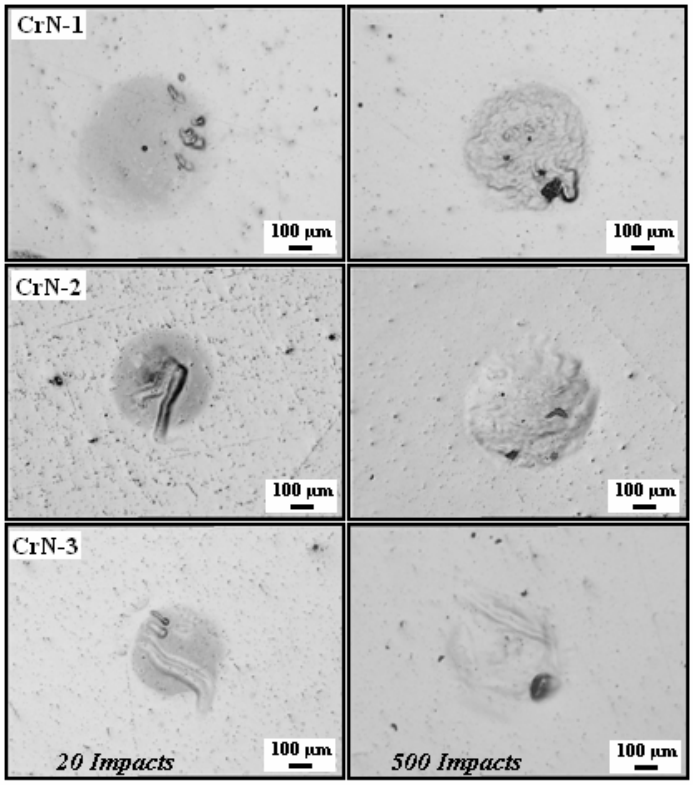


Figure III-16 : phénomène de cloquage dans les films minces CrN (<8µm) en fonction du nombre d'impacts

Ceci est tout à fait en accord avec les enseignements de la formule (III-3). Cependant, comme indiqué dans le tableau III-2, la modification de l'épaisseur des films s'accompagne également d'une augmentation du niveau de leurs contraintes internes. Il est donc difficile de conclure directement et l'effet des contraintes doit donc être examiné plus précisément.

Pour cela, des spectres Raman ont été effectués sur le CrN-1 au sommet des cloques observées, dans la partie la plus plate où un état de contraintes biaxial peut être raisonnablement suspecté. La Figure III-17 présente la comparaison des spectres obtenus en dehors de la zone d'impact (Figure III-17a) et sur une cloque formée dans la zone d'impact (Figure III-17b). Comme indiqué précédemment, les spectres enregistrés à l'aide d'un laser à faible puissance ne permettent pas de faire apparaître toutes les raies Raman pour procéder à une analyse approfondie des spectres et une comparaison pertinente. Par conséquent, les spectres ont été réalisés avec une puissance élevée de l'ordre de 27 mW (90%), avec la présence attendue d'un effet thermique à considérer.

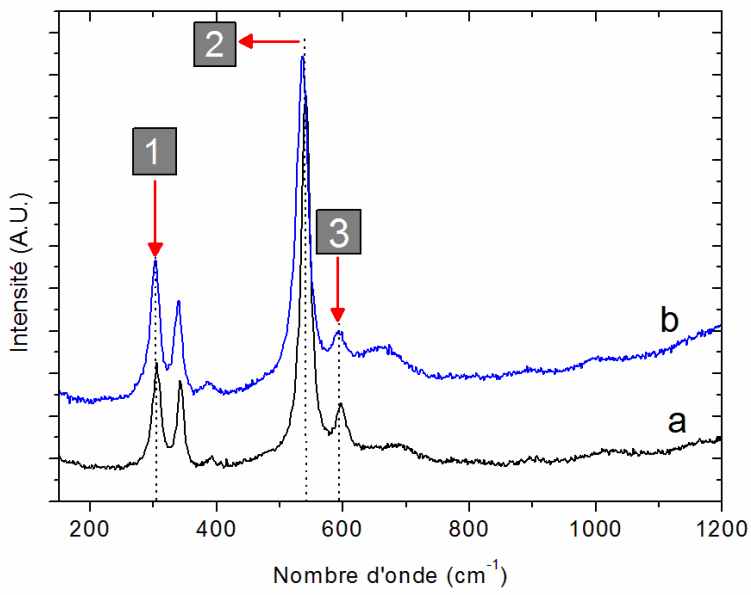


Figure III-17: Spectre Raman obtenu sur un dépôt CrN-1 : a) hors zone d'impact, b) sur la cloque

La présence des raies E_{1g} à (305 et 600 cm^{-1}) et A_{1g} à 540 cm^{-1} révèle clairement la formation de chrome Cr_2O_3 dans la couche superficielle comme il a été déjà observé (Figure III-12). La forme des raies inchangée indique qu'aucun changement structurel (notamment la taille des cristallites) n'a eu lieu. Toutefois, la position de tous les pics semble être déplacée vers les basses longueurs d'onde lors du cloquage du film. Cependant, en raison de l'effet thermique et la relaxation des contraintes, la position de la raie Raman doit être examinée soigneusement.

La Figure III-18 présente l'évolution de la position du pic principal A_{1g} en fonction de la puissance du laser sur une cloque (Figure III-18b) par rapport à une zone hors impact (Figure III-18a). Elle montre clairement que les deux courbes suivent la même évolution en fonction de l'effet thermique. Toutefois, un décalage constant, indépendant de la puissance du laser peut être observé entre les deux séries de mesures.

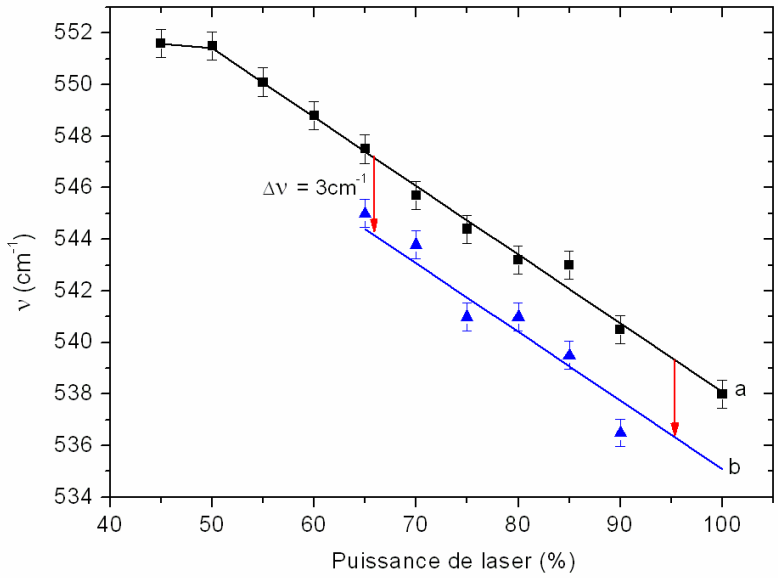


Figure III-18 : Evolution de la position du mode A_{1g} en fonction de la puissance du laser : a) hors zone d'impact, b) sur une cloque.

Le Tableau III-1 montre très bien ce décalage de pics entre le spectre obtenu sur la cloque et celui obtenu hors zone d'impact.

Tableau III-3 : position des raies Raman hors zone d'impact et cloque.

	Pic **1**	Pic **2**	Pic **3**
Hors zone	305,4	542,1	601,7
Cloque	303,5	538,6	596,3
Δν	-1,9	-3,5	-5,4

L'effet thermique étant déjà pris en compte, ce décalage de raies peut être attribué à une modification de l'état de contraintes internes dans le film. En effet le déplacement du nombre d'onde entre les raies des spectres obtenus sur une zone non impactée et des raies des spectres obtenus sur les cloques nous permet d'évaluer les contraintes internes en utilisant la loi de dépendance de pression établi par Mougin [86] avec une cellule à enclume de diamant :

$$K = \frac{1}{\nu_0}\frac{\Delta\nu}{\Delta P} = 5{,}91\times10^{-3}\,(\mathrm{GPa}^{-1}) \Rightarrow \Delta \boldsymbol{P} = \frac{1}{\boldsymbol{\nu}_0}\frac{\Delta\boldsymbol{\nu}}{5{,}91\times10^{-3}}\ (\mathrm{GPa}) \qquad \text{(III-4)}$$

Plusieurs auteurs ont utilisé cette valeur K pour déterminer les variations de contraintes dans les films d'oxyde [85,71,94]. Toutefois, si ils ont discuté la différence qui existe entre le champ de pression hydrostatique appliquée par Mougin et la présence d'un champ de contraintes bi-axiales dans le cas de films d'oxydation, ils n'ont pas considéré l'aspect mécanique de ce changement et, en l'absence de valeurs plus adaptées, ils ont exprimé directement la variation de contraintes par la formule :

$$\Delta \boldsymbol{P}_{hyd} = \Delta\boldsymbol{\sigma} = \Delta\boldsymbol{\nu} \times 0{,}28 \pm 0{,}8 \qquad \text{(III-5)}$$

Avec $\Delta\nu$ en cm^{-1} et $\Delta\sigma$ en GPa [85].

Cependant, considérant que l'état des contraintes résiduelles dans les films minces est souvent assumé comme un état de compression Equi-biaxiale, ceci donne :

$$\left(\overline{\overline{\boldsymbol{\sigma}_{film}}}\right) = \begin{bmatrix} -\boldsymbol{\sigma} & 0 & 0 \\ 0 & -\boldsymbol{\sigma} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}_{(\vec{x},\vec{y},\vec{z})} \Rightarrow \boldsymbol{p}_{hyd} = -\frac{1}{3}\boldsymbol{tr}\left(\overline{\overline{\boldsymbol{\sigma}_{film}}}\right) = \frac{2}{3}\boldsymbol{\sigma} \qquad \text{(III-6)}$$

Par conséquent, si on suppose que la pression hydrostatique est la seule composante du tenseur des contraintes qui induit le déplacement des raies Raman (comme indiqué généralement), la contrainte résiduelle dans le film peut être estimée en utilisant les résultats de Mougin et al [86] mais multipliée par un facteur 3/2 comparé à [85], [94].

Le Tableau III-1 présente les résultats de cette analyse de contraintes pour les films de CrN-1 et CrN-2. Chaque position de la raie considérée pour cette analyse représente la position moyenne obtenue à partir d'au moins 5 mesures.

Tableau III-4 : Estimation de la relaxation de contraintes dans le film après son cloquage

		K=5,9.10^{-12} (Pa^{-1}) [86]		D'après [84]	
	$\Delta\nu$ (cm^{-1})	ΔP_{hyd} (GPa)	$\Delta\sigma$ (GPa)	ΔP_{hyd} (GPa)	$\Delta\sigma$ (GPa)
CrN-1	-3,5	-1,1	+1,6	-1	+1,5
CrN-2	-5	-1,5	+2,2	-1,4	+2,1

A partir de ces résultats, une relaxation de contraintes d'environ $\Delta\sigma$ = + 1,5 GPa peut être estimée pour la cloque de CrN-1 et de $\Delta\sigma$ = +2,2 GPa pour le CrN-2. Même si ces mesures sont effectuées sur la couche de contamination, on peut faire l'hypothèse en première approximation que cette détente est représentative de ce qui se passe dans le film. En outre, cette valeur estimée est en bon accord avec la contrainte moyenne de compression dans le film, tel que déterminée

selon la méthode de Stoney $\sigma_r = 1{,}7GPa$. Elle semble plus éloignée dans le cas des films plus épais pour lesquels les cloques observées sont également moins rondes et donc l'hypothèse d'état de contraintes equi-biaxial plus discutable.

Ces résultats, bien que sans doute à affiner, semblent cependant indiquer qu'une modification de contraintes a lieu tendant à relâcher les contraintes de compression au sein du film et le niveau de relaxation est de l'ordre des contraintes initiales. Ceci ne semble pas aller dans le sens d'une augmentation du niveau des contraintes internes induite par les impacts répétés préalables au cloquage, augmentation que l'on devrait retrouver dans la variation de fréquence Raman.

III.5.2. Films de 8,5 µm et plus

D'autres séries d'impacts ont été réalisées à une énergie de 0,8 mJ, sur des échantillons de CrN avec des épaisseurs allant de 9 à 16 µm. On constate alors que le cloquage de ces films est beaucoup plus difficile voire impossible. La Figure III-19 montre clairement que pour différents nombres d'impacts sur les deux dépôts CrN-4 et CrN-5, le mécanisme d'endommagement observé est plutôt de l'usure.

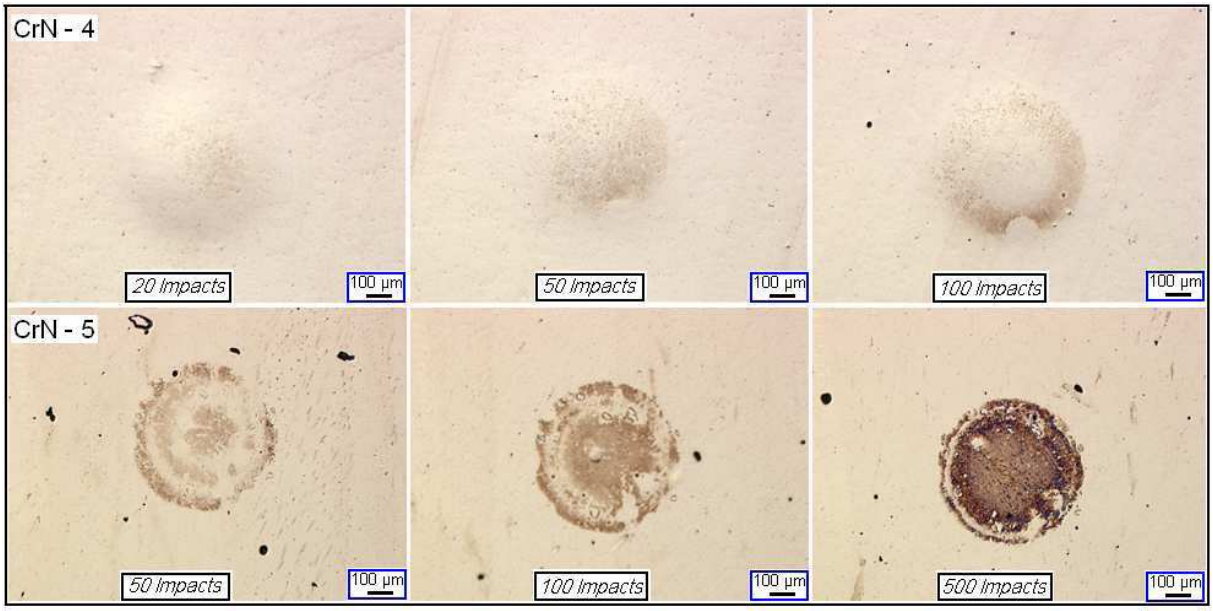


Figure III-19 : Mécanismes d'endommagement observés sur les dépôts CrN-4 et CrN-5 en fonction de nombre d'impacts

Une analyse par spectroscopie Raman a été effectuée sur le film le plus épais CrN-5 (15,5µm) où aucun phénomène de cloquage n'apparaît même après une énergie ou un nombre d'impacts élevé

comme observé sur la Figure III-19. Dans ce cas, la spectroscopie Raman a été utilisée pour observer les éventuelles relaxations de contraintes ou modifications de structure dues à l'usure de la zone impactée par rapport à la zone non testée.

La Figure III-20 montre l'évolution des spectres Raman obtenus sur l'échantillon CrN-5. En comparant le spectre obtenu sur une zone non impactée (Figure III-20a) et le spectre obtenu sur une empreinte de l'impact (Figure III-20b), il apparaît clairement qu'il n'y a aucun décalage notable dans la position des pics pour les deux spectres (les deux sont obtenus avec la même puissance du laser, c'est à dire même effet thermique).

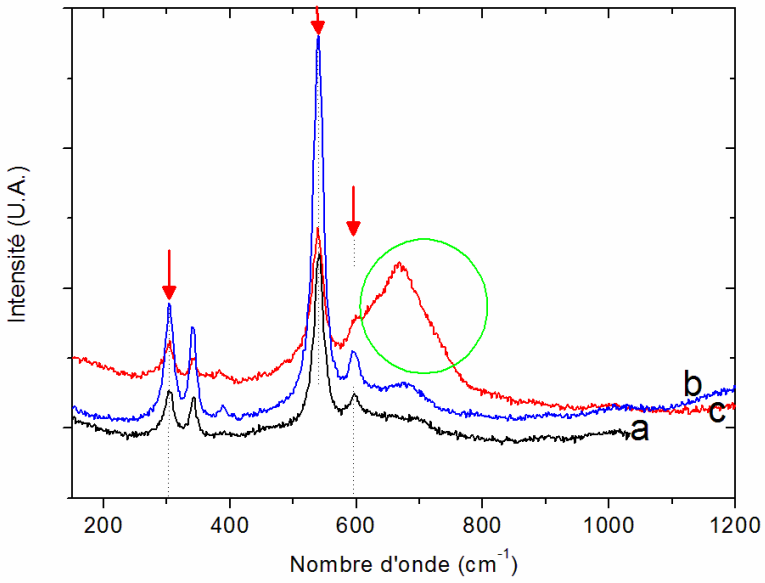


Figure III-20 : Spectres Raman obtenus : a) zone impactée, b) hors zone d'impact, c) zone écaillée

En effet, toutes les raies ont ici la même fréquence, indiquant qu'aucune modification de contrainte n'a eu lieu. Toutefois, le spectre obtenu sur une zone endommagée de la zone impactée (Figure III-20c) présente une raie plus large à 700 cm^{-1} ce qui indique que des changements de microstructure ont été induits dans la couche analysée. Dans ce cas, la création de défauts et la diminution de la taille des grains, qui sont habituellement les conséquences directes de l'endommagement par usure, sont susceptibles d'être les responsables de cet effet d'élargissement des raies. En outre, l'intensité du pic de 650-700 cm^{-1} de CrN devient prépondérante et révèle très probablement la présence de CrN ou de CrON en extrême surface de la couche analysée [71,90].

III.5.3. Synthèse de l'effet de l'épaisseur et des contraintes résiduelles

En résumé, on constate que pour des faibles épaisseurs du film (1 µm ≤ e ≤ 3 µm), le cloquage se produit même pour un faible nombre d'impacts. Ensuite, plus l'épaisseur des films augmente (3,5 µm ≤ e ≤ 8,5 µm), plus la formation de cloques devient difficile à obtenir malgré des contraintes internes de compression plus élevées issues de l'élaboration et nécessite un nombre d'impacts beaucoup plus élevé. À partir d'une certaine valeur critique d'épaisseur (~8,5 µm), aucune cloque ne sera observée. Les films ont alors tendance s'endommager par des mécanismes classiques abrasifs. Cette épaisseur critique apparaît liée à la contrainte critique de flambement qui peut être atteinte par la combinaison de la contrainte de compression dans les films et la taille du défaut d'interface. Il faut cependant remarquer que l'application directe de la formule (III-5) à partir des dimensions observées des cloques amène à la détermination de contraintes de cloquage plus élevées que celles présentes initialement dans les films et mesurées par la méthode de Stoney ou évaluées après relaxation par spectroscopie Raman. Ce résultat a également été souligné par Kemdehoundja [85] sur les films de Cr_2O_3 formés par oxydation sur acier au chrome. On peut également remarquer que, dans le cas de nos cloques, la hauteur des cloques mesurées par profilométrie 3D n'est pas liée au diamètre observé selon la formule géométrique établie par Kemdehoundja et al [85]. Ces auteurs expliquent cette apparente anomalie par une sous estimation du diamètre des cloques. Des cartographies Raman réalisées sur leurs échantillons cloqués semblent en effet indiquer que le diamètre de la zone de mauvaise adhérence (relaxation partielle des contraintes) est plus grand que celui établi par profilométrie. De telles cartographies n'ont pas pu être réalisées dans notre cas mais une telle sous estimation est également probable dans notre cas et permettrait alors de corréler directement l'épaisseur des films, les contraintes présentes dans les films et relaxées par cloquage et les dimensions des cloques.

D'après les résultats précédents, les différents mécanismes d'endommagement peuvent alors être reportés sur une carte qui met en évidence l'influence de l'épaisseur du film sur ces mécanismes (Figure III-21).

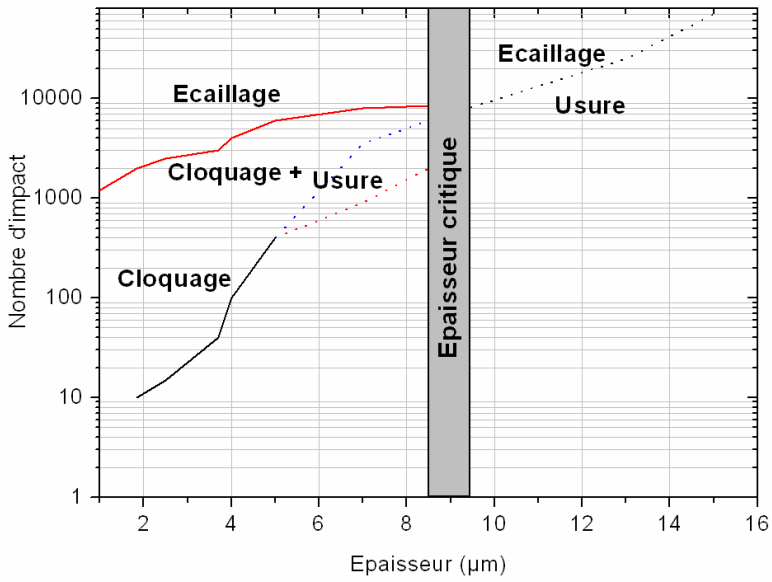


Figure III-21 : cartographie de cloquage de film de CrN en fonction de l'épaisseur pour une énergie d'impact de 0,8 mJ.

