



HAL
open science

Détermination des contraintes internes par méthode dynamique résonante : application aux massifs revêtus

Mohamed Achraf Ben Dhia

► **To cite this version:**

Mohamed Achraf Ben Dhia. Détermination des contraintes internes par méthode dynamique résonante : application aux massifs revêtus. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français. NNT : 2016ESMA0021 . tel-01457159

HAL Id: tel-01457159

<https://theses.hal.science/tel-01457159>

Submitted on 6 Feb 2017

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.

THESE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche :

Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces.

Présentée par :

Mohamed Achraf BEN DHIA

Détermination des contraintes internes par méthode dynamique résonante: application aux massifs revêtus.

Directeur de thèse : Christophe COUPEAU

Co-encadrant : Xavier MILHET

Co-encadrant : Pascal GADAUD

Soutenue le 9 Décembre 2016

Devant la Commission d'Examen

-JURY-

M. J.-L. Grosseau-Poussard	Professeur, Université de la Rochelle, LaSIE	Président
Mme. C. Langlade	Professeur, Université de Technologie Belfort-Montbéliard, LERMPS	Rapporteur
M. M. François	Professeur, Université de Technologie de Troyes, Institut Charles Delaunay	Rapporteur
M. P. Djemia	Professeur, Université Paris 13, LSPM	Examineur
M. C. Coupeau	Professeur, Université de Poitiers, Institut Pprime	Examineur
M. P. Gadaud	Chargé de recherche, Université de Poitiers, Institut Pprime	Examineur

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier tous les membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'examiner mon travail de thèse : Madame Cécile Langlade, professeur à l'université de technologie Belfort-Montbéliard, Monsieur Manuel François, professeur à l'université de Technologie de Troyes, Monsieur Philippe Djemia, professeur à l'université Paris-13, Monsieur Jean-Luc Grosseau-Poussard, professeur à l'université de la Rochelle.

Je souhaite adresser mes sincères remerciements à Christophe Coupeau et Xavier Milhet, mes directeurs de thèse, qui m'ont accompagné pendant ces trois ans de thèse à développer un travail numérique et expérimental.

J'adresse de chaleureux remerciements également à mon encadrant de thèse Pascal Gadaud. Je tiens à lui exprimer ma reconnaissance pour la réalisation et l'analyse des mesures spectroscopiques mécanique, ainsi que pour les nombreuses discussions enrichissantes.

Je remercie également vivement Pierre-Olivier Renault qui a contribué à cette étude et qui m'a familiarisé avec les techniques de mesure de contraintes (DRX/Stoney).

Je souhaite remercier l'ingénieur d'étude Philippe Guérin pour sa contribution à la réalisation des dépôts minces par la pulvérisation à faisceaux d'ions.

Je tiens également à remercier Michael Gueguen pour ses conseils en modélisation numérique et Laurent Jouvanneau pour la découpe des échantillons au sein de l'atelier mécanique.

Je tiens aussi à remercier les doctorants pour l'ambiance de travail agréable et les nombreuses activités et soirées organisées par l'ATEM. Un grand merci à Antonio Rotella, Federico Fotti, Vincenzo Caccuri, Giovambattista Bilotta, Marina Pecora, Camille Guigon, Aude Laurence, Aline Simar, Julien Genée, Gaëlle Chrétien, Andrea Ramazotti et Alice Cervellon, pour les différentes activités sportives (VTT, course à pied) et les soirées mémorables et les dîners « parfaitement parfait ».

Enfin, je souhaite profondément remercier ma famille, en particulier mes parents et mon oncle Anis, qui m'ont fortement encouragé d'aller encore plus loin dans les études que ce soit en Tunisie ou en France.

Table des matières

THESE	1
Remerciements	2
Introduction générale	7
Chapitre 1 : Techniques expérimentales	13
1) Méthode Dynamique résonante (DRM)	13
1-1) Montage expérimental	13
1-2) Formalisme analytique.....	14
1-3) Contraintes internes (matériaux massifs).....	15
2) Morphologie des échantillons.....	16
3) Techniques de mesure de contraintes	17
3-1) Mesure de contrainte par DRX	17
3-2) Mesure de contrainte par méthode de la flèche (Stoney).....	18
4) Simulation numérique par éléments finis	18
4-1) Mode statique.....	18
4-2) Mode dynamique	19
Chapitre 2 : Influence de la configuration morphologique des échantillons sur la résonance (modélisation numérique)	23
1) Distribution de contraintes dans une poutre composite par FEM.....	23
1-1) Morphologie X1.....	23
1-2) Morphologie X2.....	25
2) Etude des fréquences de résonance par FEM	27
2-1) Cas d'un massif libre de contrainte.....	27
2-2) Cas d'un massif contraint	28
2-3) Substrat revêtu non contraint	29
2-4) Substrat revêtu contraint	31
Chapitre 3 : Validation expérimentale	40
1) Protocole expérimental.....	40
2) Choix des matériaux	40
2-1) Système (Ni/NiO)	41
2-2) Système (Al/W)	44
Conclusion générale et perspectives	49
1) La DRM, nouvelle méthode d'analyse des contraintes internes ?.....	49
2) Vers l'utilisation de la DRM pour l'étude des couplages contraintes internes/propriétés physiques ?	50
2-1) Couplage contraintes internes/magnéto-élasticité.....	50
2-2) Couplage contraintes internes/propriétés physiques : application au système PZT (ferroélectriques)/W	53
2-3) Couplage contrainte isostatique/propriétés physiques : covalents.....	54
Annexe 1	58
Annexe 2	60
Annexe 3	61
Annexe 4	65
Annexe 5	69
Bibliographie	72

Table des figures

Figure 1: Evolution des propriétés élastiques apparentes, en fonction de la température, avant et après un recuit de détensionnement [23].	10
Figure 2: Effet du confinement et de l'épaisseur du revêtement sur la variation du module d'Young apparent de l'oxyde de nickel [25].	10
Figure 3: Représentation schématique de la démarche scientifique.	11
Figure 4 : Principe de la mesure de la fréquence de résonance [26].	13
Figure 5: Tête de mesure en flexion libre. (a) vue de côté (b) vue de dessus.	14
Figure 6: Système de mesure.	14
Figure 7 : Décalage de la fréquence de résonance introduit par le revêtement.	15
Figure 8: Représentation schématique des deux types de configurations:	16
Figure 9: Exemple du tracé de $Ln(1/\sin\theta)$ en fonction des $\sin^2\psi$ pour les mesures effectuées sur la famille de plan (420) de la couche NiO du système Ni/NiO élaboré à 1100°C pendant 4h40 [25].	17
Figure 10 : Représentation schématique d'une poutre de type : a) X1, b) X2.	18
Figure 11: Conditions aux limites au sein d'une poutre composite (monocouche : X1).	19
Figure 12 : Représentation schématique d'une poutre en configuration 3D : (a) Massif (b) Echantillon X1 (c) Echantillon X2.	20
Figure 13: Etude de la convergence du maillage, en fonction de la dimension des éléments, pour un massif de dimensions (30*3*2 mm). Comparaison avec l'expression analytique.	20
Figure 14: Conditions imposées sur une poutre non contrainte.	21
Figure 15: Condition aux limites d'un massif revêtu contraint en configuration monocouche.	21
Figure 16: Chargement en contrainte des différents types de poutres en simulation numérique en mode dynamique : (a) cas d'un massif (b) cas d'un échantillon de type X1 (c) cas d'un échantillon de type X2.	21
Figure 17: Courbure d'une poutre composite en flexion suite à une contrainte en compression au sein du dépôt. Simulation numérique en 2D.	23
Figure 18 : Distribution de contraintes dans l'épaisseur du dépôt en profondeur normalisée selon l'axe (OY), (configuration monocouche).	24
Figure 19: Distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat de type (X1) en profondeur normalisée selon l'axe (OY).	24
Figure 20 : Profil de contraintes longitudinales normalisées dans l'épaisseur du substrat de type (X2) en profondeur selon l'axe (OY).	25
Figure 21 : Poutre composite contrainte en configuration sandwich (X2). Simulation numérique en 2D.	25
Figure 22 : Distribution de contraintes dans l'épaisseur du dépôt en profondeur normalisée selon l'axe (OY), (configuration sandwich).	26
Figure 23: Distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat en profondeur normalisée selon l'axe (OY) (configuration sandwich), pour une contrainte imposée ($\sigma_d = -500$ MPa).	26
Figure 24 : Relation entre le niveau de contraintes dans le substrat et celui dans le dépôt multiplié par le rapport des épaisseurs (dépôt/substrat), (configuration sandwich).	27
Figure 25: Déformation de la poutre en flexion libre.	27
Figure 26 : Fréquence de résonance d'un massif non revêtu et libre de contrainte, en fonction des propriétés physiques du matériau et des dimensions de la poutre.	28
Figure 27: Rapport des fréquences de résonance d'un massif non revêtu, contraint en compression et en tension.	28
Figure 28: Représentation schématique de l'effet et du signe d'une contrainte sur la fréquence de résonance d'un massif.	29
Figure 29: Fréquences de résonance obtenues par FEM et approche analytique, d'un substrat revêtu avec un seul dépôt libre de contrainte, en fonction du rapport des épaisseurs, pour deux rapports de module d'Young, (1,12 et 5,63).	30

Figure 30: Fréquences de résonance obtenues par FEM et approche analytique d'un substrat avec deux dépôts libre de contrainte, en fonction du rapport des épaisseurs pour deux rapports de module d'Young, (1,12 et 5,63).	31
Figure 31: Configuration et signe de la contrainte pour un système (substrat avec deux dépôts).....	32
Figure 32 : Fréquence de résonance d'un composite de type X2 pour plusieurs niveaux de contraintes dans le dépôt.	32
Figure 33 : Schématisation de la fréquence de résonance d'un composite contraint par rapport à celle d'un composite libre de contrainte (configuration sandwich X2).	33
Figure 34 : Configuration et signe de la contrainte pour un système (substrat avec un seul dépôt)....	33
Figure 35: Fréquence de résonance d'un composite contraint, en fonction du rapport des épaisseurs pour plusieurs niveaux de contraintes (configuration X1).	34
Figure 36 : Schématisation de l'effet de contraintes de compression sur la fréquence de résonance d'un composite, par rapport à celle de son état libre de contrainte (configuration /X1).	35
Figure 37: Etude de sensibilité sur le terme correctif de contrainte, en fonction de plusieurs propriétés élastiques d'une poutre composite en configuration (X1).....	36
Figure 38: Etude de sensibilité sur le terme correctif de contrainte, en fonction du rapport des modules d'élasticité des matériaux constituant le système de type X1.	37
Figure 39: Résultats bruts de contraintes résiduelles d'oxydes de Nickel, en fonction de la température, déterminées par la méthode dynamique résonante.	43
Figure 40 : Contraintes dans le dépôt NiO pour deux épaisseurs différentes, déterminées par la méthode dynamique résonante avec l'utilisation du formalisme analytique (23) en comparaison avec celles issues de la méthode DRX, en fonction de la température.	44
Figure 41 : Observation microscopique par MET de deux lames minces relatives à un dépôt de tungstène sur un wafer de Silicium:	45
Figure 42: Module d'Young E en température du nickel pur (E_0 représente une extrapolation du même matériau équivalent paramagnétique) [25].	50
Figure 43 : Module d'Young du nickel nu et oxydé sur une ou deux faces, en fonction de la température [25].	51
Figure 44: Module d'Young apparent, pour des substrats de nickel non revêtu ou revêtu de tungstène en configuration (X2).	51
Figure 45 : Effet ΔE normalisé au sein du nickel en fonction du niveau de contrainte.....	52
Figure 46 : Module d'Young et frottement interne de PZT 50/50, en fonction de la température (état sans contrainte).....	53
Figure 47: Evolution du module d'Young apparent de PZT, en fonction de la température pour un échantillon brut et revêtu contraint.....	54
Figure 48: Evolution du module d'Young apparent et du coefficient d'amortissement de silicium lors d'une dépression d'1 bar.....	55

Introduction générale

Introduction générale

La tendance actuelle pour l'optimisation des performances des pièces en service, est de revêtir une partie des composants de ces dernières par différents revêtements. Ceci est devenu de plus en plus répandu dans la majorité des domaines d'activités. Nous pouvons citer quelques exemples de revêtements fonctionnels :

- ajout de barrières thermiques sur les différents composants de la structure interne de moteurs d'avions [1],
- utilisation de dépôts d'hydroxyapatite dans le domaine médical sur les implants métalliques pour leurs avantages in-vivo [2],
- dans le domaine tribologique, un certain nombre de dépôts sont utilisés pour leur forte dureté, leur haute résistance à l'usure et leur faible coefficient de frottement [3–5].

Le processus d'élaboration des dépôts est parfois accompagné par l'introduction d'un certain niveau de contraintes. Un nombre important de travaux met en évidence l'effet de ces contraintes résiduelles sur ces propriétés de fonction. On peut citer entre autres :

- les propriétés optiques des dépôts de TiO_2 [6,7] ou celles de ZnO [8],
- les propriétés mécaniques, telles que la ténacité et la dureté de TiN [9],
- les propriétés de dépôts de molybdène [10,11] ou celles de dépôts de zircon stabilisé par yttrium [12,13] (corrélations entre propriétés élastiques, contraintes résiduelles et paramètres d'élaboration).

De façon générale, la génération de contraintes au sein de dépôts résulte principalement de deux contributions. Les contraintes thermiques apparaissent généralement après une phase d'élaboration opérée en température, au cours du refroidissement de l'ensemble substrat/dépôt. Elles résultent principalement de la différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux matériaux et de l'écart de température lors du refroidissement [14]. Les contraintes intrinsèques se développent progressivement au cours de la croissance des films et résultent de plusieurs effets (désaccord paramétrique entre le film et le substrat, paramètres d'élaboration et techniques de dépôt...).

En raison de l'influence de ces contraintes sur les propriétés fonctionnelles, ainsi que sur la durée de vie des pièces en service, la mise en évidence et la détermination de leurs niveaux apparaissent primordiales. Depuis plusieurs décennies, la communauté scientifique ne cesse de développer différentes méthodes pour remonter au niveau de ces contraintes. On peut citer parmi les plus connues, la méthode de Stoney [15], la diffraction aux rayons X [16] et neutrons, les méthodes ultrasonores [17] et du trou incrémental [18]. Ces techniques sont évidemment complémentaires. Nous pouvons les classer suivant leurs caractéristiques (Tableau 1) et leurs avantages et limites (Tableau 2).

Techniques	Type de matériau	Pénétration	Résolution spatiale	Gradient de contrainte	Incertitude
Diffraction aux rayons X	Cristallins	<50µm (Al) <5 µm (Ti)	1 mm en surface. 20 µm en profondeur	Oui avec enlèvement de couche	±10 %
Synchrotron	Cristallins	100 mm (Al) 40 mm (Fe)	1mm	Oui	
Neutron	Cristallins	300 mm (Al) 50 mm (Fe)	500 µm	Oui	
Stoney	Tous	Moyenne en volume			±10 % [19]
EBSD	Cristallins	Quelques dizaines de nm	20-30 nm	Cartographie de contrainte surfacique	
Trou incrémental	Tous	≈1,2 * diamètre du trou	50 µm en profondeur	oui	
Ultrasons	Cristallins	10 mm	Entre 1 et 10 mm		±10 %

Tableau 1 : Caractéristiques des différentes techniques de détermination de contraintes [20].

Toutes ces méthodes font appel à la lecture d'une variation de déformation et demandent la connaissance préalable des propriétés élastiques des matériaux. Ne serait-il pas possible d'utiliser une technique de caractérisation de l'élasticité (ce qui est le cas de la méthode ultrasonore) qui serait sensible à la présence de contraintes internes ?