Même si cette carte a été réalisée pour une énergie d'impact bien définie (0,8 mJ), elle est représentative de la valeur critique de l'épaisseur à partir de laquelle on n'observe plus de cloquage. Si on augmente alors l'énergie ou le nombre d'impacts, cela n'aura pas d'autres conséquences que d'accélérer ou de ralentir l'endommagement du film sans modifier le phénomène en présence. Dans le cas de films minces de DLC, Ledrappier [95-96] a montré qu'un phénomène de cloquage pouvait également être observé mais généralement pour des nombres d'impacts plus importants alors que d'autres auteurs[4] ne mentionnent que des phénomènes d'usure classique. Ceci indique sans doute que, dans le cas des DLC, l'épaisseur critique est faible (vraisemblablement autour de 2 µm) et donc que le domaine de cloquage situé à gauche de la carte est difficilement observable. La nature et les propriétés du film étudié sont donc également de première importance pour la survenue du phénomène de cloquage. Afin de mettre cet effet en lumière, nous avons donc décidé de réaliser une campagne d'essais sur des films de ZrN élaborés également au laboratoire.

III.5.4. Influence de la nature du film

Afin de mettre en évidence l'influence de la nature du revêtement ainsi que de son adhérence sur la formation des cloques, nous avons réalisé des séries d'impacts sur un dépôt de ZrN qui est déposé sur le même substrat M2 non traité (230 Hv_{100g}) et dont les propriétés sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau III-5 : Propriétés mécaniques du ZrN

	Epaisseur [µm]	Module de Young [GPa]	Dureté [GPa]	Lc (N)
ZrN	2,3	290 ± 10	29 ± 2	27,2

Nous avons essayé donc de comparer le comportement sous impacts de ces revêtements par rapport au CrN. Nous avons utilisé des énergies d'impact allant de 0,61 mJ à 6,64 mJ avec un nombre d'impacts de l'ordre de 50000 impacts afin d'identifier les mécanismes d'endommagement et de les comparer.

L'écaillage des deux dépôts est généralement facile à détecter, en raison d'un contraste important entre le dépôt et le substrat lié à des différences de couleurs, mais aussi à une différence d'état de surface.

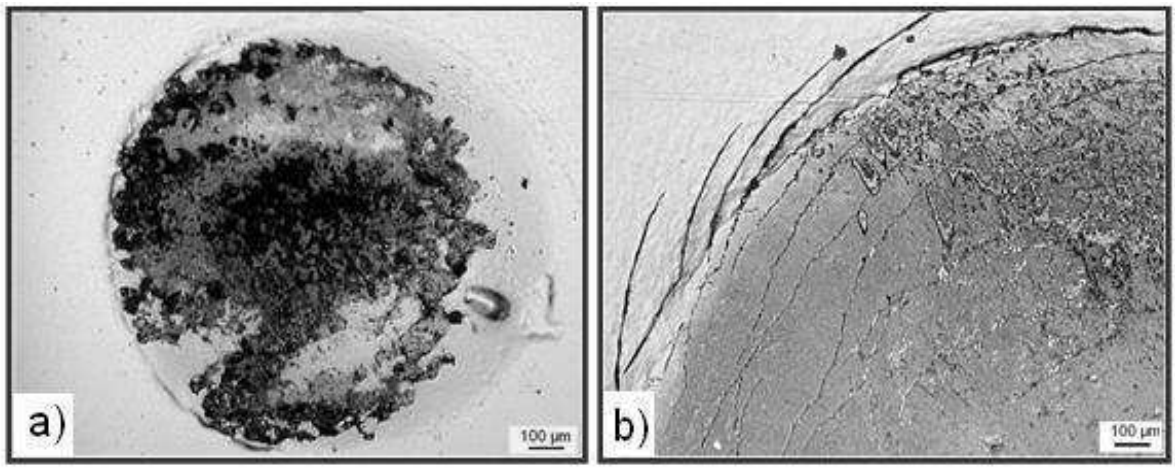


Figure III-22 : a) Ecailles sur un dépôt de CrN après 20000 impacts à 4 mJ. b) Fissures dans le dépôt de ZrN testé à 6,64 mJ après 50000 cycles.

Pour le CrN (Figure III-22a), le mode d'endommagement observé dans ces conditions est un écaillage en fond d'empreinte accompagné d'un faïençage plus ou moins visible autour des écailles. Aucune fissure n'est observée en revanche sur le bord externe des empreintes. Ce point peut sans doute être expliqué en considérant que, dans le cas d'un impact parfaitement plastique, la déformation importante du substrat peut solliciter le dépôt en traction sur la périphérie de l'empreinte et ainsi former les fissures circulaires qui seront ici limitées par la présence des contraintes en compression élevées, de plusieurs GPa [97] qui existent au sein du film. Dans ce cas, les dépôts vont plutôt périr par décohésion dans la zone où la pression est maximale pendant les impacts, c'est-à-dire au centre de l'impact.

En revanche pour le ZrN (Figure III-22b) de grosses fissures circulaires sur le bord externe de l'empreinte ont été observées. Ce type de fissures lors d'impacts plastiques sur le dépôt de ZrN est essentiellement dû aux effets de la déformation excessive du substrat entraînant la rupture du dépôt en traction. Le cloquage des revêtements a été observé uniquement sur les dépôts CrN, alors qu'il n'a pas été observé, au moins dans la gamme de nos essais, sur les dépôts de ZrN. Cela est dû a priori à sa bonne adhérence d'une part et à sa nature fragile qui favorise la fissuration lors de l'impact jusqu'à écaillage de dépôt. Cette compagne d'essais sur le dépôt ZrN montre donc clairement l'influence de la nature du revêtement sur son comportement et plus particulièrement son endommagement sous impact. Dans le cas de ZrN, sa nature fragile combinée à une bonne adhérence permet a priori d'éviter le régime de cloquage.

III.5.5. Influence de la déformation plastique du substrat

Considérant que la déformation plastique du substrat est susceptible d'avoir une influence sur les sollicitations induites dans les films et à l'interface revêtement/substrat, des essais similaires ont également été réalisés sur des dépôts de CrN élaborés sur des substrats en acier de type M2 qui ont subit un traitement thermique qui sera développé dans le chapitre V, pour obtenir une dureté de 790 HV_{100g}.

On constate clairement sur la figure III-23 que le cloquage des dépôts de CrN est beaucoup plus difficile, voire impossible à obtenir dans les conditions standard d'essai. Une série d'impacts à plus forte énergie cinétique incidente (Ec = 6,64 mJ) a également été réalisée, sans pour autant pouvoir faire apparaître de nombreuses cloques. Il semble donc que la déformation plastique du substrat, ici inexistante, est un paramètre essentiel dans le mécanisme de cloquage des films.

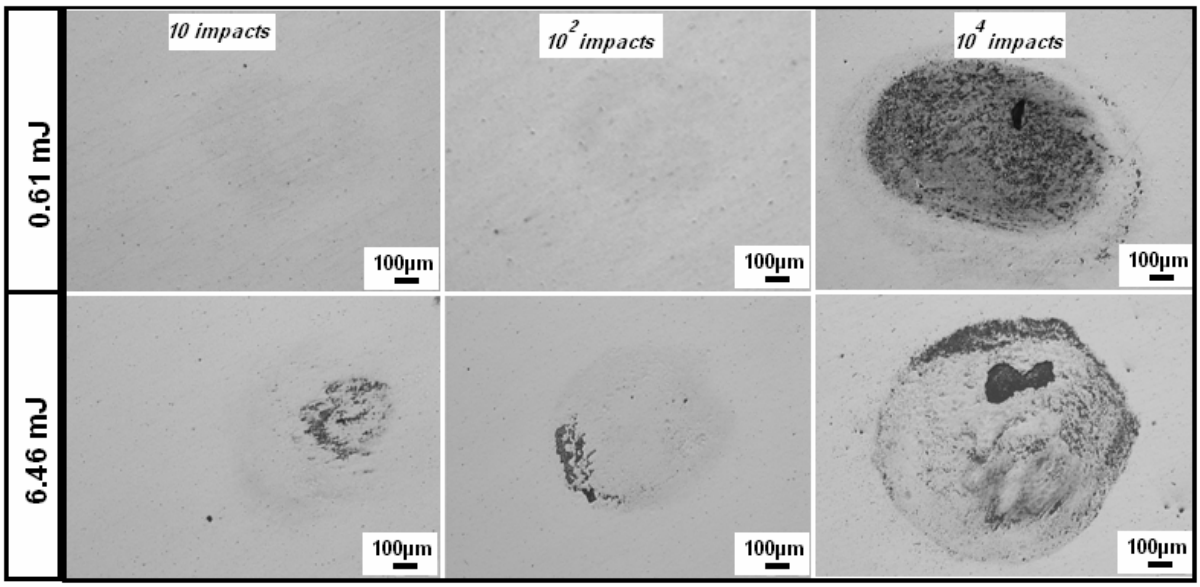


Figure III-23 : endommagement observé sur un film de CrN (substrat M2 traité) en fonction nombre d'impacts pour une énergie de 0,61 mJ et 6,64 mJ

A partir de ce résultat, un effet de la déformation plastique est susceptible d'être à l'origine du cloquage des films et devra être investigué. Cependant il faut noter que les formules mécaniques citées dans littérature ne permettent pas de prendre en compte cet effet.

III.6. Conclusion

Après avoir élaboré et caractérisé nos dépôts de CrN dont les propriétés sont conformes à la littérature, nous avons réalisé des essais d'impact afin d'étudier les mécanismes d'endommagements des dépôts minces. Au cours de cette étude, un mécanisme d'endommagement par flambement sous impacts répétés a été observé et confirmé

Partant de l'équation (III-3) qui représente la contrainte à atteindre dans le film pour provoquer le cloquage, nous avons démontré dans ce chapitre que ce phénomène dépend dans un premier temps de l'épaisseur du film, et nous avons défini une valeur critique à partir de laquelle il n'y a plus de cloquage. Ce résultat est globalement en accord avec l'équation (III-3). En effet lorsque l'épaisseur augmente, la contrainte critique augmente également. Parallèlement le phénomène de cloquage induit une relaxation de contrainte que nous avons pu mettre en évidence et estimer grâce à la spectroscopie Raman.

L'absence de cloques (dans la limite de nos conditions expérimentales) lors de l'utilisation d'un substrat dur (790 Hv_{100}), nous conduit cependant à nous poser des questions sur le rôle de la déformation plastique du substrat sur la formation des cloques. Pour répondre à cette question, nous avons jugé nécessaire de quantifier le comportement mécanique lors de l'impact en identifiant les contraintes induites dans le film et le substrat. Ceci passe une modélisation par élément finis de l'impact qui fait l'objet du chapitre IV suivant.

Chapitre IV. Modélisation de l'impact par éléments finis

IV.1. Simulation numérique de l'impact

La simulation numérique est devenue un outil puissant et performant grâce aux avancées enregistrées dans le domaine informatique et dans les algorithmes de résolution. L'évolution des besoins des industriels au niveau de la conception des produits, la recherche de la réduction du coût de production ont largement contribué à l'évolution des outils d'essai et de la simulation numérique. Dans notre contexte, le principal intérêt de la modélisation numérique est de prédire les champs mécaniques difficilement mesurables expérimentalement, tels que les champs de contraintes et de déformations, en fonction des paramètres de la simulation. L'objectif principal de telles simulations est ici d'essayer d'expliquer, au moins qualitativement, les phénomènes observés au cours des impacts.

L'essai d'impact a fait l'objet par le passé de différentes tentatives de simulations qui ont progressé en fonction de la puissance des ordinateurs et des développements numériques. En effet dans les années 90 Bouzakis et al [54-55,57,98] ont utilisé la méthode des éléments finis pour calculer les champs de contraintes et de déformations engendrés dans le dépôt pendant et après l'impact. Ces calculs révèlent que l'empreinte tend rapidement vers une géométrie d'équilibre, de manière à ce que les impacts deviennent parfaitement élastiques. Bouzakis et son équipe ont publié plusieurs travaux sur la modélisation par éléments finis de l'impact répété, malheureusement le manque de détails sur les conditions d'essais et de traçabilité des résultats ne nous a pas permis d'exploiter ces travaux pour notre étude.

Dernièrement plusieurs auteurs [60,99] ont effectué des analyses numériques sur l'érosion des multi couches pour essayer de comprendre l'effet de l'état de contraintes dans les films étudiés. Ils ont ainsi pu proposer, à partir de calculs numériques de mono-impacts, une architecture optimale de revêtements. Ici aussi, leurs résultats n'ont pas pu être utilisés dans notre étude, car ils ne prenaient pas en compte le phénomène d'impacts répétés.

La modélisation, présentée dans cette partie a été réalisée avec le code commercial ABAQUS Explicit. C'est un code de calcul numérique par éléments finis qui permet de résoudre de façon efficiente et robuste une large gamme de problèmes en dynamique rapide non linéaire comme les problèmes de crash, de chocs acoustiques ou d'explosions. Il est donc parfaitement adapté à la description des phénomènes mécaniques liés aux impacts répétés. Le principe de la méthode explicite consiste à obtenir une solution de l'équation (IV-1) à l'instant $t + \Delta t$ en fonction des quantités connues à l'instant t exclusivement.

$$M^{NM}\ddot{u}^{M} + F_{\text{int}}^{N} - F_{ext}^{N} = 0 \qquad \text{(IV-1)}$$

M^{NM} est la matrice de masse, $\ddot{u}^{M}$ le vecteur d'accélération, F_{int}^{N} est le vecteur des efforts intérieurs et F_{ext}^{N} le vecteur des forces extérieures. L'avantage de la méthode explicite par rapport à une méthode implicite est que le calcul des grandeurs à l'instant $t + \Delta t$ ne nécessite pas de résolution de système linéaire [100]. L'inconvénient le plus contraignant de ce type d'algorithme est qu'il nécessite des pas de temps très faibles pour vérifier le critère de stabilité lié à la taille des éléments finis et à la vitesse C_d de propagation des ondes élastiques dans le milieu étudié.

$$\Delta t_{stable} \approx \frac{L_{\min}}{C_d} \qquad \text{(IV-2)}$$

avec Δt_{stable} : incrément minimal, L_{min} : la plus petite dimension du plus petit élément.

On comprend alors mieux pourquoi ce type d'algorithme n'est utilisé que dans le cas de l'étude des phénomènes rapides.

IV.2. Modèle

Etant donné la géométrie du problème (voir Figure IV-1) nous avons choisi de modéliser l'impact à partir d'éléments axisymétriques. En effet, cette hypothèse permet de gagner en temps de calcul sans perdre en qualité et précision.

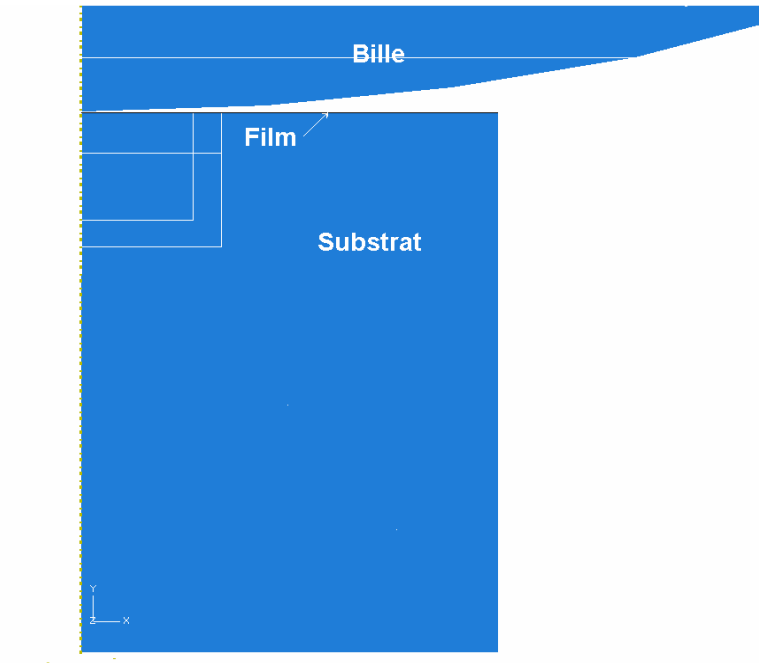


Figure IV-1 : Représentation axisymétrique du problème.

IV.2.1. Conditions du calcul

Pour notre simulation, nous avons considéré l'impacteur comme une bille déformable de diamètre 20 mm et de masse égale à 165 g. En ce qui concerne la cible, nous avons choisi une couche mince de 3x 1500 μm^2 sur un substrat de 1.5x2 mm^2.

IV.2.2. Matériaux utilisés et lois de comportement

ABAQUS™ dispose aussi d'une panoplie de lois de comportement qui permet de tenir compte de la majorité des comportements des matériaux. Ainsi, nous pouvons définir des lois purement élastiques (pour le film) ou les associer à différents comportements plastiques. Les propriétés associées à chaque matériau étudié sont récapitulées dans Tableau IV-1.

Tableau IV-1 : propriétés des matériaux utilisés :

Propriétés	Substrat	Couche	Bille
Matériaux	Acier	CrN	Acier
Module de Young (GPa)	210	300	210
Coefficient de Poisson	0,27	0,25	0,27
Masse (Kg)	/	/	0.165
Diamètre (mm)	/	/	20
Densité (Kg/m^3)	7810	6140	7810
Vitesse d'impact (mm/s)	/	/	100

Concernant les lois de comportement plastique, ABAQUS™ offre plusieurs possibilités. Nous avons utilisé dans un premier temps une loi de plasticité parfaite (sans écrouissage) pour modéliser notre substrat (Figure IV-2a). La limite d'élasticité a alors été simplement estimée qualitativement en divisant la dureté Vickers en MPa par 3.

Ensuite nous avons utilisé une méthode inverse développée en parallèle de cette thèse par F. Grange dans le cadre de son stage de fin d'étude [101]. Cette dernière repose sur la recherche des paramètres K et n de la loi d'Hollomon $\sigma = K\varepsilon^n$ (écrouissage de type loi de puissance) permettant de reproduire au mieux l'évolution des empreintes pendant les 10 premiers impacts. Pour notre matériau, l'optimum a été trouvé pour K = 4500 et n = 0,27. Les deux courbes de comportement utilisées sont tracées en Figure IV-2.

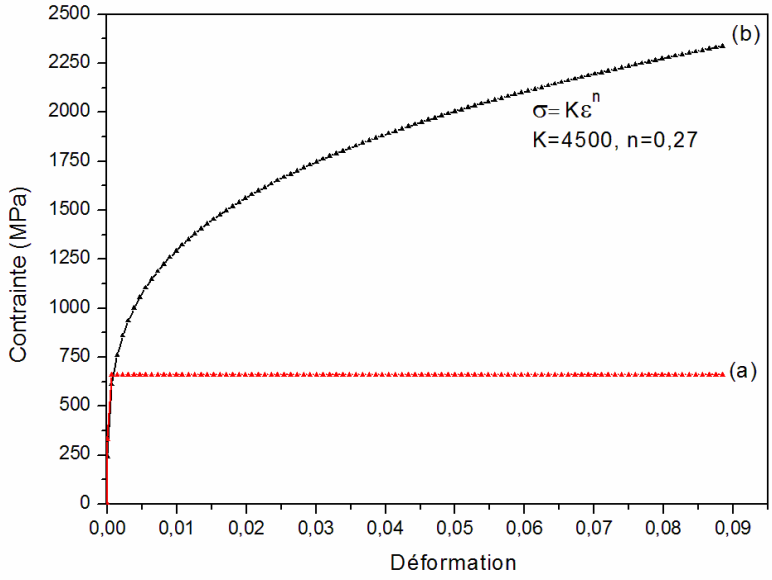


Figure IV-2 : lois de comportement utilisées : a) Plasticité parfaite, b) loi de Hollomon.

IV.2.3. Conditions aux limites

En ce qui concerne les conditions aux limites (Figure IV-3), nous avons imposé un bridage dans les directions (x et y) sur la face inférieure du massif. Pour respecter la condition d'axisymétrie, les nœuds sur l'axe de symétrie sont bridés dans la direction x.