Au sein de l'Institut Pprime, une technique non destructive de caractérisation d'élasticité a été développée depuis quelques années, basée sur la mesure de fréquences de résonance selon la norme ASTM (E-1876-00) [21]. Elle permet d'étudier l'élasticité des matériaux massifs et (multi) revêtus [22]. Il a été remarqué que, dans le cas des matériaux massifs, la méthode est sensible à la présence de contraintes internes. La majorité des procédés de mise en forme des matériaux, tels que l'emboutissage, le laminage, le forgeage ou le frittage des poudres, génère un certain niveau de contraintes résiduelles sur le produit fini. Comme pour les revêtements, celles-ci ont un rôle important sur le comportement mécanique et doivent également être évaluées. Cette dépendance en contrainte a été mise en évidence lors de l'étude des propriétés élastiques d'échantillons avant et après recuits de détensionnement. A titre d'exemple, l'évolution du module d'Young de tôles d'aciers laminées à un taux de 70% (Figure 1-a), de poly-cristaux de phase MAX élaborés par frittage isostatique (Figure 1-b), est présentée en fonction de la température. Il est observé qu'après cyclage thermique, le module d'Young présente une différence avant et après recuit à la température ambiante. Cette évolution du module d'Young est attribuée au relâchement des contraintes internes de fabrication [23]. Il a été vérifié que ces observations ne sont pas liées à une évolution structurale. Dans le cas de la phase MAX, des travaux ont montré que le matériau reste élastique jusqu'à 900°C [24]. Quant aux Phynox, matériau à très haut limite d'élasticité, une évolution structurale n'intervient qu'à partir de 600°C (précipitation).

<i>Technique</i>	<i>Avantages</i>	<i>Limites</i>
DRX	-Possibilité d'accéder à une valeur de contrainte relative à une phase donnée ou un faible volume de matière.	-Sensible à la texture du matériau, il faut que le matériau ne soit pas texturé. - Difficulté de l'obtention d'une contrainte macroscopique dans le cas d'un matériau multi-phases. -Sensible à la taille des grains (> 300 μm).
Diffraction aux rayons synchrotrons	-Analyse rapide (acquisition d'un pic en quelques secondes).	-Sensible à la taille des grains.
Diffraction aux rayons neutroniques	-Etude sur des composants réels volumineux. -Insensible à la taille des grains. -Contrainte tridimensionnelle. -Etude de l'évolution des contraintes en condition de service par des essais in situ.	-Analyse longue (acquisition d'un pic en 1/2-1h). -Son cout est très élevé.
EBSD	-Détermination de contrainte locale relative à une phase ou à un grain. -Possibilité de suivi de l'évolution de contrainte relative in-situ.	-Une mesure de contrainte relative et non absolue.
Méthode ultrasonore	-Méthode non destructive. -L'onde longitudinale subsurfacique n'est pas sensible à la texture et à la microstructure.	-Nécessite la détermination des constantes de calibration acousto-élastique.
Méthode de la courbure	- Contrainte plane, moyenne dans le dépôt.	-Possible uniquement sur des substrats minces. -Evaluation de contraintes au sein d'un dépôt sur un wafer.
Méthode du trou incrémental	-Possibilité d'avoir un gradient de contrainte suivant l'épaisseur.	-Contrainte biaxiale dans le plan de la surface. -Nécessite la calibration des coefficients d'étalonnage par méthode des éléments finis au niveau de chaque pas de perçage. -Méthode destructive.

Tableau 2 : *Avantages et limites des différentes techniques de détermination de contraintes*

Un formalisme analytique a alors été mis en place pour pouvoir déterminer le niveau de contraintes à partir de la variation de la fréquence mesurée expérimentalement. Il est décrit plus en détail en Annexe 1.

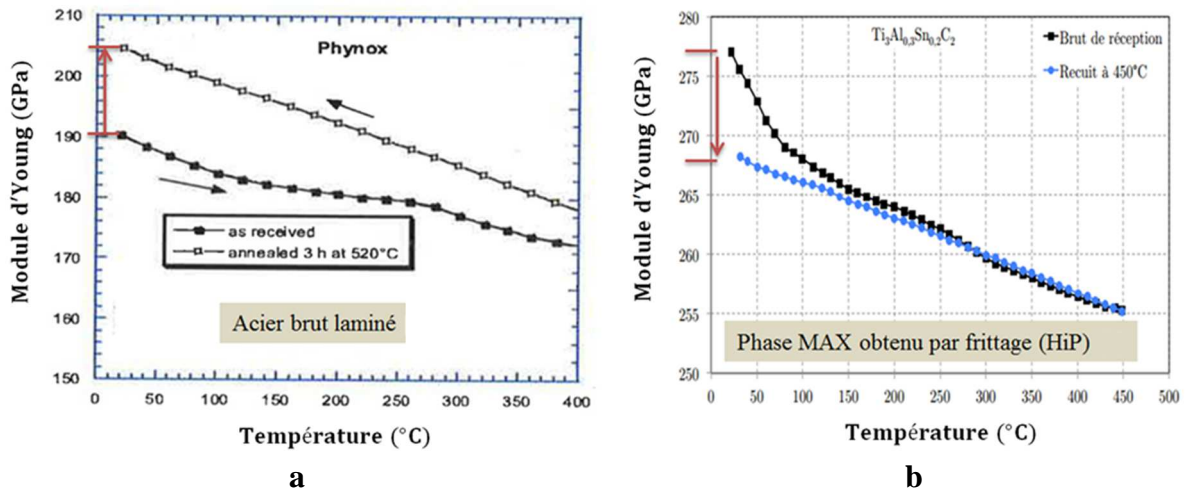


Figure 1: Evolution des propriétés élastiques apparentes, en fonction de la température, avant et après un recuit de détensionnement [23].

Des études similaires ont été entreprises plus récemment sur des substrats revêtus, en particulier sur des oxydes de nickel développés par oxydation à haute température sur substrat de nickel [25]. La Figure 2 présente l'évolution des modules d'Young d'oxydes de nickel en fonction de la température entre 400 et 600 °C, pour deux épaisseurs d'oxydes différentes selon deux configurations (monocouche et sandwich). Nous voyons que ces valeurs apparentes de modules diffèrent suivant le type de confinement. Nous pouvons raisonnablement penser que cette variation provient de la présence de contraintes d'élaboration. La difficulté, contrairement aux massifs, est que nous n'avons pas de référence pour un état libre de contrainte.

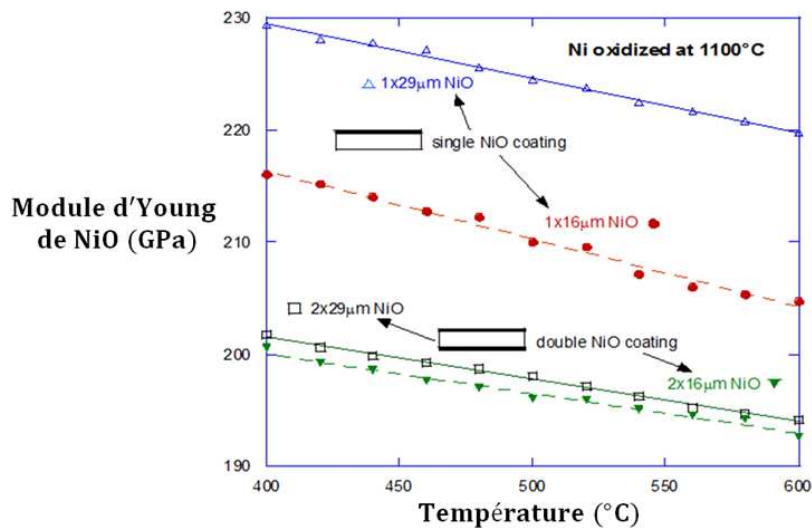


Figure 2: Effet du confinement et de l'épaisseur du revêtement sur la variation du module d'Young apparent de l'oxyde de nickel [25].

Dans ce contexte, le but de cette thèse est de mettre en place une nouvelle approche permettant de remonter au niveau de contraintes internes au sein des dépôts. La démarche scientifique mise en œuvre est illustrée en Figure 3, consistant en trois volets parallèles :

- Un premier volet concerne l'élaboration de dépôts et la mesure de leurs contraintes par des méthodes usuelles (DRX et Stonely), ainsi que la mesure de fréquences de résonance d'échantillons avant et après la réalisation de ces dépôts,

- Un volet numérique, afin de déterminer la distribution de contraintes en épaisseur et évaluer son effet sur la fréquence de résonance du composite contraint,
- Un volet analytique, lié au raffinement du formalisme analytique vibratoire par l'implantation des résultats des simulations numériques,
- Finalement, une étape de validation par comparaison des valeurs de contraintes obtenues par la méthode dynamique résonante, avec celles obtenues par d'autres méthodes expérimentales de mesure.

Démarche scientifique

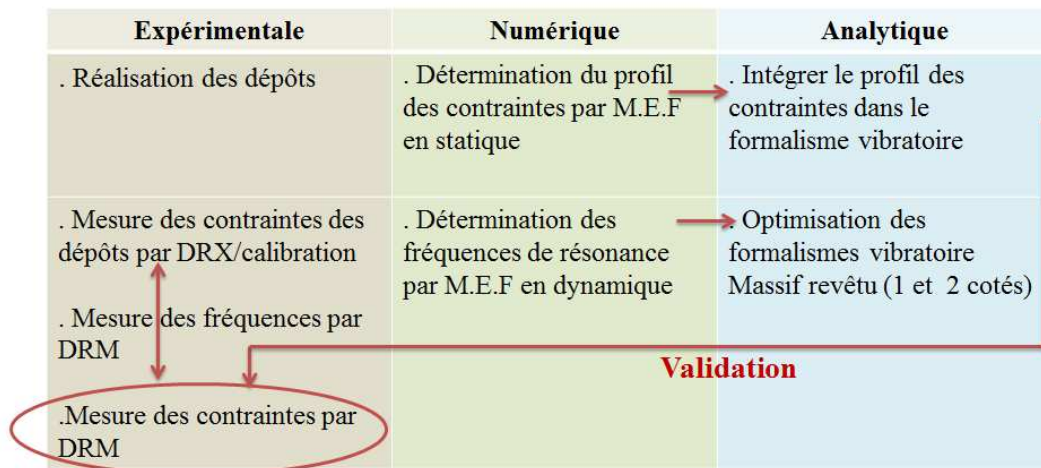


Figure 3: Représentation schématique de la démarche scientifique.

Ce mémoire est divisé en trois chapitres.

- Le premier chapitre présente les différents moyens utilisés au cours de cette thèse : élaboration et caractérisation des dépôts (DRX et Stony), utilisation de la méthode dynamique résonante (DRM) et les conditions de nos simulations numériques sous Abaqus,
- Le deuxième chapitre se focalisera sur cet aspect numérique: introduction des contraintes internes et leurs influences sur la dynamique vibratoire,
- Le troisième chapitre sera consacré à la confrontation expérimentale du formalisme vibratoire proposé (numérique/analytique), afin de déterminer les niveaux de contraintes de dépôts réels. Une discussion finale sera ensuite proposée : validation de la méthode et ouverture vers de nouvelles approches expérimentales d'étude du couplage contraintes internes/propriétés physiques.

En annexes seront présentées les approches analytiques vibratoires développées au sein de l'Institut.

Chapitre 1 : Techniques expérimentales

Chapitre 1 : Techniques expérimentales

1) Méthode Dynamique résonante (DRM)

Le principe de la technique est basé sur la détection de la fréquence de résonance d'un échantillon de forme simple. La Figure 4 schématise le principe avec la technique IET (Impulse Excitation Technique). La technique développée au laboratoire s'appuie sur le même principe, mais avec un système d'excitation-détection mieux adapté aux études en température.

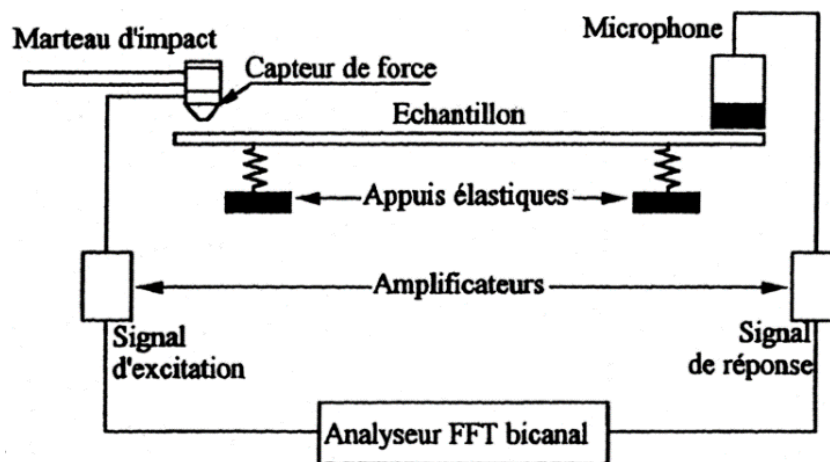


Figure 4 : Principe de la mesure de la fréquence de résonance [26].

1-1) Montage expérimental

L'échantillon est placé sur une tête de mesure (Figure 5). Il est maintenu élastiquement à l'horizontale entre des fils d'acier situés aux nœuds naturels de vibration et est excité par une électrode. Une capacité est ainsi créée entre l'électrode et l'échantillon. La détection de la fréquence de résonance est assurée également par ce système électrostatique capacitif. Un pont de mesure et un analyseur de réseau permettent de suivre le pic de résonance en continu. Cette méthode présente l'avantage d'éviter tout contact entre l'échantillon et le système de mesure. Par ailleurs, les niveaux de déformation générés lors des essais sont très faibles (de l'ordre de 10^{-6} à la résonance), ce qui engendre des niveaux de contraintes appliquées très faibles sur les échantillons, autour de 0,1 MPa, (selon la rigidité du matériau étudié pour des fréquences de l'ordre de quelques kHz). Les mesures peuvent être effectuées sur une gamme de température allant de -50°C à 1200°C . Les mesures à haute température sont effectuées sous vide secondaire (10^{-3} Pa) pour éviter les phénomènes d'oxydation. La Figure 6 présente la vue d'ensemble du montage expérimental.

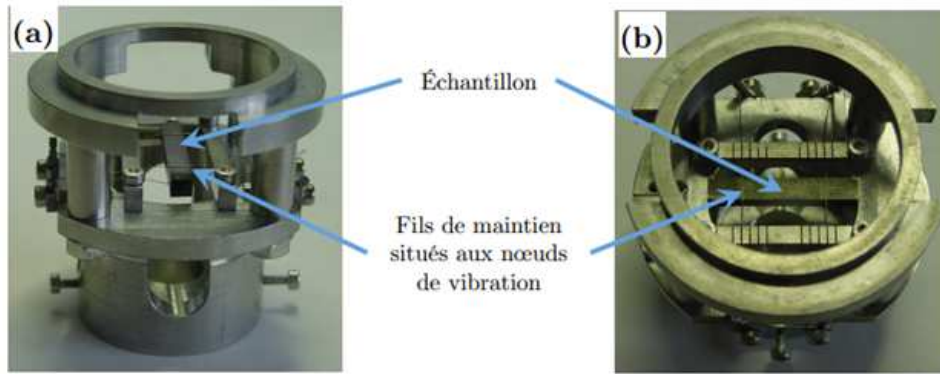


Figure 5: Tête de mesure en flexion libre. (a) vue de côté (b) vue de dessus.

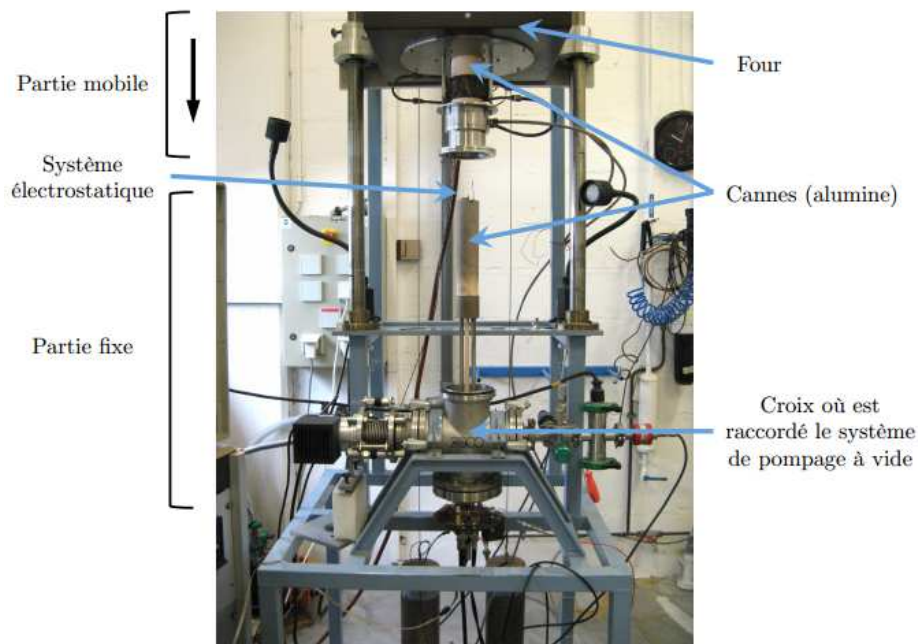


Figure 6: Système de mesure.