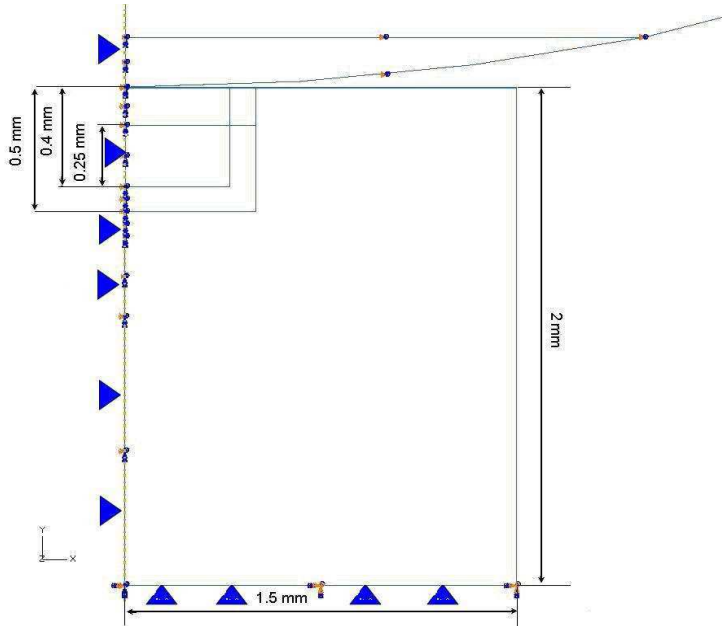


Figure IV-3 : conditions aux limites du modèle d'impact

IV.2.4. Maillage

La symétrie de révolution du problème, nous autorise à définir un problème axisymétrique. Ce qui nous permet d'affiner la discrétisation en faisant un maillage régulier et fin autour de la zone d'impact sans être fortement pénalisé au niveau du temps de calcul (6 heures) et un maillage libre plus grossier en dehors de la zone (Figure IV-4).

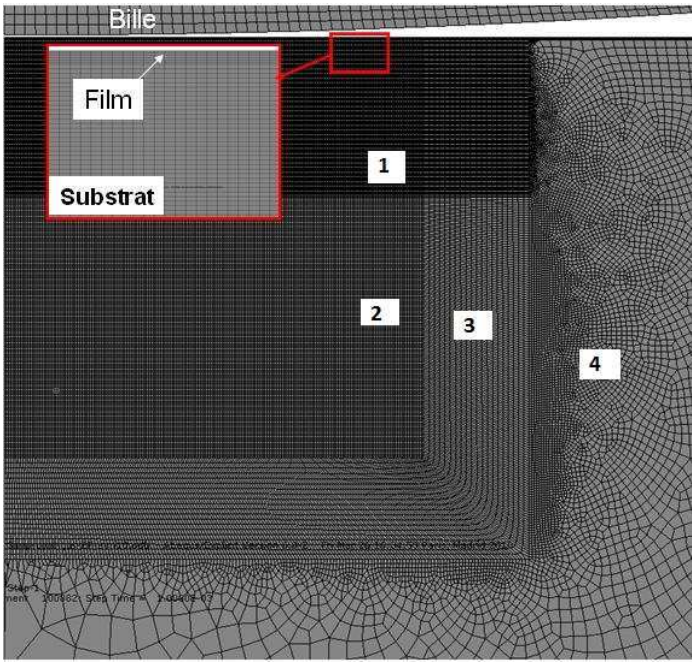


Figure IV-4 : Représentation du maillage et des conditions aux limites de la simulation

Les détails du maillage sont résumés dans le Tableau IV-2 suivant :

Tableau IV-3 : Détails du maillage utilisé pour la simulation

Entités	Mode de remplissage	Géométrie des éléments	Nombre d'éléments	Type d'éléments
Bille	Structure	Quadrangles	1230	CAX4R
	Libre	Triangles	15	CAX3
Couche	Structure	Quadrangles	1782	CAX4R
Substrat	(1) Structure	Quadrangles	29550	CAX4R
	(2) Structure	Quadrangles	22656	CAX4R
	(3) Structure	Quadrangles	6101	CAX4R
	(4) Structure	Triangles	8870	CAX4R
	(4) Libre	Triangles	243	CAX3

CAX4R : Eléments **C**ontinus, **AX**isymetriques, à **4** nœuds et à intégration **R**éduite.
CAX3 : Eléments **C**ontinus, **AX**isymetriques, à **3** nœuds

IV.2.5. Conditions du contact

ABAQUS™ dispose d'un algorithme de contact généralisé qui identifie les surfaces susceptibles d'interagir. Les inégalités du contact ont été traitées à partir d'une méthode de pénalité. Deux types de contacts ont été étudiés :

- Le contact sans frottement
- Le contact collant tangentiellement (coefficient de frottement infini).

IV.3. Validation des résultats macroscopiques issus des Modélisations

Dans ce paragraphe nous allons faire une comparaison entre les résultats numériques obtenus par éléments finis et ceux obtenus expérimentalement, dans le but de tester la validité des résultats macroscopiques et des calculs numériques.
Pour ce faire, des essais d'impact ont été réalisés dans les mêmes conditions. Pour cela, une bille en 100Cr6 de diamètre 20 mm a été utilisée comme indenteur et les paramètres de l'impact ont été choisis afin d'assurer une énergie d'impact de 0,8 mJ, similaire à celle utilisée dans le modèle numérique.

IV.3.1. Simulation d'un impact

IV.3.1.1. Signal de force

La Figure IV-5a représente l'évolution simulée de la force d'impact en fonction du temps pour les différentes lois de comportement obtenues au cours d'un impact.
On remarque que dans le cas d'un substrat élastique la force d'impact est plus élevée que dans les deux autres lois de comportement. En effet, dans le cas d'un choc élastique, il n'y a pas de dissipation d'énergie, à la différence des deux autres substrats où on a une perte d'énergie lors de la déformation plastique des substrats.
En ce qui concerne la durée de l'impact, la plasticité du substrat n'a quasiment aucune influence. En effet pour les trois comportements on observe que la durée de l'impact est de 191 µs.

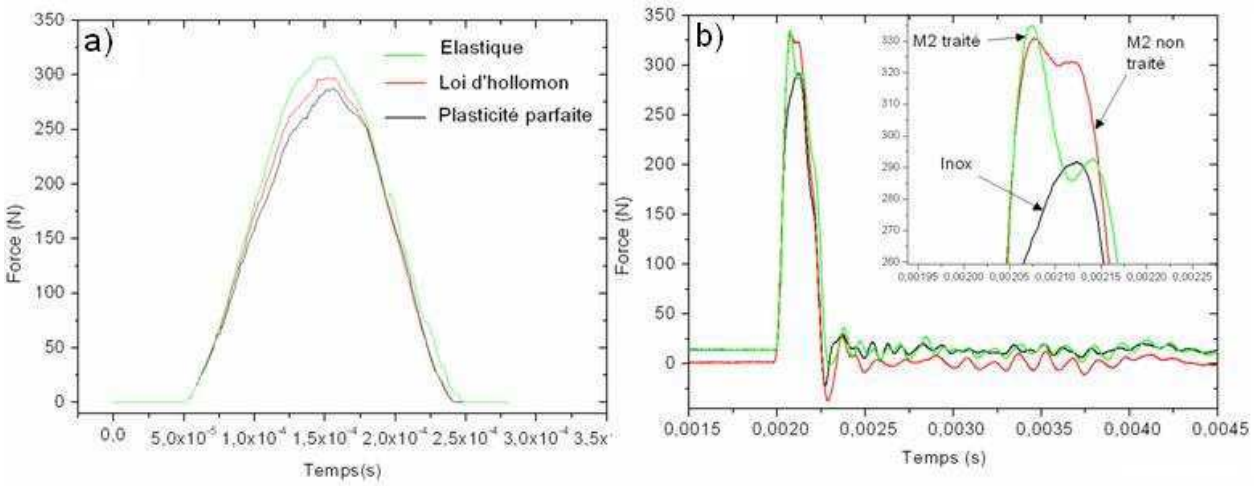


Figure IV-5 : Comparaison Numérique/Expérimental : a) Evolution simulée de la forme du signal de force en fonction de la loi de comportement du substrat, b) signal de force obtenu expérimentalement sur différents substrats

Nous avons ensuite réalisé des essais d'impact sur des films de CrN (3µm) avec des substrats différents, le premier substrat est en acier rapide M2 non traité ($230Hv_{100g}$), le deuxième est aussi un acier rapide M2 qui a subit un traitement thermique pour avoir une dureté de 790 Hv_{100g} et le troisième est un inox 316L avec une dureté 120 Hv_{100g}.

La Figure IV-5b montre l'évolution des courbes expérimentales de force en fonction du temps pour les différents substrats. On constate que la forme et l'intensité du signal sont influencées directement par la nature du substrat. En effet plus le substrat est dur plus il apparait sur la courbe des petites perturbations au moment de l'impact et plus l'intensité augmente aussi. Ceci semble parfaitement correspondre aux résultats obtenus par la modélisation, sauf pour la durée d'impact qui est de 270 µs, qui est donc plus longue dans le cas expérimental que celle obtenue par calcul numérique.

Si on utilise la formule analytique développée par Hunter [50] dans le cas d'un impact élastique pour déterminer le temps de l'impact :

$$t_c = 4.529\left(\frac{m^2}{\pi^2 E^{*2} R^* V}\right)^{1/5} \qquad \text{IV-3}$$

On trouve un temps d'impact de 228,3 µs, ce temps est plus proche de celui obtenu par modélisation. L'écart entre l'expérimental et le numérique pourrait être attribué à un retard engendré dans la chaine d'acquisition.

IV.3.2. Rayon de contact

Une seconde série d'essais a été réalisée afin de comparer les rayons des empreintes prédits par la simulation numérique (Figure IV-6a) et ceux mesurés expérimentalement par microscopie optique (Figure IV-6b).

On constate donc que dans le cas expérimental, le rayon d'empreinte est de 258 ± 3 µm, cette valeur est très proche de la valeur déterminée par simulation numérique de 250 µm.

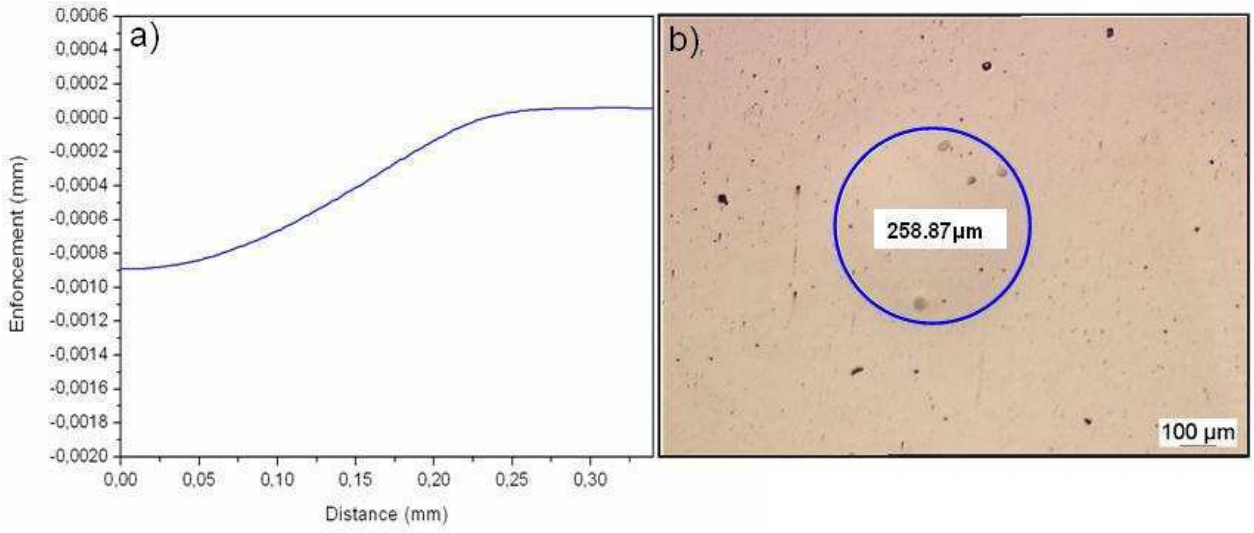


Figure IV-6 : Comparaison des rayons d'empreinte, a) Rayon d'empreinte de la bille obtenu par FEM après 1 impact. b) Empreinte obtenue sur CrN/M2 non traité observée par microscopie optique après 1 impact

IV.3.2.1. Enfoncement

Le dernier point de comparaison choisi concerne l'enfoncement résiduel. La Figure IV-7a illustre l'historique de l'enfoncement de la bille en fonction du temps au centre de l'impact obtenu par simulation numérique au cours du premier impact. Après une première phase d'enfoncement maximale de 5 µm, le matériau subit un retour d'amplitude inferieure, révélateur d'une déformation plastique résiduelle que la simulation permet d'estimer à 1 µm.

Des mesures de profilométrie 3D optique ont ensuite permis de déterminer la profondeur de l'empreinte obtenue après 1 impact dans les conditions de référence. La Figure IV-7b montre clairement un enfoncement résiduel d'environ 1µm ce qui est en parfaite cohérence avec la valeur d'enfoncement issue du calcul numérique.

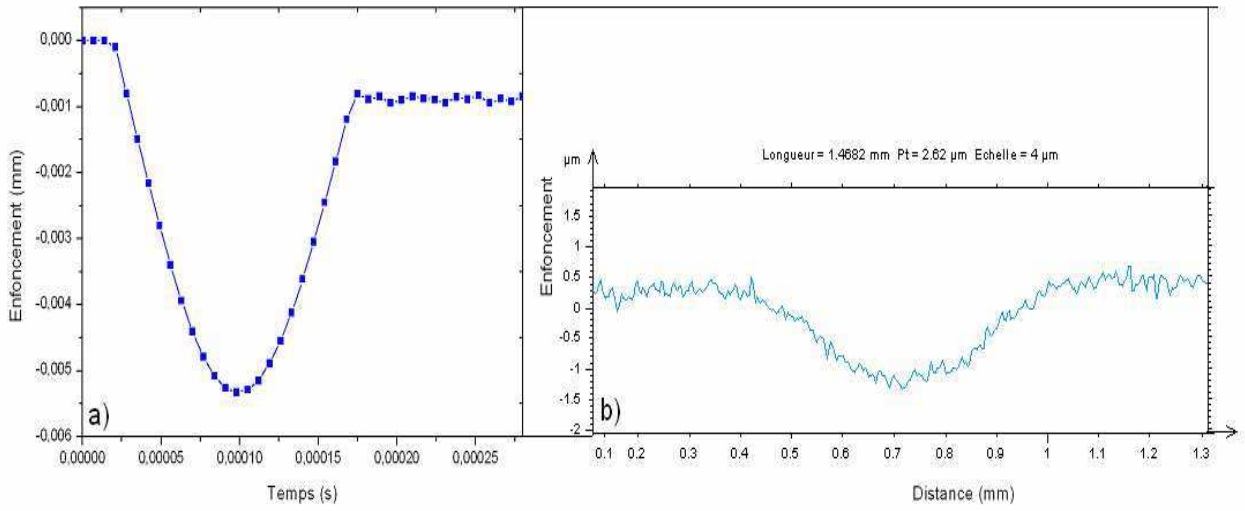


Figure IV-7 : a) Enfoncement U2 au centre de l'impact en fonction du temps

b) Profil d'une empreinte (substrat M2 non traité + CrN) après 1 impact (Ec = 0,8 mJ).

Les informations issues de la modélisation concernant le rayon de contact et l'enfoncement de la bille lors d'un impact apparaissent tout à fait en accord avec les résultats expérimentaux obtenus. Les hypothèses de calcul semblent donc parfaitement validées pour nos conditions de sollicitation.

IV.3.3. Simulation d'impacts répétés

Dans cette partie nous avons modélisé l'impact de 15 billes identiques placées sur une même verticale et espacées d'une même distance. Ces billes viendront successivement impacter la même zone de la cible. Pour éviter les déviations des impacts et la perte d'énergie nous avons fait en sorte qu'elles n'interagissent pas entre elles.

Pour cette configuration, nous avons utilisé des billes de diamètre 20 mm et de masse 165 g. Sauf mention contraire, une loi de Hollomon pour modéliser le substrat d'acier M2 non traité a été utilisée dans toute la suite du chapitre.

IV.3.3.1. Signal de force :

La Figure IV-8a montre l'évolution de la force maximale en fonction du temps des cinq premiers impacts réalisés sur un substrat M2 non traité, dans les conditions de sollicitations de référence (Energie d'impact 0,8 mJ). La force d'impact croit rapidement (Figure IV-8a) en fonction du

nombre d'impacts jusqu'à un certain seuil puis elle se stabilise à 350 ± 10 N à partir du 3eme impact.

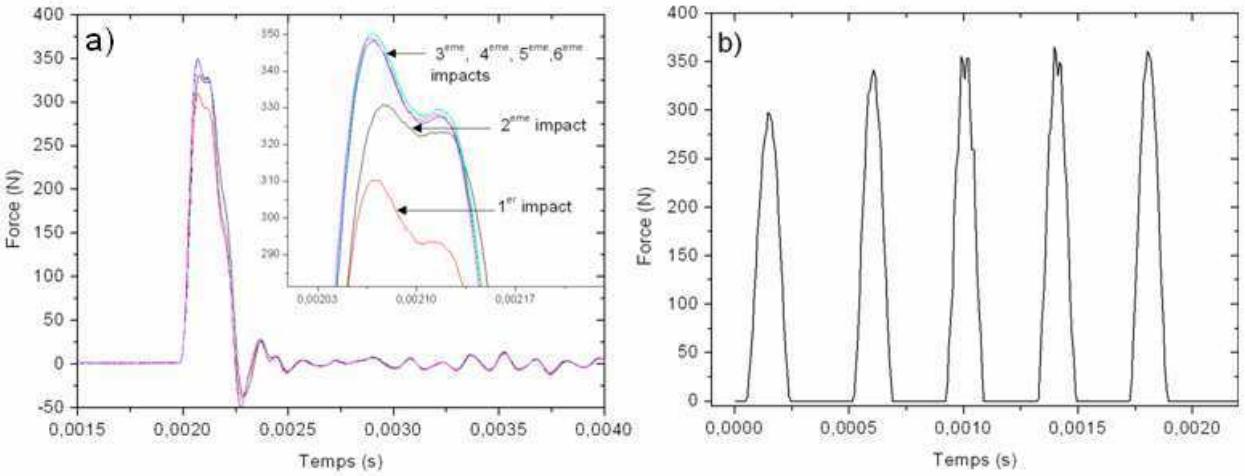


Figure IV-8 : Evolution de l'intensité de la force lors des cinq premiers impacts. a) Signaux de force expérimentaux sur substrat M2 non traité. b) Courbes obtenues par simulation numérique avec la loi de Hollomon pour le substrat

Les résultats expérimentaux issus des essais d'impact sur un substrat d'acier M2 non traité apparaissent tout à fait en accord avec les résultats numériques obtenus avec la loi de Hollomon pour le substrat. En effet la Figure IV-8b montre que, dans les mêmes conditions d'impact, l'intensité de la force augmente d'un impact à l'autre jusqu'au cinquième puis elle se stabilise à 350 N à partir du quatrième impact.

Ensuite nous avons mené une nouvelle compagne d'essais sur un substrat M2 traité avec une dureté de 790 Hv et réalisé une simulation avec une loi de comportement purement élastique pour le substrat. Dans la Figure IV-9a on remarque que le signal de force obtenu par le capteur de force n'évolue presque pas entre le premier impact et le cinquième impact. Ce même phénomène a été aussi confirmé par les résultats obtenus par les calculs numériques (Figure IV-9b). En effet on observe que l'intensité des cinq premiers impacts est presque la même et de l'ordre de 325 N. L'égalité de l'intensité des impacts s'explique par la non dissipation plastique de l'énergie d'impact.

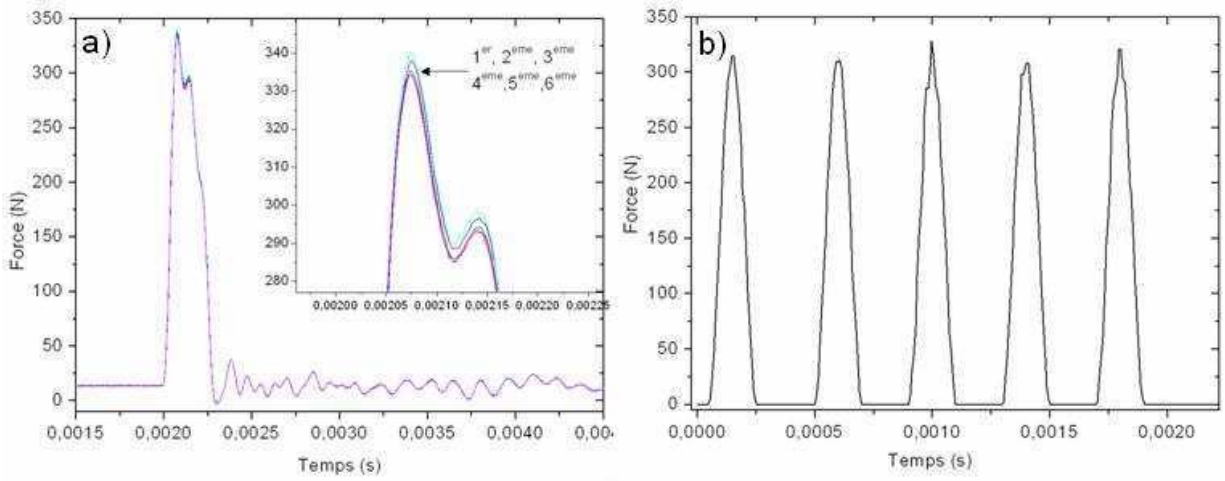


Figure IV-9 : Evolution de l'intensité de la force des cinq premiers impacts a) signaux de force expérimentaux sur substrat M2 traité b) Courbes obtenues par simulation numérique avec une loi de comportement purement élastique pour le substrat.