1-2) Formalisme analytique

La résolution de l'équation de Navier (régime stationnaire d'une onde élastique se propageant dans un milieu homogène, en l'absence de force de volume) permet d'établir une relation entre la fréquence de résonance du matériau, sa masse volumique et ses propriétés élastiques. Le mode de déformation en flexion, associé à une géométrie d'échantillon de type poutre, conduit à un formalisme permettant de déterminer le module d'Young longitudinal E du matériau [27] :

$$E = 0,94645 C \rho f_s^{*2} \frac{l^4}{h^2} \quad (1)$$

avec :

- f_s^* , la fréquence de résonance mesurée.
- ρ , la masse volumique de l'échantillon.
- l , la longueur de l'échantillon.
- h , l'épaisseur de l'échantillon.
- C , un facteur de correction.

Le facteur de correction "C" est très proche de 1. Il dépend des dimensions de l'échantillon h et du coefficient de Poisson ν . Il tient compte du faible cisaillement existant dans le cas de poutres peu épaisses [28,29].

La technique DRM permet non seulement de caractériser les propriétés élastiques macroscopiques des matériaux massifs, mais aussi celles des matériaux revêtus lorsque le revêtement est homogène et régulier. Il est alors possible de déterminer les modules d'élasticité du revêtement, difficilement accessible par d'autres moyens classiquement utilisés. Pour cela, il est nécessaire de réaliser une mesure différentielle de fréquence (deux protocoles sont présentés dans l'Annexe 2).

La présence du revêtement introduit un décalage en fréquence ($\Delta f = f_{c,0,0} - f_s^*$) par rapport à la fréquence de résonance (f_s^*) du substrat (Figure 7). Un modèle analytique basé sur un formalisme de poutre composite [27] permet alors d'établir une relation donnant le module d'élasticité du revêtement.

$$E_r = \frac{E_s}{3} \left[\frac{\rho_r}{\rho_s} + \frac{h_s}{h_r} \left(\frac{2f_s^* \Delta f + \Delta f^2}{f_s^{*2}} \right) \right] \quad (2)$$

avec :

E_s , le module d'Young du substrat.

f_s^* , la fréquence de résonance en flexion du substrat.

$f_{c,0,0}$, la fréquence de résonance du composite.

Δf , le décalage en fréquence introduit par le revêtement.

ρ_r , la masse volumique du revêtement.

ρ_s , la masse volumique du substrat.

h_r , l'épaisseur du revêtement.

h_s , l'épaisseur du substrat.

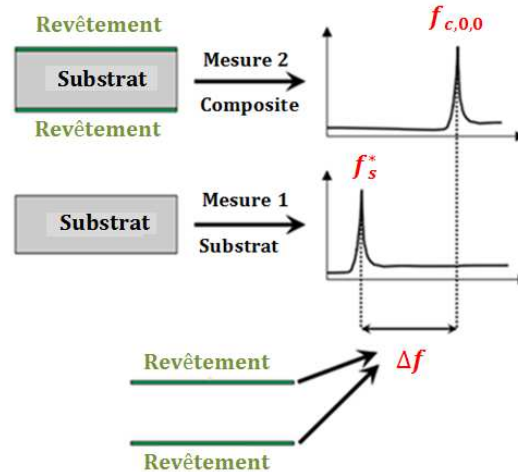


Figure 7 : Décalage de la fréquence de résonance introduit par le revêtement.

Cette relation (2) s'applique pour des matériaux libre de contrainte et pour un ratio des épaisseurs revêtement/substrat inférieur à 0,1. Elle résulte d'une relation plus générale développée quel que soit le ratio des épaisseurs [27].

1-3) Contraintes internes (matériaux massifs)

Une spécificité de la méthode DRM est sa sensibilité aux contraintes résiduelles macroscopiques (cas des recuits de détensionnement mentionnés en introduction). Inversement, il est possible de remonter à la valeur des contraintes résiduelles initiales en mesurant la

variation de la fréquence de résonance (i.e. de module) avant et après relâchement des contraintes et en intégrant la présence de ces contraintes dans le formalisme de vibration. Seul le relâchement de la composante macroscopique longitudinale de la contrainte peut être analysé dans le cas de la flexion libre. Une analogie extrêmement simple peut être établie avec la manière d'accorder un instrument musical pour laquelle on règle la fréquence de vibration de chaque corde par une contrainte statique appropriée.

Pour les matériaux massifs, la présence de cette composante σ_s donne, par mesure différentielle, le module apparent E_{σ_s} associé (cf. Annexe 1) :

$$E_{\sigma_s} = E_s^* - 0,309 \frac{\sigma_s l^2}{h^2} \quad (3)$$

E_{σ_s} , module du matériau non relaxé.

E_s^* , module d'élasticité après relaxation des contraintes.

σ_s , contrainte au sein du matériau massif.

l , longueur de l'échantillon.

h , épaisseur de l'échantillon.

2) Morphologie des échantillons

La DRM nécessite l'utilisation d'échantillons de forme parallélépipédique rectangle. Lors de cette étude, nous avons choisi d'élaborer deux configurations : dépôt d'un revêtement d'un seul côté du substrat, nommé X1 dans la suite (Figure 8-a) et dépôt d'un revêtement de deux côtés du substrat (sandwich) nommé X2 (Figure 8-b). Ceci nous permet d'une part d'augmenter le ratio des épaisseurs dépôt/substrat dans le cas des films minces et d'autre part d'aller scruter l'effet du confinement observé sur la Figure 2. Plusieurs couples substrat/dépôt en configurations X1 et X2 ont été réalisés lors de la campagne d'essai. Si l'épaisseur d'un substrat donné ne varie pas d'un échantillon à l'autre, différentes épaisseurs de dépôt ont été étudiées afin de faire varier les rapports d'épaisseur. Les dimensions des poutres sont $30*3*2 \text{ mm}^3$. L'épaisseur des dépôts sera présentée dans la suite de ce manuscrit.

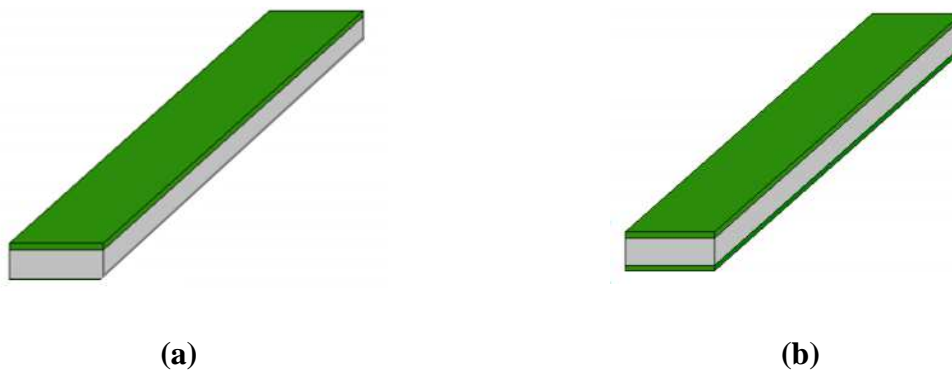


Figure 8: Représentation schématique des deux types de configurations:
a) Poutre monocouche nommée (X1) (b) Poutre Sandwich nommée (X2).

Un soin particulier a été apporté à la préparation des surfaces des substrats, afin de garantir au maximum la reproductibilité des échantillons. Chacun des substrats a été poli suivant la même procédure : polissage mécanique au papier SiC de granulométrie décroissante (grit 1000-4000), puis finition à la pâte diamantée $3 \mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$ jusqu'à l'obtention d'un poli optique. Avant

dépôt, les échantillons sont dégraissés par ultrasons lors d'un trempage dans un bain d'acétone, puis d'éthanol.

3) Techniques de mesure de contraintes

3-1) Mesure de contrainte par DRX

Les niveaux de contraintes résiduelles ont été déterminés par diffraction aux rayons X, à température ambiante, à l'aide d'un goniomètre 4 cercles (Seifert XRD 3000). En faisant varier l'angle de déclinaison ψ , les différents pics de diffraction vont permettre de tracer la droite $\ln\left(\frac{1}{\sin\theta}\right)$ en fonction de $\sin^2\psi$. A partir des déplacements des pics de diffraction, l'utilisation de la méthode $\sin^2\psi$, développée par Macherauch [30,31] permet de remonter au niveau de contrainte qui lui correspond. Pour un matériau élastique, isotrope ayant une contrainte macroscopique homogène et plane, sans contrainte de cisaillement, l'expression de la contrainte devient alors [32] :

$$\ln\left(\frac{1}{\sin\theta}\right) = \frac{1+\nu}{E} \sigma \sin^2\psi - \frac{2\nu}{E} \sigma + \ln\left(\frac{1}{\sin\theta_0}\right) \quad (4)$$

avec

θ , position angulaire du signal reçu pour une famille de plans.

θ_0 , position angulaire correspondant au matériau libre de déformation.

E , module d'Young du matériau (pris dans la direction cristallographique du plan de mesure).

ν , coefficient de Poisson du matériau (idem).

Connaissant les propriétés élastiques du dépôt, la détermination de la pente de la droite $\ln\left(\frac{1}{\sin\theta}\right) = f(\sin^2\psi)$ (Figure 9) permet de déterminer le niveau de contrainte dans le dépôt. L'incertitude des valeurs de contraintes obtenues par cette technique est de l'ordre de $\pm 50 \text{ MPa}$.

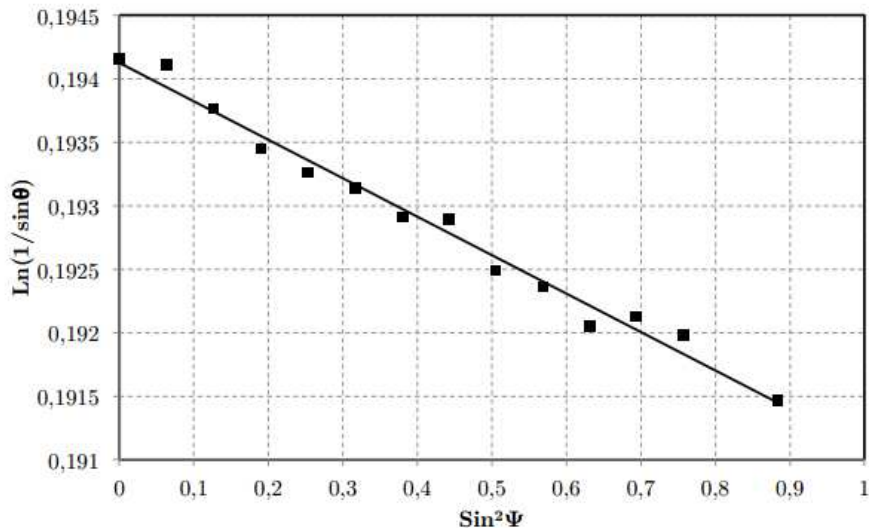


Figure 9: Exemple du tracé de $\ln(1/\sin\theta)$ en fonction des $\sin^2\psi$ pour les mesures effectuées sur la famille de plan (420) de la couche NiO du système Ni/NiO élaboré à 1100°C pendant 4h40 [25].

3-2) Mesure de contrainte par méthode de la flèche (Stoney)

Cette méthode permet d'estimer le niveau de contrainte dans un film déposé sur un substrat de module élastique E_s et de coefficient de Poisson ν_s , suivant la relation :

$$\sigma = \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{h_s^2}{6 h_d} \left[\frac{1}{R_{av}} - \frac{1}{R_{ap}} \right] \quad (5)$$

avec σ , la contrainte macroscopique dans le dépôt, h_d et h_s les épaisseurs respectives du dépôt et du substrat, R_{av} et R_{ap} , les rayons de courbure respectifs du substrat avant et après dépôt. La contrainte est par convention positive en tension et négative en compression.

La courbure des échantillons a été mesurée en utilisant un profilomètre DEKTAK. Cet appareil enregistre la flèche maximale obtenue lors d'un balayage par une pointe en diamant sur la surface de l'échantillon. Le rayon de courbure peut être ainsi déterminé en utilisant la relation suivante :

$$R = \frac{1}{2f} \left[\frac{L^2}{4} + f^2 \right] \approx \frac{L^2}{8f} \quad (6)$$

avec L , la longueur scannée par la pointe (9 mm) et f , la flèche maximale (mm).

D'un point de vue pratique, des wafers de Si, orientés (001) ont été introduits systématiquement dans la chambre de pulvérisation lors de l'élaboration des dépôts de W. Ils sont donc revêtus dans les mêmes conditions que les échantillons d'intérêt. En utilisant la valeur du module réduit du silicium $\left(\frac{E_s}{1-\nu_s}\right)$, de l'ordre de 180,5 GPa, il est possible d'estimer le niveau de contrainte dans les films pour toutes les conditions d'élaboration.

4) Simulation numérique par éléments finis

4-1) Mode statique

Le mode statique a été utilisé dans le but de déterminer les profils de contrainte dans l'épaisseur des échantillons. Les échantillons ont été définis, en représentation 2D, sous la forme parallélépipédique rectangle afin de se rapprocher de la géométrie réelle, X1 (Figure 10-a) et X2 (Figure 10-b). Chacun des échantillons se décompose en deux zones distinctes : le substrat (E_1 , ν_1 , ρ_1 et h_1) et le dépôt (E_2 , ν_2 , ρ_2 et h_2), avec E_1 et E_2 les modules d'élasticité, ν_1 et ν_2 les coefficients de Poisson, ρ_1 et ρ_2 , les masses volumiques et h_1 et h_2 , les épaisseurs.

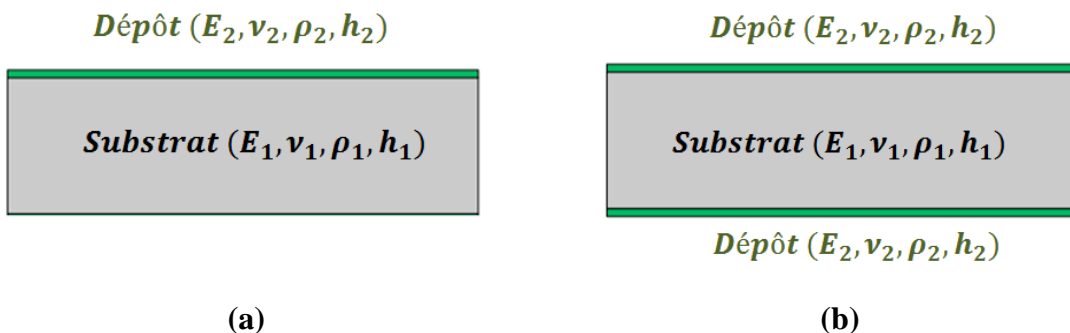


Figure 10 : Représentation schématique d'une poutre de type : a) X1, b) X2.

Les poutres sont maillées régulièrement avec les éléments rectangulaires de type CPS8 bien adaptés pour l'étude des contraintes planes (épaisseur du dépôt très faible comparativement à la largeur et la longueur de la poutre), nous nous sommes limités à l'étude des contraintes planes en raison de la sensibilité de la DRM uniquement au relâchement des contraintes longitudinales. Une étude préliminaire sur le profil des contraintes d'un substrat revêtu, réalisée par des simulations numériques en 3D a montré que les contraintes transversales selon la largeur du système sont très faibles en comparaison avec celles de type longitudinale. Un déplacement nul suivant l'axe (OY) est imposé uniquement aux extrémités inférieures de la poutre $U_y\left(\pm\frac{l}{2}, -(h_1 + h_2)\right) = 0$ (Figure 11). Ces conditions sont choisies afin de laisser la poutre fléchir librement sous l'effet de la contrainte dans le dépôt. Les contraintes sont introduites uniquement dans les films en imposant un tenseur de la forme :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}$$

correspondant à l'application d'une simple contrainte longitudinale, sans cisaillement. Nous considérons que ces contraintes imposées dans le film sont homogènes à travers toute l'épaisseur du dépôt.