.

IV.3.3.1.1. Rayon de contact

L'évolution du diamètre des empreintes a été déterminée en fonction du nombre d'impacts réalisés. La Figure IV-10 montre clairement une évolution rapide de la taille de l'empreinte lors des premiers impacts avant stabilisation

Expérimentalement, la stabilisation survient après un nombre d'impacts en accord avec celui prévu par les calculs. Cette bonne concordance s'explique principalement par l'utilisation dans la modélisation d'une loi de Hollomon. En effet la prise en compte d'une loi de comportement intégrant les phénomènes d'écrouissage du substrat a permis de se rapprocher des résultats expérimentaux.

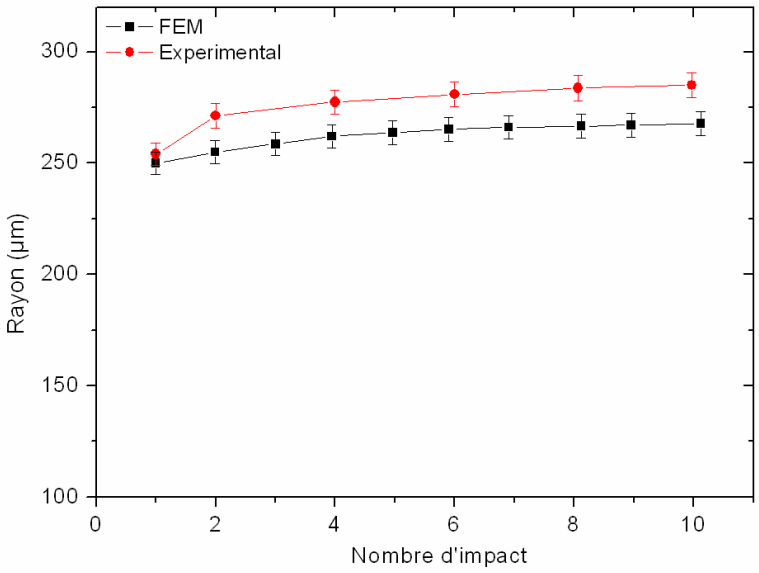


Figure IV-10 : Evolution du rayon de l'empreinte en fonction du nombre d'impacts (modélisation)

IV.3.3.1.2. Enfoncement

La Figure IV-11 présente l'historique du déplacement du point de la surface au centre de l'impact au cours des 15 impacts successifs. Au cours des premiers impacts, le point considéré subit un enfoncement de l'ordre de 5,5 µm puis un retour d'amplitude inférieure de 1µm, témoignant d'une déformation plastique au cours du choc. Dès le sixième impact, la réponse du matériau présente une stabilisation de la déformation liée à l'établissement d'un régime de déformations élastiques. Le régime stabilisé ou accommodé est donc atteint, les déformations plastiques issues des premiers chocs se révélant donc très faibles.

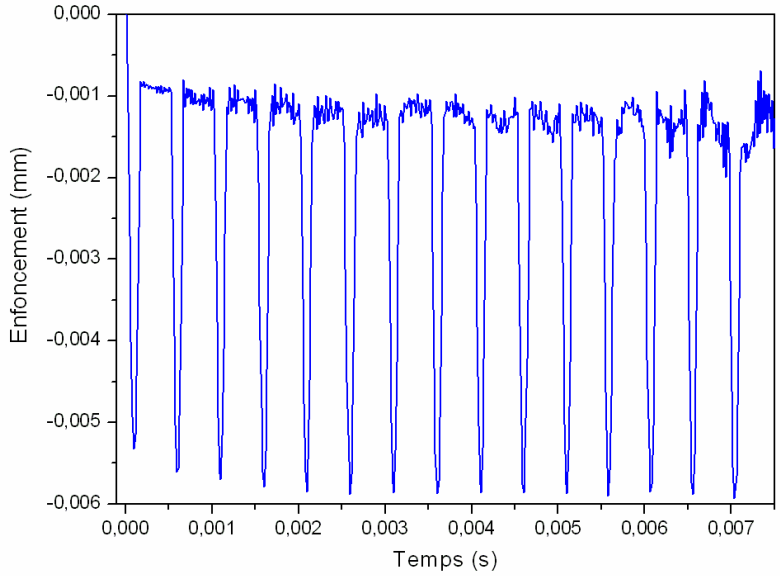


Figure IV-11 : Historique de l'enfoncement du centre de l'impact durant les 15 premiers impacts

La Figure IV-12 présente une comparaison entre l'évolution de l'enfoncement de la bille obtenu par analyse numérique et celui obtenu par profilométrie sur des empreintes après essai de choc. Nous notons que dans le cas d'un essai d'impacts répétés sur un film CrN déposé sur un substrat M2 non traité, l'enfoncement de la bille après impact reste relativement proche des résultats du calcul numérique. Comme pour les rayons d'impacts, le régime stabilisé est atteint après quatre impacts. Il est important de rappeler que le nombre d'impacts à saturation est fortement dépendant des propriétés du matériau cible et des conditions d'impact qui sont la vitesse, la taille, la densité et la rigidité de la bille. Ceci revient à dire que, pour une saturation donnée, il suffirait de changer un paramètre tel que la vitesse de la bille par exemple, pour produire un nouvel état de saturation.

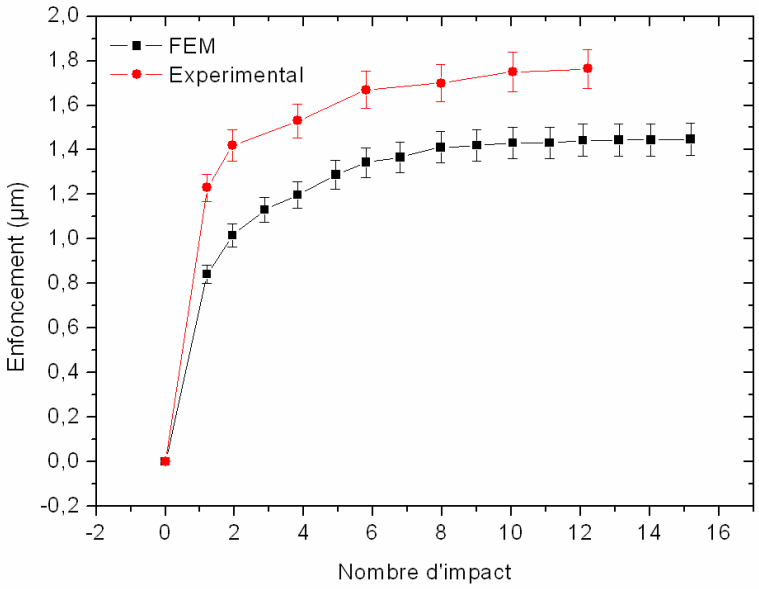


Figure IV-12 : Enfoncement de la bille en fonction de nombre d'impacts

IV.3.4. Conclusion partielle

Dans la première partie de ce chapitre nous avons validé le modèle numérique mono – multi impacts par comparaison avec les grandeurs macroscopiques accessibles expérimentalement. Ce faisant nous avons également observé une évolution rapide des enfoncements et des rayons des empreintes sur les premiers cycles d'impacts avant stabilisation. Nous avons noté aussi une influence de la loi de comportement sur la force d'impact. Enfin la comparaison des résultats numériques et ceux mesurés par les capteurs a confirmé le bon choix des capteurs, la précision des mesures et a validé la modélisation numérique réalisée.

Disposant désormais d'un modèle validé, nous allons examiner par la suite la distribution des champs de contraintes et de déformations dans le substrat. Une attention particulière sera portée à l'interface film/substrat

IV.4. Analyse des champs de contraintes et des déformations :

IV.4.1. Déformation plastique du substrat

Aucune déformation plastique n'étant attendue au sein du substrat dur (comportement élastique), nous nous intéresserons ici uniquement au cas du substrat M2 non traité. La Figure IV-13 illustre la répartition des champs des déformations plastiques dans le substrat ; on observe une zone plastifiée avec des niveaux de déformations très faibles comprises entre 0,1% et 0,8 % et juste au dessous de l'interface, on constate une zone non plastifiée.

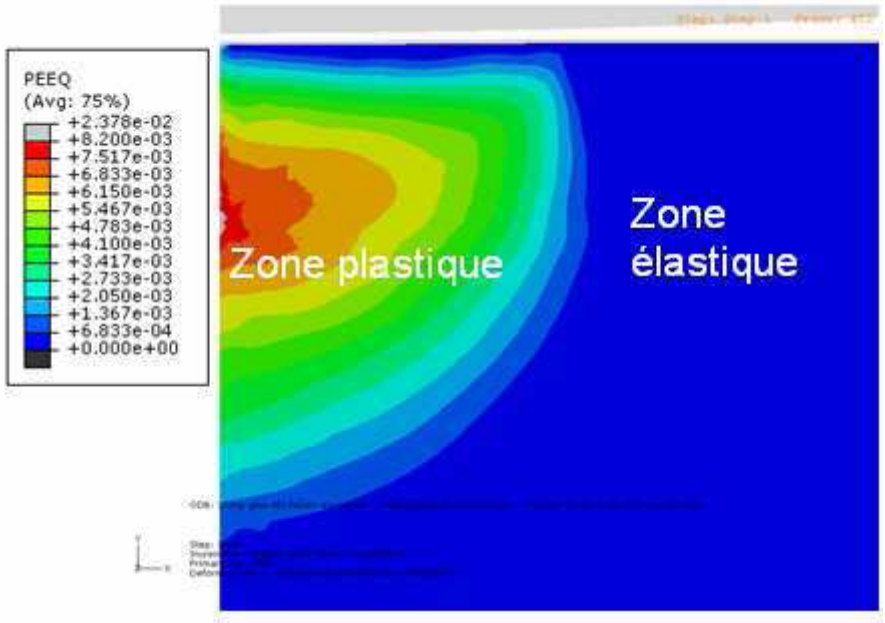


Figure IV-13: cartographie de la déformation plastique après 10 impacts

La Figure IV-14 montre que, avec la loi d'Hollomon, la profondeur affectée par la déformation plastique dans le substrat (0,8%) est de l'ordre de 400 µm après dix impacts, alors que dans le cas d'une plasticité parfaite du substrat, nous obtenons des niveaux des déformations plastiques plus importants (1,3%) sur une profondeur allant jusqu'à 700 µm. La meilleure prise en compte des phénomènes d'écrouissage dans la loi de Hollomon explique cette différence

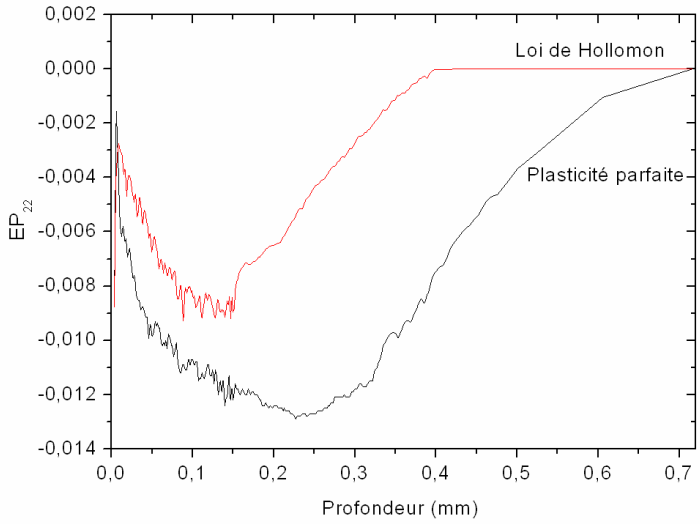


Figure IV-14 : Evolution de la déformation plastique dans le substrat en fonction de la profondeur après 10 impacts pour les deux lois de comportement.

IV.4.2. Analyse des champs de contraintes

La Figure IV-15a représente la cartographie des contraintes S_{11} au niveau du substrat non traité (loi d'Hollomon) et juste au dessous de l'interface lors de la remontée de la bille après le 10 ème impact. On constate donc un champ de contraintes de traction assez important entre 0 et 430 MPa juste au dessous de l'interface ce qui nous laisse penser que ces contraintes vont pouvoir solliciter en fatigue des défauts qui existent dans le substrat et créer des fissurations qui se propageront par la suite jusqu'à l'interface (Figure IV-15b).

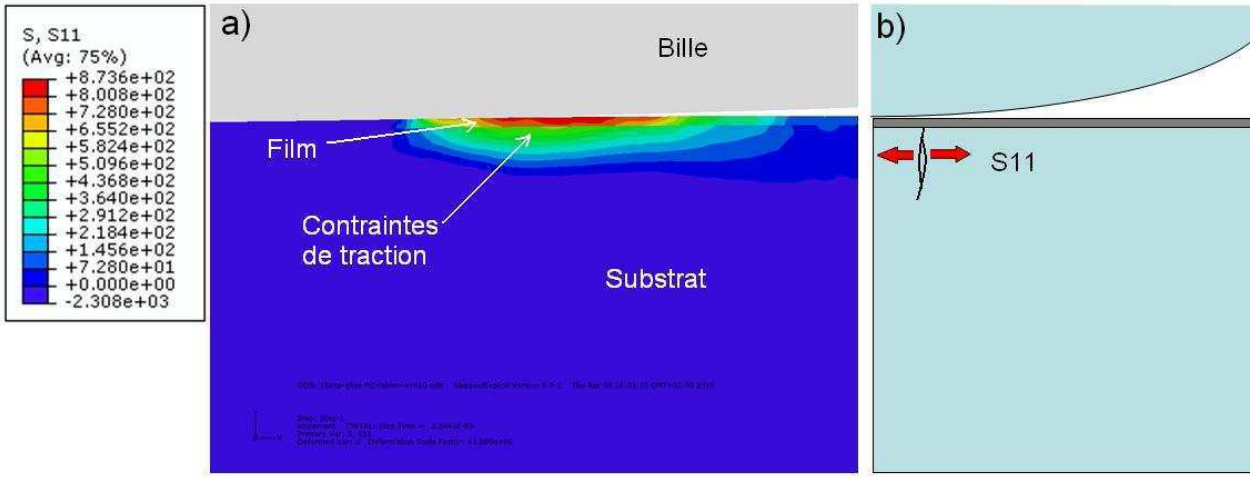


Figure IV-15 : a) Cartographie des contraintes S_{11} au niveau du substrat à la remontée de la bille. b) propagation des microfissurations du substrat jusqu'à l'interface.

La Figure IV-16 montre ainsi clairement la propagation d'une microfissuration depuis le substrat jusqu'à l'interface observée au MEB sur une coupe métallographique de l'empreinte laissée sur un échantillon de CrN/M2 non traité. Ces microfissurations semblent pouvoir être corrélées avec les résultats de l'analyse numérique et pourraient être le résultat de l'effet des contraintes de traction S_{11}, telles que prédîtes par la simulation.

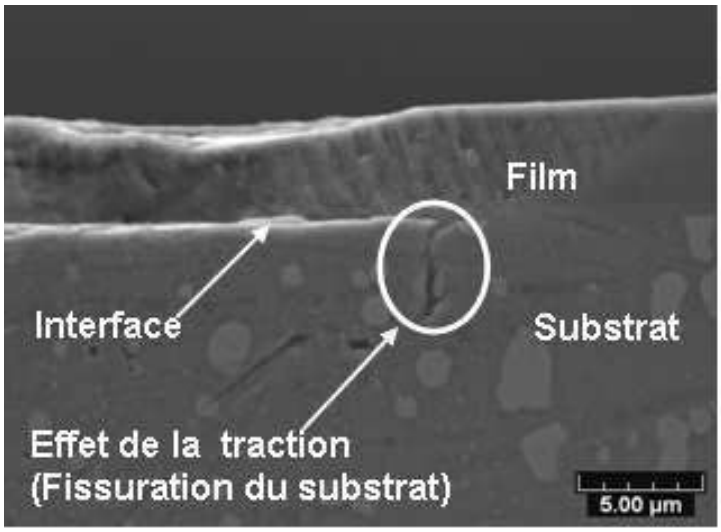


Figure IV-16 : Coupe métallographique (électrons secondaires) de l'empreinte laissée sur un échantillon de CrN déposé sur un acier M2 non traité. Microfissuration sur la périphérie.

IV.4.3. Comportement à l'interface

S'intéressant désormais au couple formé par le substrat et le film à l'interface il est maintenant nécessaire d'examiner en détail les deux cas rencontrés à savoir substrat non traité (loi de Hollomon) et le substrat traité (loi élastique)

IV.4.3.1. Loi de Hollomon (substrat non traité)

Après avoir examiné ce qui se passe en termes de contraintes dans le substrat, nous allons maintenant nous intéresser au cas de l'interface.

L'utilisation de la modélisation numérique a ainsi permis de préciser les différents champs de contraintes susceptibles de se développer lors du contact. Sur la Figure IV-17 est représentée la distribution du champ de contraintes de cisaillement S_{12} dans le substrat et à l'interface. On observe que l'intensité de cisaillement à l'interface est maximale à une distance du centre de l'impact qui correspond exactement au rayon du contact.

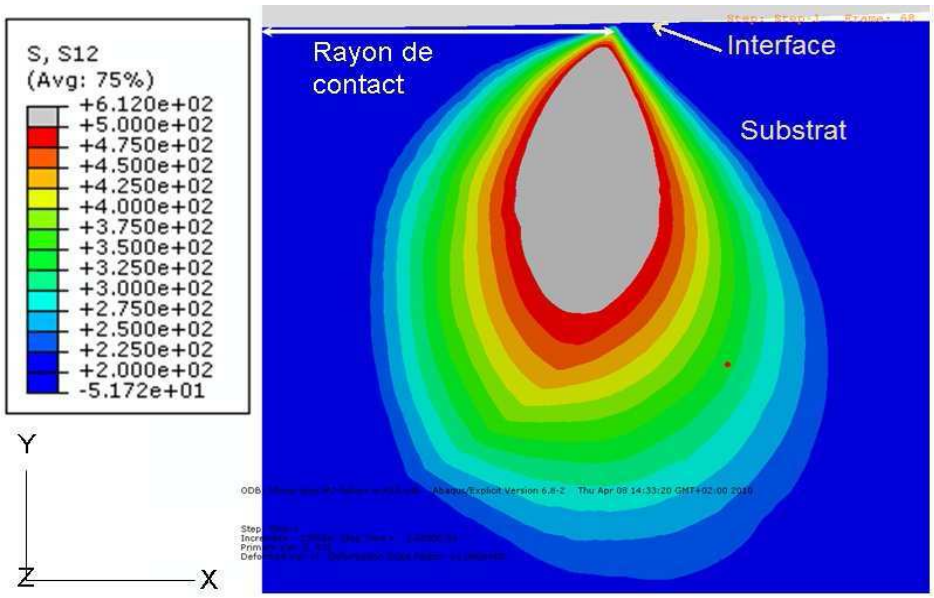


Figure IV-17: Cartographie des contraintes S_{12} à l'interface lors de la descente de l'indenteur.

La Figure IV-18 présente l'évolution des contraintes de cisaillement S_{12} à l'interface dépôt - substrat en fonction du pourcentage d'enfoncement de la bille et des abscisses x en (mm) lors du $10^{ème}$ impact. On observe alors que, lors de l'enfoncement de la bille, l'interface est sollicitée en cisaillement.

L'intensité de ces contraintes de cisaillement augmente progressivement et leur point d'application se déplace du centre de l'impact vers le bord de l'empreinte (Figure IV-18a) jusqu'à atteindre 280 MPa à 100% de descente de la bille (Figure III-18d). L'existence d'une telle contrainte de cisaillement s'exerçant à l'interface peut avoir des conséquences directes sur la tenue mécanique des films.

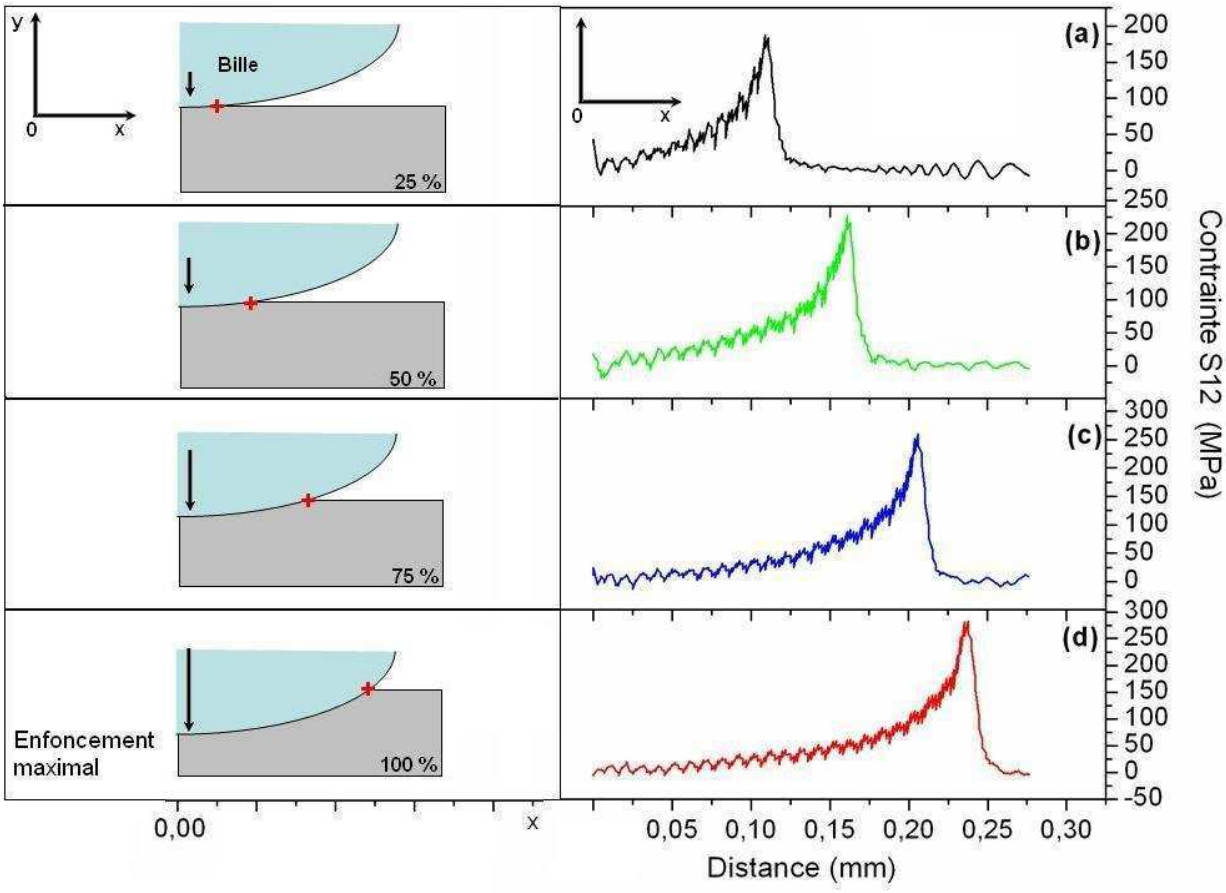


Figure IV-18 : Évolution des contraintes S_{12} à l'interface lors de la descente de l'indenteur

Notons que cette distribution des contraintes est obtenue lors du 10 ème impact (régime stabilisé). Le passage du régime transitoire au régime stabilisé ne semble pas avoir d'influence sur l'intensité du cisaillement. En effet, la Figure IV-19 représentant l'historique de la contrainte de cisaillent S_{12} au cours des 15 premiers impacts, montre que l'interface est sollicitée par des contraintes de cisaillement dès le premier impact et ce jusqu'au dernier avec des intensités similaires (220 ± 20 MPa).

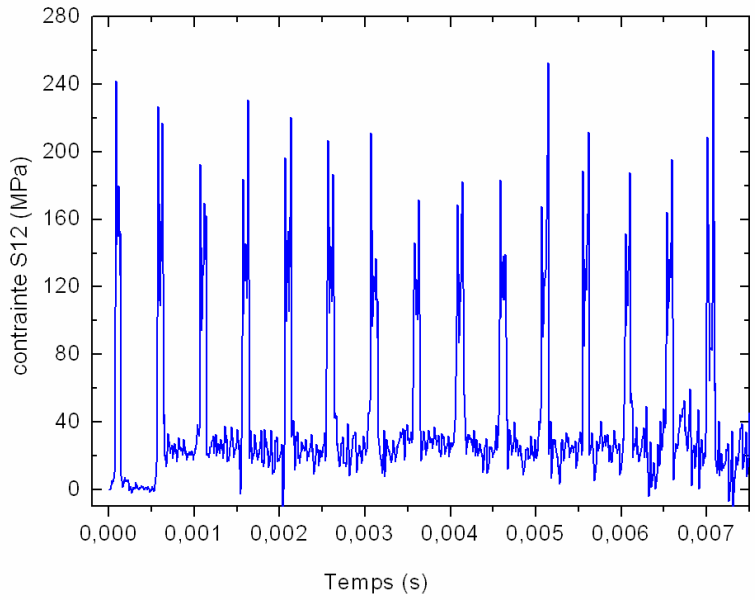


Figure IV-19 : Evolution des contraintes S12 en fonction de temps après 15 impacts.

L'analyse des contraintes de cisaillement S_{12} en un nœud de l'interface lors d'un impact (Figure IV-20) a montré que l'interface est doublement sollicitée par ces contraintes. Au moment de la descente de la bille dans un premier temps et lors de la remontée dans un deuxième temps, avec les mêmes intensités (260 ± 10 MPa).

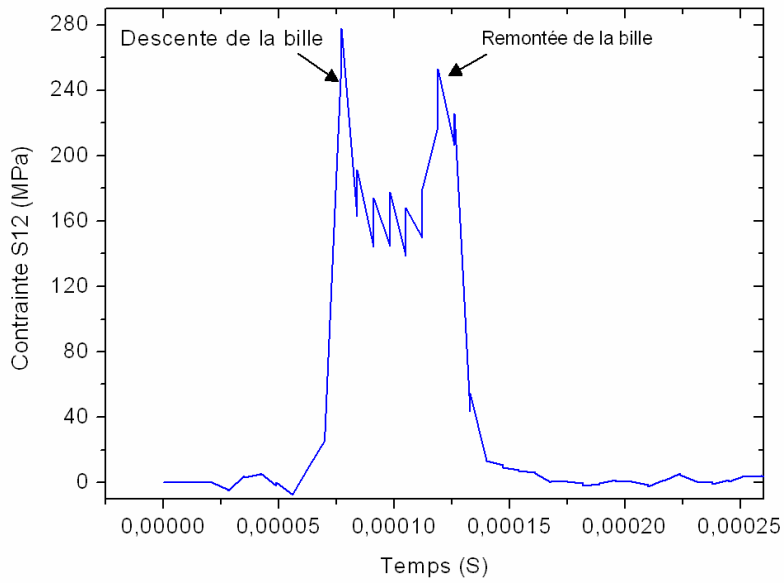


Figure IV-20 : Historique des contraintes S12 sur un nœud de l'interface au cours d'un impact

On peut alors imaginer deux conséquences directes de l'application de cette contrainte de cisaillement à l'interface lors des impacts répétés :

- La contrainte de cisaillement ainsi exercée dépasse la contrainte d'adhérence du dépôt et provoque une fissuration brutale de l'interface et l'écaillage du film

- la contrainte de cisaillement n'est pas suffisante pour provoquer la ruine immédiate du revêtement mais combinée à l'action des contraintes S_{11} dans le substrat à proximité de l'interface, provoque l'amorçage et/ou la propagation d'une fissure interfaciale qui va croître jusqu'à atteindre une taille critique. Sous l'effet des contraintes de compression résiduelles présentes dans le film (contraintes de structure dues à la méthode d'élaboration du film), ce défaut critique va alors provoquer le flambement mécanique du film et la formation d'une cloque.

Dans ce second cas, les cloques devraient statistiquement se former plutôt à la périphérie de l'empreinte, là où la contrainte de cisaillement est maximale.

Afin de compléter les observations, nous avons réalisé des coupes transversales de revêtement au travers des empreintes d'impact. La Figure IV-21 montre que les observations au MEB vont dans le même sens que les premières hypothèses issues de la modélisation numérique, on constate ainsi l'existence de zones de mauvaise adhérence.

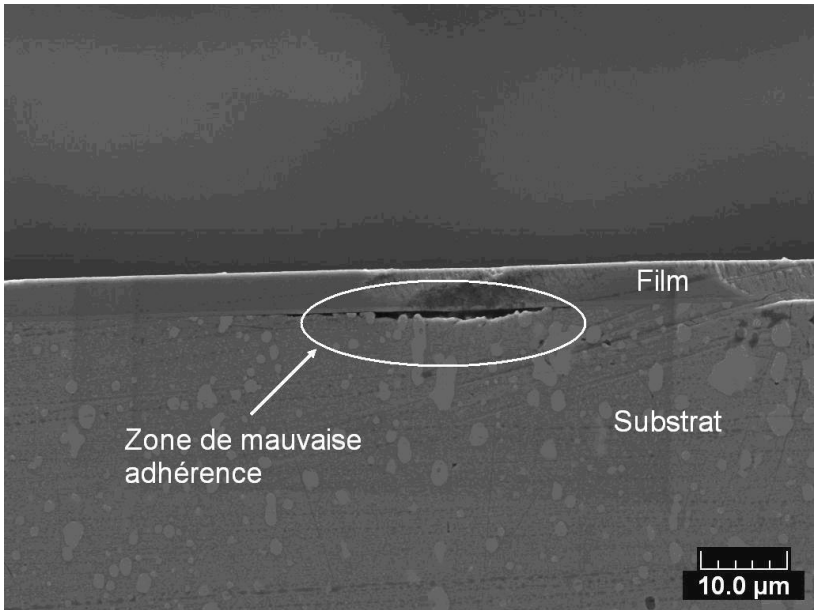


Figure IV-21 : Zone de mauvaise adhérence sur un dépôt CrN /M2 après 2000 impacts à 0,8 mJ

IV.4.3.2. Loi élastique (substrat traité)

Nous avons vu que, lorsque on utilise une loi de Hollomon comme loi de comportement du substrat, des contraintes de cisaillement S_{12} sont créées tout au long de l'interface lors de la descente et de la remontée de la bille. Nous pouvons émettre l'hypothèse que ces contraintes de cisaillement sont à l'origine du cloquage des films.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous allons considérer un substrat suffisamment dur pour qu'il n'y ait pas de déformation plastique sous impacts. Pour cela, dans le souci de simplifier la modélisation, nous avons gardé les mêmes modules de Young (300 GPa pour le film et 210 GPa pour le substrat) et nous avons choisi une loi de comportement purement élastique pour avoir un substrat suffisamment dur (sans déformation plastique).

On remarque alors que la contrainte S_{12} (Figure IV-22) le long de l'interface lors de la descente de l'indenteur évolue dans le même ordre de grandeur que pour un substrat qui a une loi de comportement de Hollomon. En effet l'intensité de cisaillement augmente en fonction de l'enfoncement de l'indenteur, elle passe de 170 MPa à 280 MPa lorsque l'enfoncement passe de 25% à 100%. Leurs points d'application se déplacent aussi le long de l'interface.

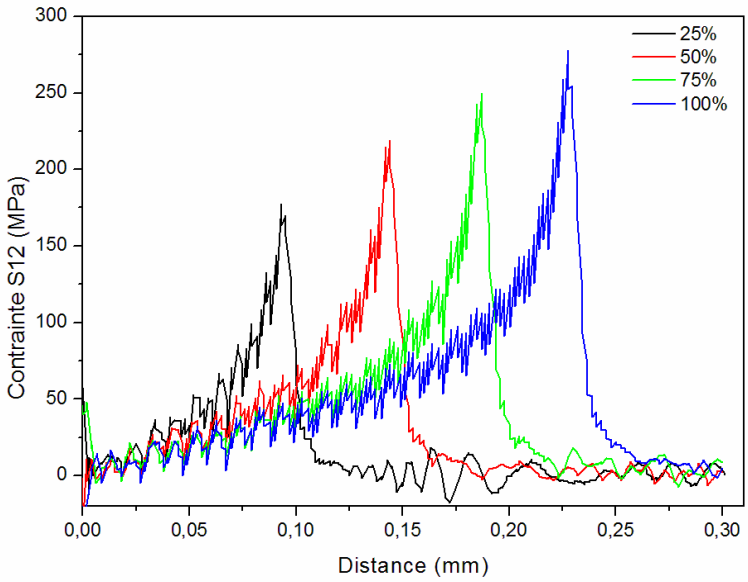


Figure IV-22 : Évolution des contraintes S_{12} à l'interface dépôt- substrat lors de la descente de l'indenteur pour un comportement élastique du substrat.

Comme il a été déjà observé dans le cas d'un substrat avec une loi de Hollomon, pour un comportement élastique du substrat, l'interface est doublement sollicitée par les contraintes de cisaillement S_{12}. La Figure IV-23 montre l'historique de la contrainte de cisaillement lors d'un

impact en un point de l'interface. On observe un cisaillement maximal $S_{12\ Max}$ (250 MPa) à la descente et à la remontée de la bille.

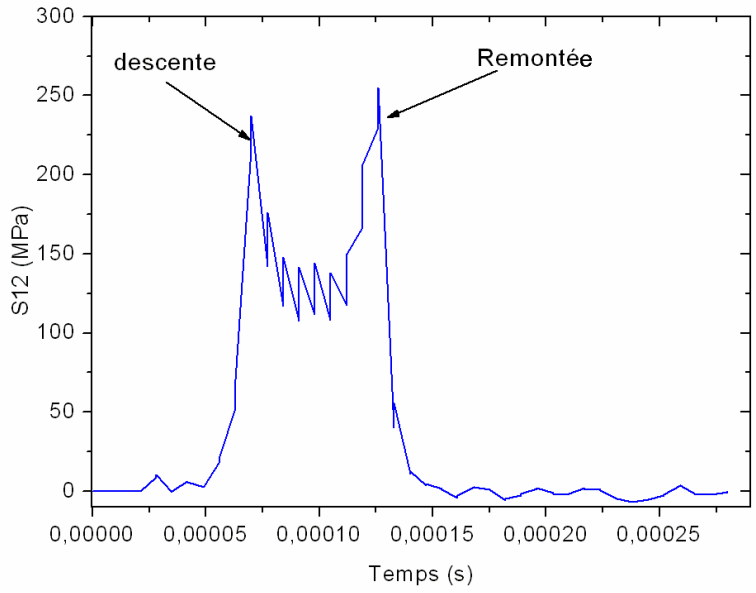


Figure IV-23 : Historique des contraintes S12 sur un nœud de l'interface au cours d'un impact

IV.4.3.3. Conclusion partielle

Dans cette partie, nous avons principalement montré que l'impact génère des contraintes de cisaillement relativement importantes à l'interface film- substrat.

Un point important est que la plastification du substrat n'influe pas vraiment sur l'intensité de cette contrainte de cisaillement. Nous pouvons donc conclure que ce n'est pas la plastification du substrat seule qui est à l'origine du phénomène de cloquage des films sous impact dans notre cas d'étude.

IV.5. Influence de la nature du contact (contact collant)

Après avoir réalisé tous nos calculs en considérant qu'il n'y a pas de frottement entre la bille et l'échantillon lors du contact, nous avons jugé nécessaire de réaliser des simulations dans le cas extrême d'un contact collant ($\mu = \infty$) afin de balayer tous les cas possibles.

IV.5.1. Comportement de substrat (loi de Hollomon)

Dans un premier temps, nous allons étudier l'effet d'un contact collant sur le substrat. La Figure IV-24 présente une cartographie de la déformation plastique après dix impacts pour un substrat avec une loi de Hollomon ; on remarque que la déformation plastique (2,4%) dans ce cas est plus importante que dans le cas d'un contact glissant (0,8 %). On constate aussi la disparition de la zone élastique juste au dessous de l'interface observée dans le cas d'un contact glissant.

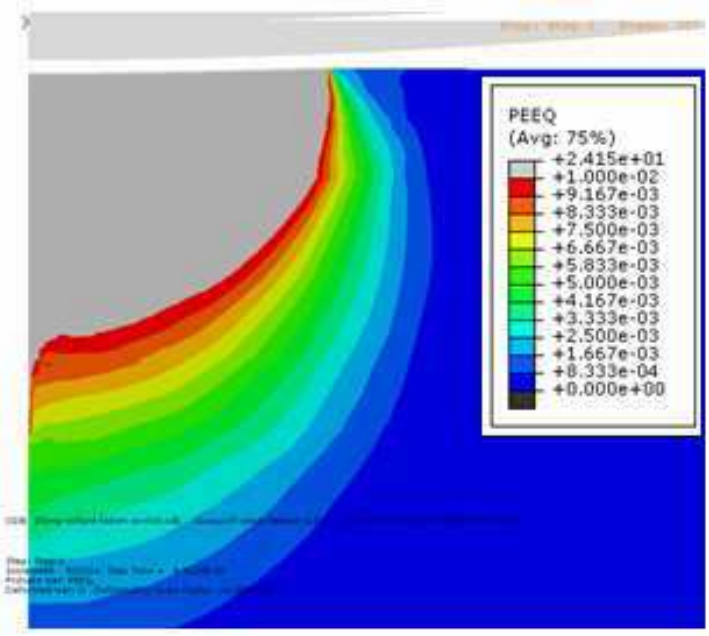


Figure IV-24 : cartographie de la déformation après 10 impacts

IV.5.2. Comportement à l'interface

Comme dans le cas d'un contact glissant, notre étude va se concentrer sur le cas des contraintes de cisaillement S_{12} à l'interface pour mieux comparer l'effet de la nature du contact. Nous allons voir aussi l'influence de la déformation plastique du substrat sur ces contraintes.

IV.5.2.1. Substrat non traité, Loi de Hollomon

D'une façon générale, l'évolution des contraintes de cisaillement à l'interface dans le cas d'un contact collant est très différente de celle d'un contact glissant. Comme la Figure IV-25 le montre, ces contraintes sont maximales tout le long du rayon de contact, avec des intensités très importantes (580 MPa). L'augmentation de l'intensité de ces contraintes est due à une

combinaison entre les contraintes qui sont induites lors de l'impact et celles qui sont dues au contact collant

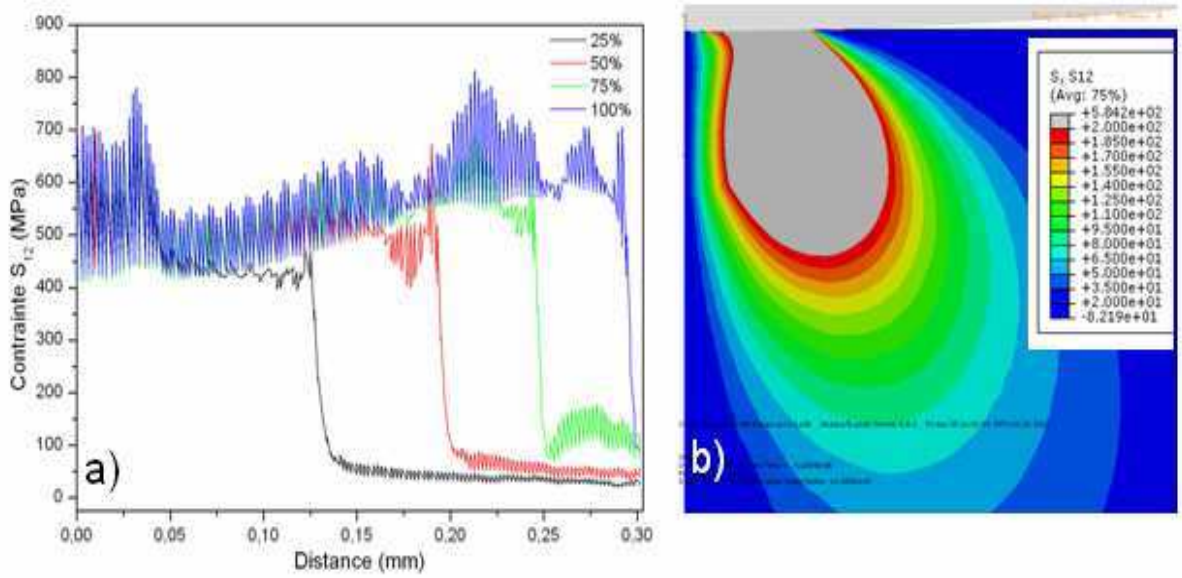


Figure IV-25 : Evolution des contraintes S12 dans le cas d'un contact collant pour un substrat non traité (loi de Hollomon). a) Évolution des contraintes S_{12} à l'interface dépôt- substrat lors de la descente de la bille lors de 10 ^{eme} impact. b) cartographie des contraintes S_{12} induites lors de 10 ^{eme} impacts

IV.5.2.2. Comportement élastique

Dans le cas d'un substrat purement élastique, on constate aussi que l'intensité des contraintes de cisaillement à 100 % d'enfoncement de la bille est plus importante (650 MPa) et que l'interface est cisaillée tout le long du rayon de contact. On observe aussi que la zone au centre du contact est assez peu cisaillée comparé au cas avec plasticité du substrat.

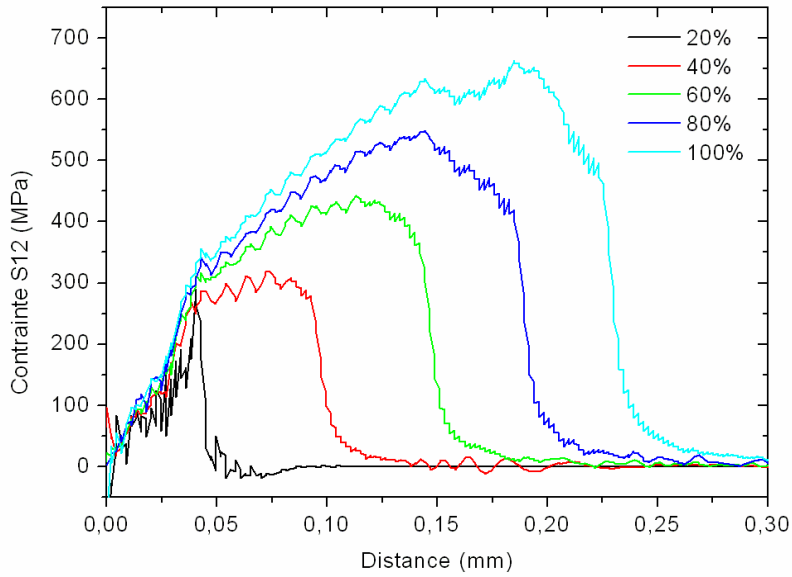


Figure IV-26: Evolution des contraintes S_{12} dans le cas d'un contact collant pour un substrat purement élastique

La Figure IV-27 présente l'historique des contraintes S_{12} sur un nœud de l'interface lors d'un impact dans le cas d'un contact collant pour un substrat purement élastique. On remarque donc à la différence du contact glissant, que l'interface est cisaillée pendant toute la durée de contact entre la bille et le film.