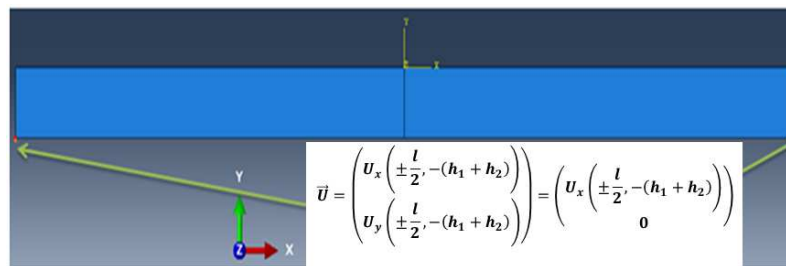


Figure 11: Conditions aux limites au sein d'une poutre composite (monocouche : X1).

4-2) Mode dynamique

Le mode dynamique a été utilisé afin de déterminer les fréquences de résonance des échantillons massifs (Figure 12-a) et de type X1 (Figure 12-b) et X2 (Figure 12-c). Pour des échantillons contraints, le calcul se fait en 2 étapes : 1) mode statique pour appliquer la contrainte et 2) mode dynamique pour déterminer la fréquence de résonance. Les échantillons ont été définis en représentation 3D, sous la forme d'une poutre parallélépipédique rectangle. La définition des propriétés de chacune des deux zones (substrat/dépôt) a été établie de façon analogue à ce qui a été appliqué en mode statique, avec $(E_1, \nu_1, \rho_1, h_1, \alpha_1)$ pour le substrat et $(E_2, \nu_2, \rho_2, h_2, \alpha_2)$ pour le dépôt, en ajoutant α_1 et α_2 , les coefficients de dilatation thermique du substrat et du dépôt. Les poutres sont maillées régulièrement avec les éléments C3D20, C3D20T ou C3D20H. Selon la nature de chargement en contraintes, si le profil de ces dernières est constant, la structure de la poutre est maillée avec les éléments C3D20, si le profil de contrainte est linéaire non uniforme la structure de la poutre est maillée avec les éléments C3D20H, sinon pour des contraintes thermiques, elle est maillée avec les éléments C3D20T. La Figure 13 représente l'évolution de la fréquence de résonance d'un massif en fonction de la taille des éléments. Elle a permis d'optimiser les temps de calculs.

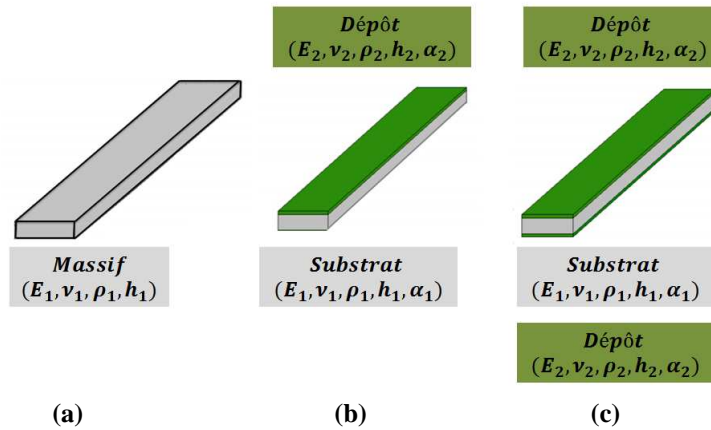


Figure 12 : Représentation schématique d'une poutre en configuration 3D : (a) Massif (b) Echantillon X1 (c) Echantillon X2.

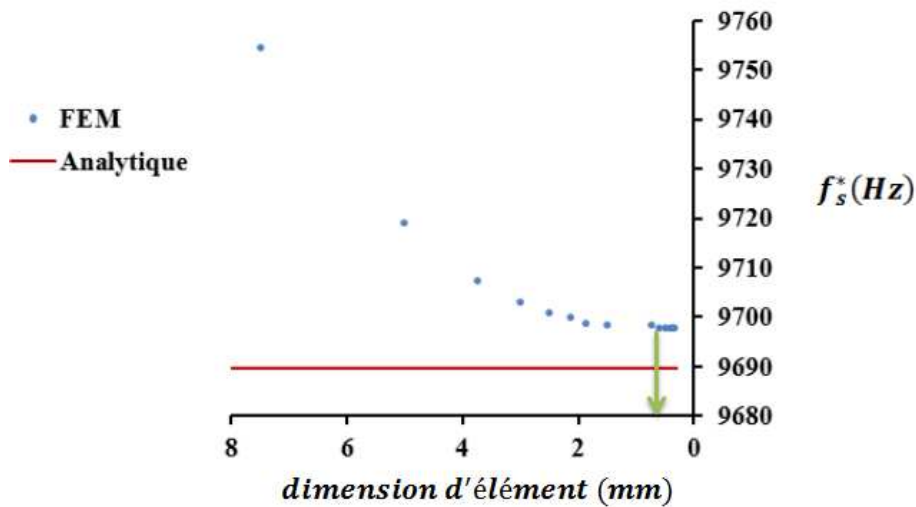


Figure 13: Etude de la convergence du maillage, en fonction de la dimension des éléments, pour un massif de dimensions (30*3*2 mm). Comparaison avec l'expression analytique.

La condition aux limites choisie pour les massifs, les échantillons de type X2, et les échantillons de type X1 « sans contrainte » est la suivante : déplacement nul au centre de la poutre dans le plan (X, Z) selon toute l'épaisseur : $U_x\left(0, y, \frac{b}{2}\right) = U_z\left(0, y, \frac{b}{2}\right) = 0$ avec b, la largeur de la poutre (Figure 14). Cette condition est imposée pour les échantillons dont le profil de contrainte est linéaire et de niveau constant dans l'épaisseur (massif et échantillon de type X2). En revanche, dans le cas d'un échantillon pour lequel le niveau de contrainte varie dans l'épaisseur (échantillon de type X1 « contraint »), une condition aux limites supplémentaire doit être appliquée lors du calcul statique (correspondant à l'application de la contrainte) : déplacement nul selon l'axe (OY) des nœuds inférieurs des surfaces situés à l'extrémité de la poutre $U_y\left(\pm \frac{l}{2}, -(h_1 + h_2), b\right) = 0$ et $U_y\left(\pm \frac{l}{2}, -(h_1 + h_2), 0\right) = 0$ (Figure 15). Cette condition est désactivée lors de la simulation en dynamique

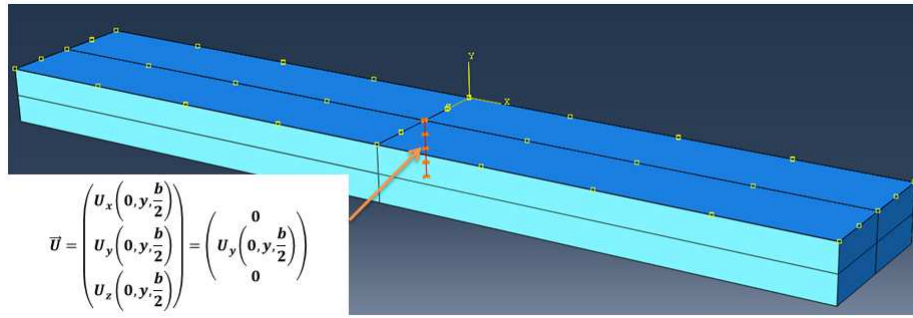


Figure 14: Conditions imposées sur une poutre non contrainte.

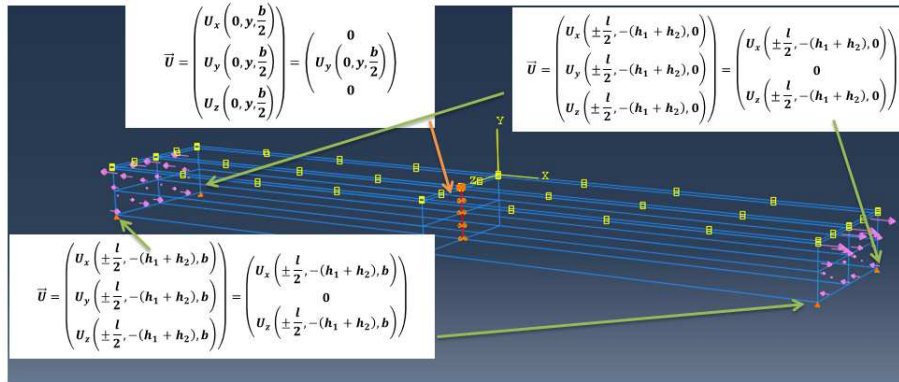


Figure 15: Condition aux limites d'un massif revêtu contraint en configuration monocouche.