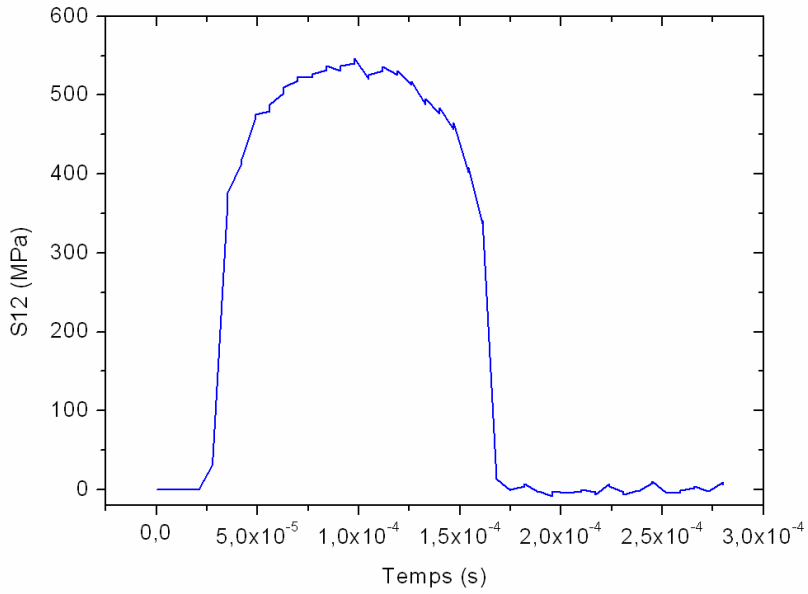


Figure IV-27 : Historique des contraintes S12 sur un nœud de l'interface lors d'un impact lors d'un contact collant pour un substrat purement élastique.

IV.6. Conclusion

Dans ce quatrième chapitre nous nous sommes intéressés à la simulation numérique d'impacts répétés d'une bille sur des dépôts CrN déposés sur des substrats avec différentes lois de comportement.

Dans un premier temps, nous avons comparé et validé les résultats obtenus par modélisation aux résultats expérimentaux.

A l'issu de ce travail nous avons émis l'hypothèse que la déformation plastique du substrat créait un champ de contraintes de traction (S_{11}) qui favorise la propagation de fissure du substrat jusqu'à l'interface et peut ainsi créer des zones de mauvaise adhérence.

Nous avons observé aussi que les contraintes de cisaillement S_{12} relativement importantes à l'interface pourraient solliciter des défauts en fatigue et créer des fissurations qui se propagent le long de l'interface pour créer des défauts d'adhérence amenant au cloquage.

Nous avons aussi démontré que le cisaillement de l'interface ne dépend pas du comportement mécanique du substrat. De ce fait on a conclu que la déformation plastique du substrat n'est pas la cause principale de la formation des cloques après impacts.

En revanche, la nature du contact (glissant/collant), si elle ne remet pas en cause l'existence de contraintes de cisaillement, modifie l'intensité de ces contraintes et leurs conditions d'application.

Comme la déformation plastique du substrat n'apparaît pas être à l'origine du cloquage des films, nous avons jugé nécessaire d'étudier la microstructure du substrat ce qui va faire l'objet du prochain chapitre.

Chapitre V. Influence de la microstructure du substrat

V.1. Introduction

Si le troisième chapitre nous a permis de mettre en évidence le phénomène de cloquage des films minces de CrN, l'existence d'une épaisseur critique et de relaxation de contraintes, le quatrième chapitre n'a pas pu expliquer pourquoi ce phénomène était plus prononcé sur un substrat ductile que dur alors que les champs de contraintes induites en particulier de cisaillement à l'interface sont tout à fait similaires. Puisque l'aspect mécanique ne semble pas être à l'origine de cette différence, nous allons dans ce dernier chapitre nous intéresser plus finement à la métallurgie du substrat. Nous nous proposons ici d'étudier l'influence de la microstructure sur la création des défauts d'adhérence. En fonction des résultats obtenus nous reviendrons sur l'effet de la dureté en utilisant un autre substrat à savoir le C45.

Dans les revêtements PVD, le phénomène de défaut de croissance est très bien connu et a été étudié par plusieurs auteurs [102], [103]. Les imperfections formées à la surface du substrat lors de son prétraitement ou lors de la déposition du film sont souvent un inconvénient pour l'application des revêtements. Elles peuvent entraîner une perte d'adhérence locale [104], des phénomènes de frottement interfacial, des vides et des piqûres de corrosion [105].

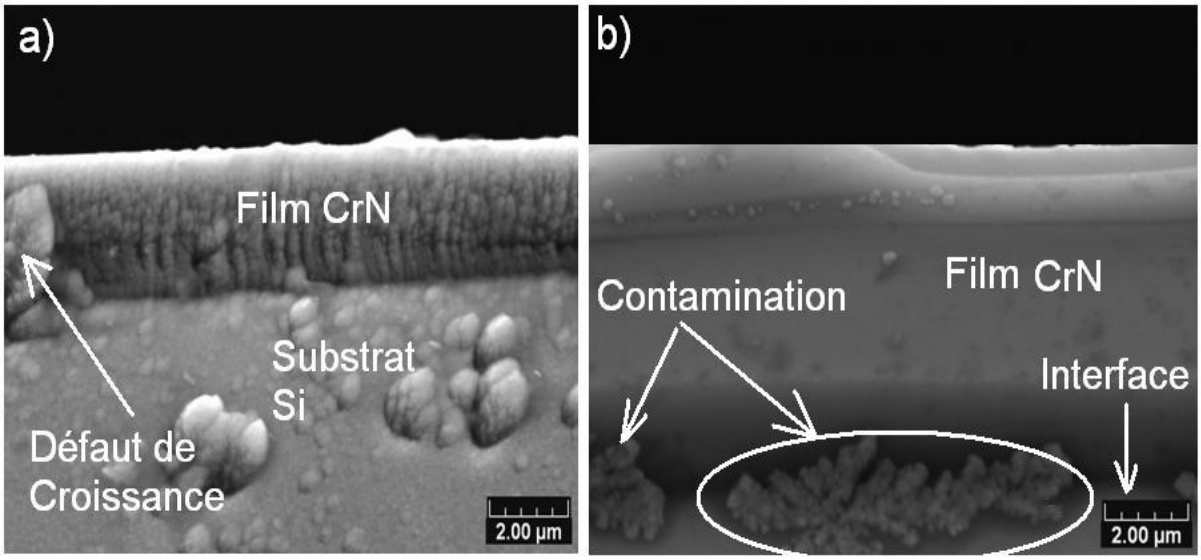


Figure V-1 : Image des défauts obtenus par MEB a) défaut de croissance b) zone de contamination

Dans la majorité des applications, ces imperfections de revêtement ne peuvent pas être tolérées. Par conséquent, il faut réduire au minimum la concentration de ces défauts de

croissance. En général, la plupart des défauts de revêtement sont produits par contamination par des particules étrangères, ou des poussières qui tombent sur la surface du substrat lors du traitement (Figure V-1b) avant et pendant la déposition. Cependant, des défauts peuvent apparaître aussi pendant le processus de dépôt (Figure V-1a) dont une partie d'entre eux peut provenir des arcs lors de la pulvérisation [106]. Cependant, le processus de dépôt étant identique pour tous les échantillons, il devrait générer les mêmes défauts et statiquement nous ne devrions pas détecter de différences significatives. L'origine de la différence de comportement est donc à rechercher au niveau de la microstructure des substrats.

V.2. Substrat M2 non traité

Les revêtements de CrN sont déposés sur des substrats en acier rapide de type M2 couramment utilisé pour des applications mécaniques sévères. Dans leur état non traité (i.e. brut de livraison) ils possèdent une dureté 230 Hv_{100g}.

Cet acier se caractérise généralement par une moyenne teneur en carbone, associée à des éléments d'alliages comme le chrome, le molybdène, le vanadium et le tungstène, avec une composition indiquée dans Tableau V-1 ci-dessous.

Tableau V-1 : Composition du substrat M2

Eléments	C	Cr	Mo	V	W
(%) massique (standard) [107]	0,78-0,88	3.75 - 4.5	4,5 – 5,5	1,6 – 2,2	5,5 – 6,75
(%) massique obtenu par (EDS)	/	4,11	5,26	2,17	6,49

Le molybdène et le tungstène confèrent à l'acier une très bonne résistance à l'usure via la présence de carbures très durs et le vanadium permet également de générer des carbures de très haute dureté.

La Figure V-2a représente la microstructure d'un substrat non traité obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) mettant en évidence l'existence de deux populations de carbures. Grâce un logiciel de traitement d'image on peut estimer que ces carbures représentent 36 % de la surface dont 8,5 % sont des carbures de Molybdène et de Tungstène et 27,5 % sont des carbures de Vanadium. (Figure V-2b).

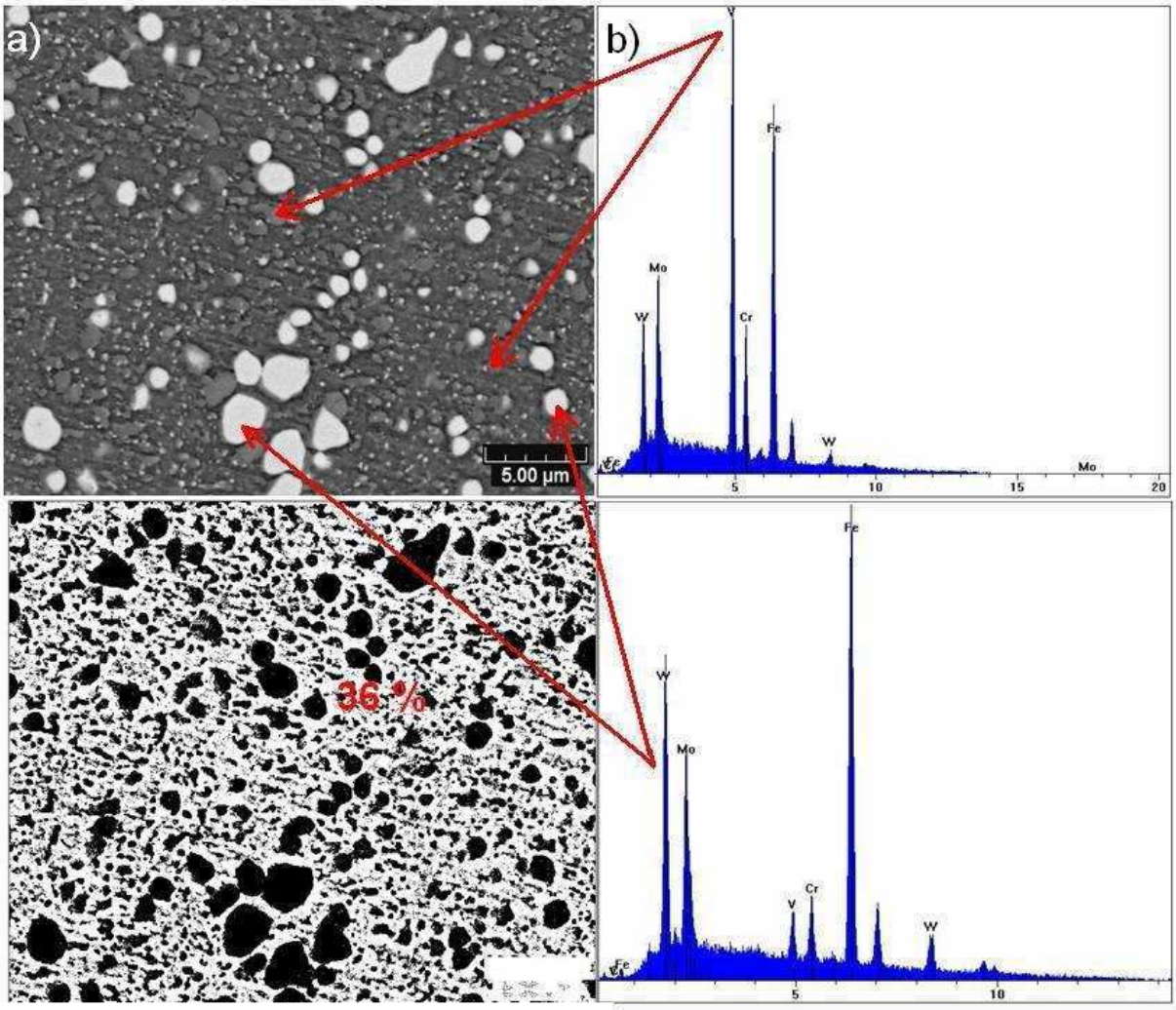


Figure V-2 : a) Micrographie obtenue par MEB sur un substrat M2 non traité b) Analyses EDS des deux populations de carbures

Cekada et al [108] ont étudié les défauts de croissance dans les films PVD déposés sur des substrats en acier de type M2. Ils ont constaté que le taux de pulvérisation des carbures du molybdène et du tungstène dans les aciers à outils est supérieur à celui de la matrice, tandis que le taux de pulvérisation de carbure de vanadium est inférieur. Ces différentes vitesses de pulvérisation lors du décapage créent des défauts avec des profondeurs différentes dans le substrat. Ceci est à rapprocher de la Figure V-3 qui montre clairement une zone de mauvaise adhérence entre le film de CrN et le substrat. La forte proportion des carbures dans la matrice du substrat semble ainsi contribuer à créer des défauts, puisqu'on constate des débris du carbure de molybdène, tungstène et vanadium juste à l'interface.

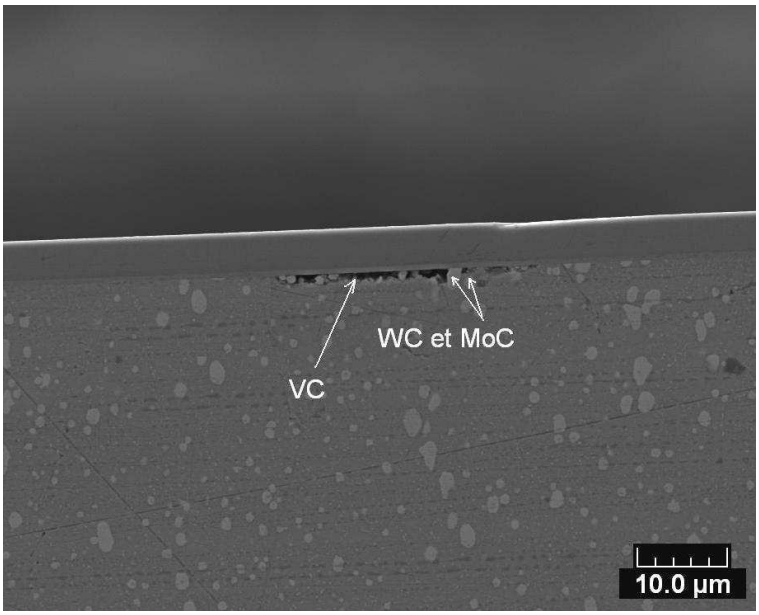


Figure V-3 : Zone de mauvaise adhérence obtenue avec un substrat M2 non traité

V.3. Substrat M2 traité

Ce sont les traitements thermiques qui fixent la microstructure de l'acier et par conséquent les propriétés mécaniques du matériau. Dans cette étude un cycle de traitement thermique (Figure V-4) a été réalisé pour avoir une dureté de 790 Hv_{100g}. A cet effet, l'acier M2 non traité subit une austénitisation à 1150 °c pendant 4 mn suivie d'une trempe dans l'huile. Après la trempe, le premier revenu à 550 °C pendant 1 heure et 30 minutes relaxe les contraintes résiduelles issues de la trempe et permet d'obtenir une martensite revenue et la précipitation de carbures secondaires. L'austénite résiduelle, issue de la première trempe, se transforme en martensite secondaire après le premier revenu. La martensite secondaire est ensuite adoucie pendant le second et le troisième revenu à 550 °C.

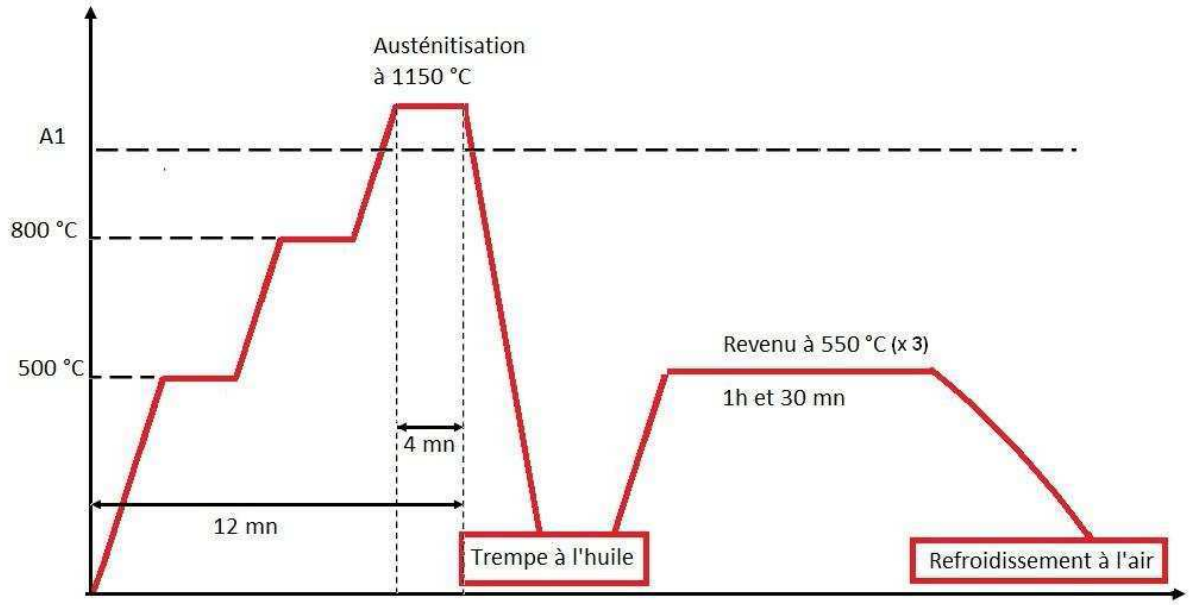


Figure V-4 : cycle de traitement réalisé sur des substrats M2

La microstructure du M2 trempé revenu est donc obtenue à l'issue de plusieurs traitements thermiques et étroitement liée à ces derniers. La Figure V-5a représente la structure martensitique sous forme de lattes obtenue après les trois revenus.

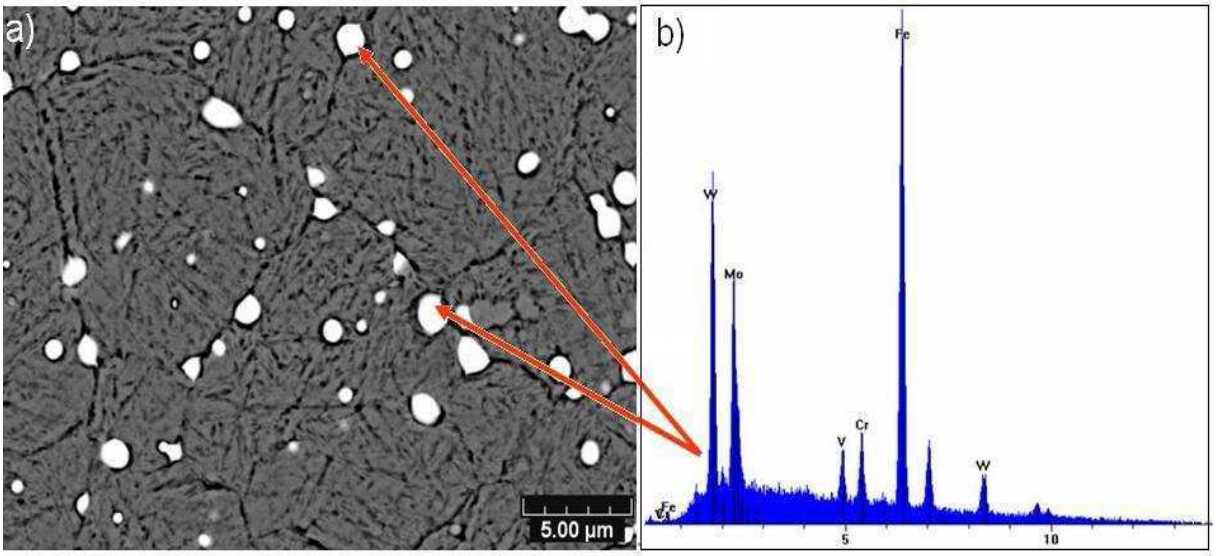


Figure V-5 : a) Micrographie obtenue par MEB sur un Substrat M2 traité b) Analyse EDS

En plus de la structure martensitique, on constate une diminution importante de la quantité des carbures dans la matrice. Seuls les carbures de molybdène et de tungstène (Figure V-5b) apparaissent dans la matrice avec une proportion de 3,94 %.

La diminution sensible du taux de carbures dans la matrice pourrait donc expliquer la bonne adhérence du dépôt de CrN et surtout la diminution des défauts d'adhérence à l'interface. Ceci

pourrait ainsi contribuer à l'absence de cloque pour les films déposés sur un acier M2 traité. En effet, en l'absence de défauts d'interface, le phénomène de fatigue lié à l'application cyclique des contraintes de cisaillement à l'interface sera beaucoup plus long et difficile. En revanche, dans le cas du M2 non traité, les défauts d'adhérence nombreux et étendus pourront très rapidement croître sous l'action des contraintes à l'interface pour atteindre la taille critique qui provoquera le cloquage.

V.4. Microscopie Acoustique

Afin de tenter d'aller plus loin dans l'étude et la compréhension de l'influence de la microstructure du substrat sur le mécanisme d'endommagement des films de CrN par flambement sous impacts répétés, en particulier pour pouvoir détecter des zones de décohésion entre le film et le substrat, il nous a semblé intéressant d'essayer de compléter nos analyses par d'autres techniques non destructives. Pour ce faire une collaboration a été engagée avec nos collègues de l'Institut Jean Lamour (IJL) de Nancy (Dr F. Cleymand). Cette collaboration nous a permis de réaliser des analyses par microscopie acoustique.

Cette technique consiste à sonder la réponse d'un matériau à la sollicitation mécanique produite par une onde acoustique de très haute fréquence [109], [110]. Diverses informations peuvent être extraites suite à cette sollicitation qui sont directement liées aux propriétés du matériau. En effet les images acoustiques obtenues fournissent des informations sur les propriétés mécaniques (densité, élasticité, viscosité, porosité, …etc.) et sur la structure (relief, micro-fissures, …etc.).

Ces images acoustiques d'échantillons ont quelques centimètres carrés de surface et quelques dizaines de micromètres d'épaisseur.

Cependant les résultats obtenus restent pour l'instant très timides. Nous avons été confrontés tout d'abord au problème de la résolution spatiale de l'instrument (1 µm). En effet la Figure V-6 représente les images obtenues en surface et en profondeur sur une empreinte d'impact sur un dépôt de CrN-1. Sur ces images il est impossible de distinguer l'interface entre le film et le substrat. A ce stade d'analyse il est donc difficile d'exploiter ces images. Cependant, dans l'hypothèse où les éléments apparaissant sur les images seraient effectivement des défauts d'interface, cela pourrait indiquer l'existence de nombreux défauts dont certains seraient de taille supérieure à celle des cloques visibles.

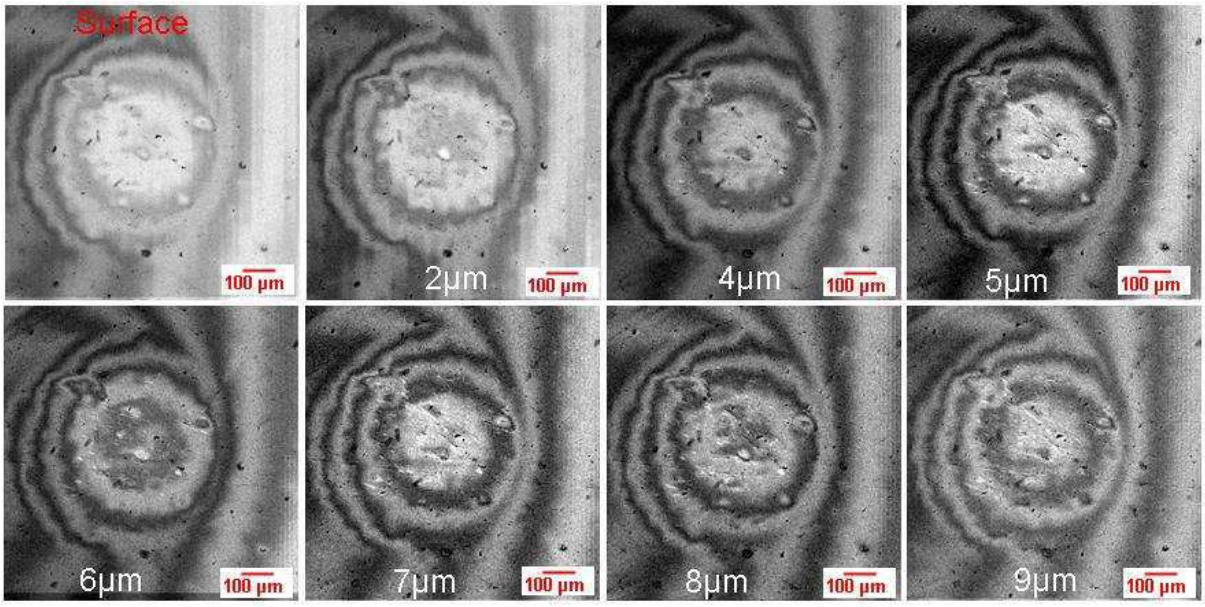


Figure V-6 : image obtenue par microscopie acoustique sur une empreinte en surface et en profondeur

Si ces premiers résultats ne sont clairement pas directement exploitables, l'idée de refaire d'autres analyses en utilisant un microscope avec une fréquence supérieur à 1 GHz est intéressante, car ainsi on devrait arriver à surmonter les problèmes liés à la résolution de l'instrument. L'idée aussi de réaliser des essais en mode V(z) sur les cloques a été suggérée dans l'espoir de détecter un changement de la signature du signal lorsqu'il traverse la cloque

Ces analyses, si elles sont fructueuses, pourraient permettre de faire le lien entre la microstructure du substrat et la présence de défauts d'interface et surtout d'observer l'évolution de ces défauts en fonction du nombre d'impacts. La formation des cloques à partir de ces défauts et l'écart possible entre leurs tailles respectives pourraient aussi être étudiés.

V.5. Influence de la dureté

Les analyses précédentes semblent donc avoir expliqué la sensibilité au cloquage différente entre le M2 traité et non traité par leur différence de microstructure, en particulier les populations de carbures indépendamment de leurs propriétés mécaniques.

Afin de clarifier ce dernier point, nous avons choisi de réaliser une dernière série d'essais sur un substrat de type C45 pour lequel des traitements thermiques appropriés permettent de faire varier la dureté sur une large plage (200 Hv – 600 Hv) sans formation de carbures complexes.

Le film de CrN a été déposé dans les mêmes conditions que le CrN-1 de telle sorte à avoir les mêmes propriétés mécaniques.

Par la suite, deux séries d'impacts (50 impacts et 100 impacts) ont été réalisées dans les mêmes conditions que celles citées dans le chapitre III à savoir l'utilisation d'une bille d'acier de 100Cr6 de 20 mm de diamètre avec une énergie d'impact de 0,8 mJ.

Un logiciel d'analyse d'image basé sur la transformation d'une image en niveaux de gris en une image binaire, ceci après avoir défini un seuil correspondant au cloquage du film, en deçà duquel le pixel deviendra blanc et au-delà duquel il deviendra noir, est utilisé pour déterminer le pourcentage de la surface cloquée par rapport à la surface de l'empreinte laissée lors de l'impact **SC/SA** (Figure V-7).

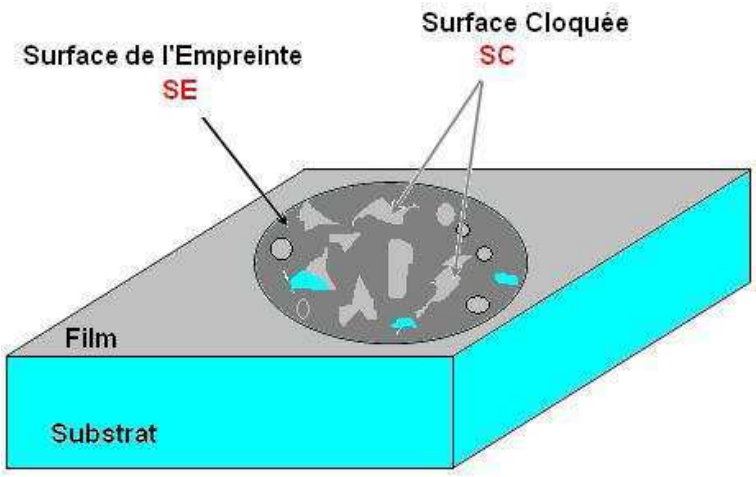


Figure V-7 : mesure du pourcentage de la surface cloquée dans l'empreinte.

Selon les deux courbes à 50 et 100 impacts (Figure V-8) et malgré l'importante dispersion des résultats, une tendance semble pourvoir être constatée, à savoir plus la dureté du substrat augmente plus le cloquage du film diminue. On peut donc observer plus ou moins de cloques pour des films pour des plages de dureté du substrat allant de 190 Hv jusqu'à 540Hv. Une dureté critique (540 Hv) semble être dégagée de cette étude au delà de laquelle aucun cloquage du film n'est constaté dans la limite de nos conditions d'essais.

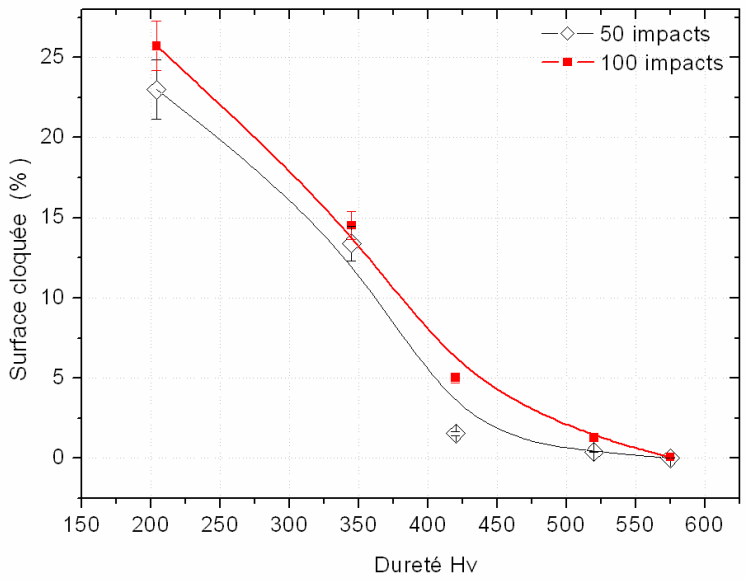


Figure V-8 : Evolution du pourcentage de cloquage en fonction de la dureté du substrat C45

Ces résultats sont cohérents avec les observations déjà réalisées sur l'acier M2, dans le sens où on a cloquage du film lorsque le substrat avait une dureté de 230 Hv_{100g} et une disparition complète des cloques lorsqu'on a un acier M2 traité avec une dureté de 790 Hv_{100g}.

Ainsi, même si la microstructure particulière du M2 non traité avec la présence de deux populations de carbures différentes est sans doute propice aux défauts d'interface et par la suite à l'amorçage et la propagation rapide de fissures interfaciales sous l'effet des contraintes de cisaillement, il ne reste pas moins que la dureté du substrat semble jouer un rôle déterminant dans le phénomène de cloquage.

Ce rôle qui n'a pas pu être mis en évidence par la modélisation numérique des impacts est pourtant une évidence expérimentale. Cette contradiction avait déjà été soulignée par V. Bouvier [111] dans le cadre de l'étude de l'usure sous impacts qui avait évoqué l'effet de la pression hydrostatique sans pouvoir le mettre en évidence au travers sa modélisation.

V.6. Conclusion

Dans ce cinquième chapitre nous avons étudié l'influence de la microstructure du substrat sur le cloquage. La présence d'une forte proportion de carbures dans le substrat M2 non traité semble contribuer à créer des défauts à l'interface qui pourront très rapidement croître sous l'action des contraintes pour atteindre la taille critique qui provoquera le cloquage. Inversement une diminution sensible du taux de carbures dans le substrat traité pourrait expliquer la bonne adhérence du dépôt CrN et surtout la diminution des défauts d'adhérence à l'interface. Ceci pourrait ainsi contribuer à l'absence de cloques dans ce cas là. En effet en l'absence de défauts d'interface, le phénomène de fatigue lié à l'application cyclique des contraintes de cisaillement à l'interface sera beaucoup plus long et difficile.

Cependant l'influence de la dureté du substrat ne peut pas complètement être exclue et une dernière série d'essais sur des substrats de C45 traités pour atteindre différents niveaux de dureté semblent indiquer un cloquage plus aisé sur les substrats ductiles. Ce fait expérimental n'est pourtant pas directement explicable par les résultats numériques. En effet, si la modélisation peut révéler quelques différences entre les niveaux de contraintes atteintes lors des impacts, ces écarts restent a priori modestes et ne semblent pas pouvoir à eux seuls justifier une telle différence de comportement.

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Dans le cadre de ce travail nous avions comme objectif d'étudier le comportement et les mécanismes d'endommagement de dépôts minces élaborés par PVD sous impacts répétés

Pour ce faire, partant d'un dispositif possédant une fiabilité industrielle, c'est à dire garantissant la reproductibilité des cycles, après l'avoir instrumenté, transformé en impacteur à énergie d'impact contrôlée, nous avons pu ainsi le caractériser en termes de force d'impact (50-2500N), d'énergie d'impact (0,2-100 mJ).

Une fois nos dépôts de CrN, dont les propriétés sont conformes à la littérature, élaborés et caractérisés, nous avons réalisé des essais d'impacts afin d'étudier les mécanismes d'endommagements des dépôts minces. Au cours de cette étude, un mécanisme d'endommagement par flambement sous impact a été observé et confirmé.

Ce phénomène de cloquage a fait l'objet de plusieurs études antérieures. Ainsi différents modèles ont été proposés pour appréhender ce mécanisme d'endommagement des dépôts minces. Partant de l'équation (III-3) qui représente la contrainte à atteindre dans le film pour provoquer le cloquage, nous avons démontré que ce phénomène dépend dans un premier temps de l'épaisseur de film, et nous avons défini une valeur critique à partir de laquelle il n'y a plus de cloquage. Ce résultat est globalement en accord avec l'équation (III-3). En effet lorsque l'épaisseur augmente, la contrainte critique augmente également. Parallèlement le phénomène de cloquage induit une relaxation de contrainte que nous avons pu mettre en évidence et estimer grâce à la spectroscopie Raman.

L'absence de cloques (dans la limite de nos conditions expérimentales) lors de l'utilisation d'un substrat dur (790 Hv_{100}), nous a conduits à nous poser des questions sur le rôle de la déformation plastique du substrat sur la formation des cloques.

Pour répondre à cette question, nous avons jugé nécessaire de quantifier le comportement mécanique lors de l'impact en identifiant les contraintes induites dans le film et le substrat. Ceci a nécessité une modélisation par éléments finis de l'impact.

Dans un premier temps, nous avons comparé les résultats obtenus par modélisation aux résultats expérimentaux afin de valider notre modèle. Ainsi la comparaison des résultats

numériques et ceux mesurés par les capteurs a confirmé le bon choix des capteurs, la précision des mesures et a donc validé la modélisation numérique réalisée.

Disposant d'un modèle validé, nous avons examiné dans un deuxième temps la distribution des champs de contraintes et de déformations dans le substrat et l'interface pour deux lois de comportements différentes du substrat, à savoir une loi dite D'Hollomon (substrat non traité) et une loi purement élastique (substrat dur).

A l'issue de ce travail nous avons émis l'hypothèse que la déformation plastique du substrat créait un champ de contraintes de traction (S_{11}) qui peut favoriser la propagation de fissure du substrat jusqu'à l'interface et peut ainsi créer des zones de mauvaise adhérence.

Nous avons observé aussi que les contraintes de cisaillement S_{12} relativement importantes à l'interface pourraient solliciter des défauts en fatigue ou créer des fissurations qui se propagent le long de l'interface pour créer des défauts d'adhérence de taille critique amenant au cloquage.

Nous avons aussi démontré que le cisaillement de l'interface ne dépend pas directement de la nature ductile ou non du substrat. De ce fait on a conclu que la déformation plastique du substrat n'est pas la cause principale de la formation des cloques après impacts.

Comme la déformation plastique du substrat n'apparaît pas être seule à l'origine de cloquage des films. Nous avons jugé nécessaire de rechercher la solution dans la microstructure du substrat.

L'étude de l'influence de la microstructure du substrat sur le cloquage a montré que la présence d'une forte proportion de carbures dans le substrat M2 non traité semble contribuer à créer des défauts à l'interface. Ces défauts pourront très rapidement croître sous l'action des contraintes à l'interface pour atteindre la taille critique qui provoquera le cloquage. La diminution sensible du taux de carbures dans le substrat traité pourrait expliquer la meilleure adhérence du dépôt de CrN et surtout la diminution des défauts d'adhérence à l'interface. Ceci pourrait ainsi contribuer à l'absence de cloques lorsque les échantillons sont sollicités sous impacts répétés. En effet, en l'absence de défauts d'interface, le phénomène de fatigue lié à l'application cyclique des contraintes de cisaillement à l'interface sera beaucoup plus long et difficile.

Cependant, des essais d'impacts sur des films déposés sur un deuxième substrat, i.e. C45 avec différentes duretés nuancent ces résultats. En effet dans le cas du C45, la modification de dureté sans modification de la nature des carbures présents amène malgré toute une différence significative de l'aptitude au cloquage. Les liens qui relient dureté-microstructure-cloquage du film sont donc sans doute beaucoup plus complexes que ce que nous laissaient penser nos

premières expériences et la clarification de ces relations nécessitera très certainement une étude à part entière. En particulier, une maîtrise très fine de la microstructure, si possible indépendamment de la dureté est nécessaire et un examen beaucoup plus approfondi des résultats de la modélisation par éléments finis dans les différents cas devra être conduit.

Au terme de ces travaux, il serait également intéressant de refaire les analyses par microscopie acoustique avec des conditions opératoires mieux adaptées pour détecter d'éventuels défauts et micro fissures à l'interface et dans le substrat.

Ces essais de microscopie acoustique à plus haute fréquence (>1GHz) pourraient alors permettre non seulement de visualiser les défauts d'interface avant même le cloquage visible du film mais aussi de suivre leur évolution en fonction du nombre d'impacts réalisés et ainsi de pouvoir proposer une loi de propagation de fissure interfaciale. Cet objectif passe non seulement par un contrôle in situ de l'avancement de la fissure mais également sans doute par l'obtention d'un état de défauts initiaux de référence bien contrôlé. Le principe de création de défauts d'interface contrôlés a été posé, les expérimentations restent à réaliser.

A la fin de cette thèse, une campagne d'essais d'impacts a également été réalisée en plaçant un capteur d'émission acoustique sur le substrat. Malheureusement faute de temps (matériel de prêt) nous n'avons pas pu dépouiller complètement les résultats. Il serait intéressant de vérifier en particulier si les signaux enregistrés comportent la signature de fissuration du substrat ou de l'interface.

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

[1] N. Stern, “Stern Review on the Economics of Climate Change,” *Cabinet Office*, Treasury. 2006.

[2] F. Ledrappier, “Méthodologie d’etude pour optimiser la tenue en fatigue superficielle de dépôts minces,” *Thèse de doctorat de l' Ecole Centrale de Lyon*, Sep. 2005.

[3] S.D.A. Lawes, S. Hainsworth, et M. Fitzpatrick, “Impact wear testing of diamond-like carbon films for engine valve-tappet surfaces,” *Wear*, vol. 268, n°. 11, p. 1303-1308, Mai. 2010.

[4] C. P. Treutler, “Industrial use of plasma-deposited coatings for components of automotive fuel injection systems,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, n°. 5, p. 1969-1975, Nov. 2005.

[5] K. Bouzakis et A. Siganos, “Fracture initiation mechanisms of thin hard coatings during the impact test,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 185, n°. 2, p. 150-159, 2004.

[6] K. Fujita et A. Yoshida, “Surface fatigue failure of case-hardened nickel- chromium steel rollers under pure rolling and sliding-rolling contacts,” *Wear*, vol. 51, n°. 2, p. 365-374, Déc. 1978.

[7] W. Heinke, A. Leyland, A. Matthews, G. Berg, C. Friedrich, et E. Broszeit, “Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests,” *Thin Solid Films*, vol. 270, n°. 1, p. 431-438, 1995.

[8] Y. Gachon, “Etude de l’érosion par des particules solides de revêtement multicouches obtenus par procédé PVD sur substrat métallique (base titane),” *Thèse de doctorat de l' Ecole Centrale de Lyon*, 1997.

[9] G. Wei, A. Rar, et J. A. Barnard, “Composition, structure, and nanomechanical properties of DC-sputtered CrNx (0<=x<=1) thin films,” *Thin Solid Films*, vol. 398, p. 460-464, Nov. 2001.

[10] J. Musil et J. Vlcek, “Magnetron sputtering of hard nanocomposite coatings and their properties,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 142, p. 557-566, Juillet. 2001.

[11] R. Gahlin, M. Bromark, P. Hedenqvist, S. Hogmark, et G. Hakansson, “Properties of TiN and CrN coatings deposited at low temperature using reactive arc-evaporation,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 76, n°. 1, p. 174-180, Nov. 1995.

[12] B. Navinsek, P. Panjan, et A. Cvelbar, “Characterization of low temperature CrN and TiN (PVD) hard coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 74, n°. 1, p. 155-161, Sep. 1995.

[13] M. Nordin, M. Larsson, et S. Hogmark, “Mechanical and tribological properties of multilayered PVD TiN/CrN,” *Wear*, vol. 232, n°. 2, p. 221-225, Oct. 1999.

[14] Y. M. Zhou, R. Asaki, K. Higashi, W. H. Soe, et R. Yamamoto, “Sliding wear behavior of polycrystalline TiN/CrN multilayers against an alumina ball,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 130, n°. 1, p. 9-14, Aoû. 2000.

[15] Z. Zhang et al., “Microstructures and tribological properties of CrN/ZrN nanoscale multilayer coatings,” *Applied Surface Science*, vol. 255, n°. 7, p. 4020-4026, Jan. 2009.

[16] Z. Zhang et al., “Influence of Ni content on the structure and properties of Cr-Ni-N coatings prepared by direct current magnetron sputtering,” *Thin Solid Films*, vol. 517, n°. 11, p. 3304-3309, Avr. 2009.

[17] R. Gahlin, M. Bromark, P. Hedenqvist, S. Hogmark, et G. Hakansson, “Properties of TiN and CrN coatings deposited at low temperature using reactive arc-evaporation,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 76, n°. 1, p. 174-180, Nov. 1995.

[18] C. Gautier et J. Machet, “Study of the growth mechanisms of chromium nitride films deposited by vacuum ARC evaporation,” *Thin Solid Films*, vol. 295, n°. 1, p. 43-52, Fév. 1997.

[19] S. Ortmann, A. Savan, Y. Gerbig, et H. Haefke, “In-process structuring of CrN coatings, and its influence on friction in dry and lubricated sliding,” *Wear*, vol. 254, n°. 11, p. 1099-1105, Oct. 2003.

[20] P. Hones, R. Sanjines, et F. Levy, “Characterization of sputter-deposited chromium nitride thin films for hard coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 94, p. 398-402, Oct. 1997.

[21] M. Odén, J. Almer, G. Hakansson, et M. Olsson, “Microstructure-property relationships in arc-evaporated Cr-N coatings,” *Thin Solid Films*, vol. 377, p. 407-412, Déc. 2000.

[22] M. Odén, C. Ericsson, G. Hakansson, et H. Ljungcrantz, “Microstructure and

mechanical behavior of arc-evaporated Cr-N coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 114, n°. 1, p. 39-51, Avr. 1999.

[23] T. Polcar, N. Parreira, et R. Novak, "Friction and wear behaviour of CrN coating at temperatures up to 500 °C," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, n°. 9, p. 5228-5235, Fév. 2007.

[24] A. Tricoteaux, P. Y. Jouan, J. D. Guerin, J. Martinez, et A. Djouadi, "Fretting wear properties of CrN and Cr2N coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 174, p. 440-443, Sep. .

[25] B. Navinsek, P. Panjan, et A. Cvelbar, "Characterization of low temperature CrN and TiN (PVD) hard coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 74, n°. 1, p. 155-161, Sep. 1995.

[26] S. Han et al., "Effect of metal vapor vacuum arc Cr-implanted interlayers on the microstructure of CrN film on silicon," *Thin Solid Films*, vol. 436, n°. 2, p. 238-243, Juillet. 2003.

[27] L. Cunha et M. Andritschky, "Residual stress, surface defects and corrosion resistance of CrN hard coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 111, n°. 2, p. 158-162, Jan. 1999.

[28] O. Knotek, R. Elsing, G. Kramer, et F. Jungblut, "On the origin of compressive stress in PVD coatings - an explicative model," *Surface and Coatings Technology*, vol. 46, n°. 3, p. 265-274, Sep. 1991.

[29] V. Valvoda, A. J. Perry, L. Hultman, J. Musil, et S. Kadlec, "On picostructural models of physically vapor-deposited films of titanium nitride," *Surface and Coatings Technology*, vol. 49, n°. 1, p. 181-187, Déc. 1991.

[30] M. Gelfi, G. La Vecchia, N. Lecis, et S. Troglio, "Relationship between through-thickness residual stress of CrN-PVD coatings and fatigue nucleation sites," *Surface and Coatings Technology*, vol. 192, n°. 2, p. 263-268, Mar. 2005.

[31] M. D. Thouless, H. C. Cao, et Mataga, "Delamination from surface cracks in composite materials," *Journal of Materials Science*, vol. 24, p. 1406-1412, Sep. 1989.

[32] A. Strawbridge et H. E. Evans, "Mechanical failure of thin brittle coatings," *Engineering Failure Analysis*, vol. 2, n°. 2, p. 85-103, Juin. 1995.

[33] C. Coupeau, "From thin film and coating buckling structures to mechanical properties," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 483, p. 617-619, Juin. 2008.

[34] C. Coupeau et al., "Evidence of plastic damage in thin films around buckling structures," *Thin Solid Films*, vol. 469, p. 221-226, Déc. 2004.

[35] Z. Aslan et M. Sahin, “Buckling behavior and compressive failure of composite laminates containing multiple large delaminations,” *Composite Structures*, vol. 89, n°. 3, p. 382-390, Juillet. 2009.

[36] M. Y. He, A. G. Evans, et J. W. Hutchinson, “Interface cracking phenomena in constrained metal layers,” *Acta Materialia*, vol. 44, n°. 7, p. 2963-2971, Juillet. 1996.

[37] M. He, A. Evans, et J. Hutchinson, “Effects of morphology on the decohesion of compressed thin films,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 245, n°. 2, p. 168-181, 1998.

[38] B. L. French et J. C. Bilello, “In situ observations of the real-time stress-evolution and delamination of thin Ta films on Si(100),” *Thin Solid Films*, vol. 446, n°. 1, p. 91-98, Jan. 2004.

[39] J. Song et al., “Buckling of a stiff thin film on a compliant substrate in large deformation,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 45, n°. 10, p. 3107-3121, Mai. 2008.

[40] G. Parry, J. Colin, C. Coupeau, F. Foucher, A. Cimetière, et J. Grilhé, “Effect of substrate compliance on the global unilateral post-buckling of coatings: AFM observations and finite element calculations,” *Acta Materialia*, vol. 53, n°. 2, p. 441-447, 2005.

[41] G. Parry, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé, “Buckling and post-buckling of stressed straight-sided wrinkles: experimental AFM observations of bubbles formation and finite element simulations,” *Acta Materialia*, vol. 52, n°. 13, p. 3959-3966, Aoû. 2004.

[42] B. Audoly, “Élasticité et géométrie : de la rigidité des surfaces à la délamination en fil téléphone,” *Thèse de doctorat de l'université Paris VI*, Jan. 2000.

[43] M. Zhao, J. Zhou, F. Yang, T. Liu, et T. Zhang, “Effects of substrate compliance on circular buckle delamination of thin films,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 74, n°. 15, p. 2334-2351, 2007.

[44] J. Wang et A. Evans, “Effects of strain cycling on buckling, cracking and spalling of a thermally grown alumina on a nickel-based bond coat,” *Acta Materialia*, vol. 47, n°. 2, p. 699-710, Jan. 1999.

[45] J. Wang et A. G. Evans, “Measurement and analysis of buckling and buckle propagation in compressed oxide layers on superalloy substrates,” *Acta Materialia*, vol. 46, n°. 14, p. 4993-5005, Sep. 1998.

[46] J. Wang et A. Evans, “Effects of strain cycling on buckling, cracking and spalling of a

thermally grown alumina on a nickel-based bond coat," *Acta Materialia*, vol. 47, n°. 2, p. 699-710, Jan. 1999.

[47] K. L. JOHNSON, "Contact Mechanic," *Cambridge University Press*, 1985.

[48] G. Béranger et H. MazilLe, "Corrosion des métaux et alliage - Mécanisme et phénomènes.," *Hermes sciens publications*, 2002.

[49] S. Hunter, "Energy absorbed by elastic waves during impact," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 5, n°. 3, p. 162-171, 1957.

[50] A. M. Dias, J. P. Nobre, et R. Gras, "Resistance of a ductile steel surface to spherical normal impact indentation: Use of a pendulum machine," *Wear*, vol. 211, n°. 2, p. 226-236, Nov. 1997.

[51] O. Knotek, B. Bosserhoff, A. Schrey, T. Leyendecker, O. Lemmer, et S. Esser, "A new technique for testing the impact load of thin films: the coating impact test," *Surface and Coatings Technology*, vol. 54, n°. 1, p. 102-107, Nov. 1992.

[52] O. Knotek, E. Lugscheider, F. Loffler, A. Schrey, et B. Bosserhoff, "Behaviour of CVD and PVD coatings under impact load," *Surface and Coatings Technology*, vol. 68, p. 253-258, Déc. 1994.

[53] K. Bouzakis, N. Vidakis, T. Leyendecker, O. Lemmer, H. Fuss, et G. Erkens, "Determination of the fatigue behaviour of thin hard coatings using the impact test and a FEM simulation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 86, n°. 2, p. 549-556, 1996.

[54] K. Bouzakis, N. Vidakis, T. Leyendecker, G. Erkens, et R. Wenke, "Determination of the fatigue properties of multilayer PVD coatings on various substrates, based on the impact test and its FEM simulation," *Thin Solid Films*, vol. 308, p. 315-322, 1997.

[55] K. Bouzakis et al., "Experimental and FEM Analysis of the Fatigue Behaviour of PVD Coatings on HSS Substrate in Milling," *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 47, n°. 1, p. 69-72, 1998.

[56] J. Batista, C. Godoy, et A. Matthews, "Impact testing of duplex and non-duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 163, p. 353-361, 2003.

[57] K. -. Bouzakis, N. Vidakis, et K. David, "The concept of an advanced impact tester supported by evaluation software for the fatigue strength characterization of hard layered media," *Thin Solid Films*, vol. 355, p. 322-329, Nov. 1999.

[58] K. Bouzakis, A. Siganos, T. Leyendecker, et G. Erkens, "Thin hard coatings fracture propagation during the impact test," *Thin Solid Films*, vol. 460, n°. 1, p. 181-189, 2004.

[59] K. Bouzakis et al., "Determination of mechanical properties of electron beam-physical

vapor deposition-thermal barrier coatings (EB-PVD-TBCs) by means of nanoindentation and impact testing," *Surface and Coatings Technology*, vol. 163, p. 75-80, 2003.

[60] M. Bielawski et W. Beres, "FE modelling of surface stresses in erosion-resistant coatings under single particle impact," *Wear*, vol. 262, n°. 1, p. 167-175, 2007.

[61] S. Hassani, M. Bielawski, W. Beres, M. Balazinski, L. Martinu, et J. Klemberg-Sapieha, "Impact stress absorption and load spreading in multi-layered erosion-resistant coatings," *Wear*, vol. 268, n°. 5, p. 770-776, Fév. 2010.

[62] S. Hassani, M. Bielawski, W. Beres, L. Martinu, M. Balazinski, et J. Klemberg-Sapieha, "Predictive tools for the design of erosion resistant coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 203, n°. 3, p. 204-210, 2008.

[63] A. Billard et F. Perry, "Pulvérisation cathodique magnétron," *Techniques de l'ingénieur*, 2005.

[64] Z. Zhang, O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong, et C. Coddet, "Microstructures and corrosion behaviors of Zr modified CrN coatings deposited by DC magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 82, n°. 11, p. 1332-1336, Juin. 2008.

[65] G. G. Stoney, "The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, vol. 82, n°. 553, p. 172 -175, Mai. 1909.

[66] H. BUCKLE, "L'essai de microdureté et ses applications," *Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air*, 1960.

[67] W. Oliver et G. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," *Journal of Materials Research*, vol. 19, n°. 1, p. 3-20, 2004.

[68] A. Sekkal, "Etude des transformations tribologiques de surface ou " TTS " induites par impacts à énergie contrôlée," *Thèse de doctorat de l' Ecole Centrale de Lyon*, 2000.

[69] B. GAIFFE et G. GODARD, "Mise au point d'un système d'acquisition et de traitement de données sous LabView pour machine de chocs," *Rapport de projet OSEO J080*, 2009.

[70] Z. Zhang, O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong, et C. Coddet, "Control of microstructures and properties of dc magnetron sputtering deposited chromium nitride films," *Vacuum*, vol. 82, n°. 5, p. 501-509, Jan. 2008.

[71] C. Zou, H. Wang, M. Li, C. Liu, L. Guo, et D. Fu, "Characterization and properties of CrN films deposited by ion-source-enhanced middle frequency magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 83, n°. 8, p. 1086-1090, Mai. 2009.

[72] H. Chen et F. Lu, “Oxidation behavior of chromium nitride films,” *Thin Solid Films*, vol. 515, n°. 4, p. 2179-2184, Déc. 2006.

[73] R. Siab, C. Huvier, M. Kemdehoundja, J. Grosseau-Poussard, et J. Dinhut, “On the relation between damage rate and stress level evolution in [alpha]-Cr2O3 thin films growing on Ni-33at%Cr,” *Corrosion Science*, vol. 51, n°. 9, p. 2246-2248, Sep. 2009.

[74] J. -. Wang et A. G. Evans, “Measurement and analysis of buckling and buckle propagation in compressed oxide layers on superalloy substrates,” *Acta Materialia*, vol. 46, n°. 14, p. 4993-5005, Sep. 1998.

[75] Romain-Latu, “Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-electroniques,” *Thèse de doctorat de L’INP de Grenoble*, Déc. 2006.

[76] C. GENZEL, “A study of X-ray residual stress gradient analysis in thin layers with strong fibre texture. I. Evaluation of the stress factors Fij,” *Physica status solidi. A. Applied research*, vol. 165, p. 347-360, 1998.

[77] L. Clément, R. Pantel, L. F. T. Kwakman, et J. L. Rouvière, “Strain measurements by convergent-beam electron diffraction: The importance of stress relaxation in lamella preparations,” *Applied Physics Letters*, vol. 85, n°. 4, p. 651, 2004.

[78] S. Villert, C. Maurice, C. Wyon, et R. Fortunier, “Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD,” *Journal of Microscopy*, vol. 233, n°. 2, p. 290-301, 2009.

[79] COUSSA-SIMON, “ETUDE DU VERRE D’OXYDES LBG :des propriétés optiques non linéaires au comportement sous haute pression,” *Thèse doctorat de l’université CLAUDE BERNARD-LYON 1*, 2008.

[80] H. C. Barshilia, B. Deepthi, N. Selvakumar, A. Jain, et K. Rajam, “Nanolayered multilayer coatings of CrN/CrAlN prepared by reactive DC magnetron sputtering,” *Applied Surface Science*, vol. 253, n°. 11, p. 5076-5083, Mar. 2007.

[81] W. H. Zhang et J. H. Hsieh, “Tribological behavior of TiN and CrN coatings sliding against an epoxy molding compound,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 130, n°. 2, p. 240-247, Aoû. 2000.

[82] C. Zou, H. Wang, M. Li, C. Liu, L. Guo, et D. Fu, “Characterization and properties of CrN films deposited by ion-source-enhanced middle frequency magnetron sputtering,” *Vacuum*, vol. 83, n°. 8, p. 1086-1090, Mai. 2009.

[83] G. Lucazeau, “Effect of pressure and temperature on Raman spectra of solids: anharmonicity,” *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 34, n°. 7, p. 478-496, 2003.

[84] J. Birnie, C. Craggs, D. Gardiner, et P. Graves, “Ex situ and in situ determination of stress distributions in chromium oxide films by raman microscopy,” *Corrosion Science*,

vol. 33, n°. 1, p. 1-12, 1992.

[85] M. Kemdehoundja, J. Dinhut, J. Grosseau-Poussard, et M. Jeannin, “High temperature oxidation of Ni70Cr30 alloy: Determination of oxidation kinetics and stress evolution in chromia layers by Raman spectroscopy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 435, p. 666-671, Nov. 2006.

[86] J. Mougin, T. Le Bihan, et G. Lucazeau, “High-pressure study of Cr2O3 obtained by high-temperature oxidation by X-ray diffraction and Raman spectroscopy,” *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 62, n°. 3, p. 553-563, Mar. 2001.

[87] G. Calvarin, A. M. Huntz, A. Hugot Le Goff, S. Joiret, et M. C. Bernard, “Oxide Scale Stress Determination by Raman Spectroscopy Application to the NiCr/Cr2O3 System and Influence of Yttrium,” *Scripta Materialia*, vol. 38, n°. 11, p. 1649-1658, Mai. 1998.

[88] P. Colomban, “Imagerie Raman de matériaux et dispositifs hétérogènes,” *Techniques de l'ingénieur*, juin. 2002.

[89] J. E. Maslar, W. S. Hurst, W. J. Bowers, J. H. Hendricks, M. I. Aquino, et I. Levin, “In situ Raman spectroscopic investigation of chromium surfaces under hydrothermal conditions,” *Applied Surface Science*, vol. 180, n°. 1, p. 102-118, Aoû. 2001.

[90] A. Barata, L. Cunha, et C. Moura, “Characterisation of chromium nitride films produced by PVD techniques,” *Thin Solid Films*, vol. 398, p. 501-506, Nov. 2001.

[91] P. Hones, M. Diserens, et F. Lévy, “Characterization of sputter-deposited chromium oxide thin films,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 120, p. 277-283, Nov. 1999.

[92] J. Hutchinson et Z. Suo, “Mixed Mode Cracking in Layered Materials,” in *Advances in Applied Mechanics*, vol. 29, 1991, p. 63-191.

[93] A. G. Evans, M. Y. He, et J. W. Hutchinson, “Effect of interface undulations on the thermal fatigue of thin films and scales on metal substrates,” *Acta Materialia*, vol. 45, n°. 9, p. 3543-3554, Sep. 1997.

[94] M. Gelfi, G. La Vecchia, N. Lecis, et S. Troglio, “Relationship between through-thickness residual stress of CrN-PVD coatings and fatigue nucleation sites,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 192, n°. 2, p. 263-268, Mar. 2005.

[95] F. Ledrappier, C. Langlade, A. Vannes, et Y. Gachon, “Damage Phenomena Observed on PVD Coatings Submitted to Repeated Impact Tests,” *Plasma Processes and Polymers*, vol. 4, n°. 1, p. S835-S839, 2007.

[96] F. Ledrappier, C. Langlade, Y. Gachon, et B. Vannes, “Blistering and spalling of thin hard coatings submitted to repeated impacts,” *Surface and Coatings Technology*, 2007.

[97] S. Rossi, L. Fedrizzi, M. Leoni, P. Scardi, et Y. Massiani, "(Ti,Cr)N and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrates: wear-corrosion behaviour," *Thin Solid Films*, vol. 350, n°. 1, p. 161-167, Aoû. 1999.

[98] K. -. Bouzakis, A. Lontos, N. Vidakis, K. David, et V. Kechagias, "Determination of creep behaviour of monolayer thick plasma sprayed coatings, by means of the impact test and an analytical FEM supported evaluation procedure," *Thin Solid Films*, vol. 377, p. 373-381, Déc. 2000.

[99] S. Hassani, J. Klemberg-Sapieha, M. Bielawski, W. Beres, L. Martinu, et M. Balazinski, "Design of hard coating architecture for the optimization of erosion resistance," *Wear*, vol. 265, n°. 5, p. 879-887, 2008.

[100] J. Bergheau, "La méthode des éléments finis en mécanique," *Cours Ecole nationale d'ingénieur de Saint Etienne*, 2005.

[101] F. Grange, "Détermination de loi de comportement par essais de micro percussion," *Rapport Master, Ecole nationale d'ingénieur Saint Etienne*, 2010.

[102] P. Panjan, D. Kek Merl, F. Zupanic, M. Cekada, et M. Panjan, "SEM study of defects in PVD hard coatings using focused ion beam milling," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, n°. 11, p. 2302-2305, Fév. 2008.

[103] P. Panjan, M. Cekada, M. Panjan, et D. Kek-Merl, "Growth defects in PVD hard coatings," *Vacuum*, vol. 84, n°. 1, p. 209-214, Aoû. 2009.

[104] J. Vetter, M. Stuber, et S. Ulrich, "Growth effects in carbon coatings deposited by magnetron sputtering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 168, n°. 2, p. 169-178, Mai. 2003.

[105] D. Lewis, S. Creasey, C. Wustefeld, A. Ehiasarian, et P. Hovsepian, "The role of the growth defects on the corrosion resistance of CrN/NbN superlattice coatings deposited at low temperatures," *Thin Solid Films*, vol. 503, n°. 1, p. 143-148, Mai. 2006.

[106] C. Mitterer, O. Heuzè, et V. Derflinger, "Substrate and coating damage by arcing during sputtering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 89, n°. 3, p. 233-238, Mar. 1997.

[107] A. D. Rocha, T. Strohaecker, et T. Hirsch, "Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and machining behavior of M2 high-speed steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 165, n°. 2, p. 176-185, Fév. 2003.

[108] M. Cekada, P. Panjan, D. Kek-Merl, M. Panjan, et G. Kapun, "SEM study of defects in PVD hard coatings," *Vacuum*, vol. 82, n°. 2, p. 252-256, Oct. 2007.

[109] G. Despaux, F. Agereau, J. Ferrandis, et D. Baron, "Caractérisation des propriétés

mécaniques des matériaux de l'industrie du nucléaire par microscopie acoustique," *Matériaux 2002*, 2002.

[110] J. ATTAL, "Microscopie acoustique," *Techniques de l'ingénieur*, n°. 1402, 1998.

[111] V. BOUVIER, "Fatigue par impacts de couches DLC: étude expérimentale et modélisation.," *Thèse de doctorat de l'École Polytechnique*, 2006.