Les contraintes ont été appliquées de deux manières différentes, en fonction du type d'échantillon :

- Pour le cas du massif et des substrats, la contrainte est obtenue en appliquant une force sur les surfaces latérales de la poutre (Figure 16-a) générant uniquement une contrainte longitudinale, équivalente à l'effet d'une contrainte résiduelle.
- Pour les échantillons de type X1 (Figure 16-b) et X2 (Figure 16-c) les contraintes imposées au niveau des dépôts sont générées thermiquement, en procédant au décalage de la température et de l'écart des coefficients de dilatation entre les deux matériaux du substrat et de dépôt. Ce choix de chargement en contraintes est dû à la non sensibilité de la fréquence de résonance d'une configuration donnée (X1 ou X2) aux contraintes générées dans les dépôts selon la procédure de l'étude statique.

Les calculs des fréquences de résonance des échantillons contraints ont été effectués en prenant en considération les effets non-linéaires géométriques [33]. Ceci est nécessaire afin que la résolution de l'équation aux valeurs propres en dynamique prenne en considération la matrice des contraintes.

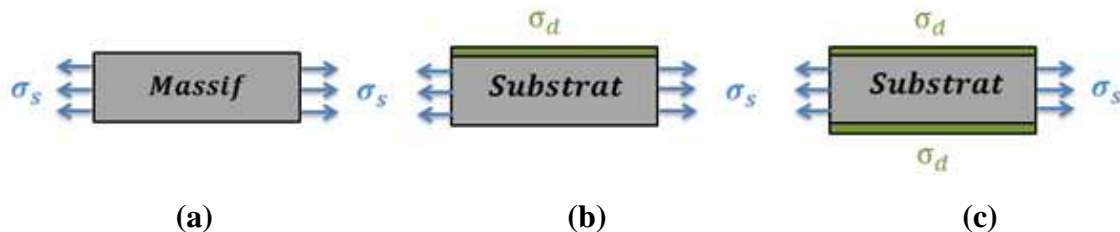


Figure 16: Chargement en contrainte des différents types de poutres en simulation numérique en mode dynamique : (a) cas d'un massif (b) cas d'un échantillon de type X1 (c) cas d'un échantillon de type X2.

Chapitre 2 : Influence de la configuration morphologique des échantillons sur la résonance (modélisation numérique)

Chapitre 2 : Influence de la configuration morphologique des échantillons sur la résonance (modélisation numérique)

Dans le cas de la flexion dynamique d'un massif, il a été montré que l'effet d'une contrainte statique, même de faible amplitude, entraînait une variation de la fréquence de résonance significative comparativement à son état relaxé, selon l'équation (3) [27] (cf. Annexe 1). Il s'agit d'étendre cette approche aux échantillons de type X1 et X2.

Deux étapes sont nécessaires : dans un premier temps, nous nous sommes attachés à caractériser le champ de contraintes dans l'épaisseur des échantillons, en fonction de leur morphologie (X1 ou X2). Dans une seconde partie, son impact potentiel sur la fréquence de résonance des échantillons de type X1 et X2 sera analysé.

1) Distribution de contraintes dans une poutre composite par FEM

1-1) Morphologie X1

La Figure 17 montre le comportement d'une poutre de type X1 pour laquelle le dépôt est en compression. Dans ce cas, l'équilibre des forces engendre des contraintes en tension dans le substrat [34]. On définit (OX) comme l'axe longitudinal (i.e. selon la longueur de la poutre) et (OY) comme l'axe transversal (i.e. selon l'épaisseur). Hsueh et al. [35] considèrent que la déformation en flexion d'une poutre permet d'équilibrer le moment de flexion induit par les contraintes asymétriques au sein de ce type de configuration.

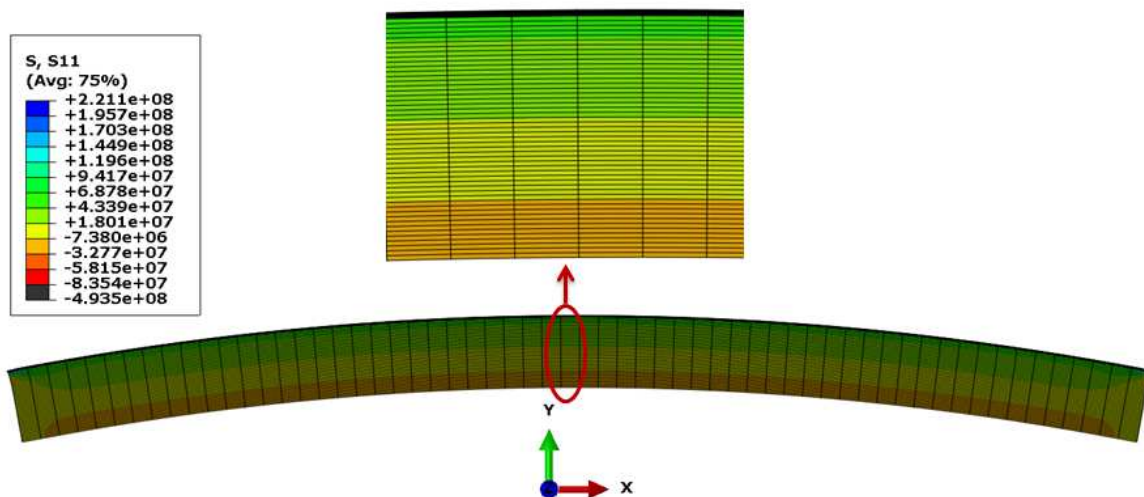


Figure 17: Courbure d'une poutre composite en flexion suite à une contrainte en compression au sein du dépôt. Simulation numérique en 2D.

La Figure 18 montre la distribution des contraintes dans l'épaisseur du dépôt. On y retrouve des contraintes longitudinales σ_{xx} non nulles et d'amplitude constante dans l'épaisseur du dépôt (points bleus), et des contraintes de cisaillement σ_{xy} nulles (points rouges), conformément à l'hypothèse cinématique d'Euler-Bernoulli [36–38].

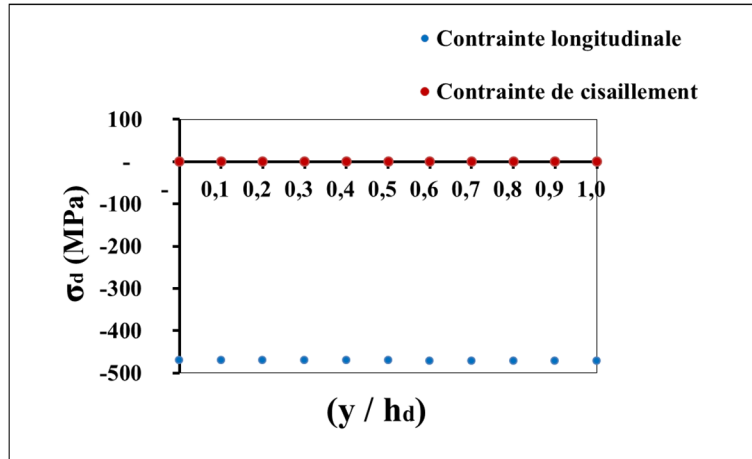


Figure 18 : Distribution de contraintes dans l'épaisseur du dépôt en profondeur normalisée selon l'axe (OY), (configuration monocouche).

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_d = 28,1 \mu\text{m})$$

La Figure 19 présente la distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat. L'amplitude des contraintes longitudinales σ_{xx} décroît linéairement de l'interface vers la surface libre. Dans les conditions étudiées, σ_{xx} prend une valeur positive (en tension) du côté de l'interface avec le dépôt et devient négative (en compression) proche de la surface libre. Les contraintes de cisaillement σ_{xy} sont nulles dans toute l'épaisseur du substrat. Ces profils de contraintes au sein de l'ensemble substrat/dépôt sont en bon accord avec les travaux de Pauleau [34] et Mézin [39].

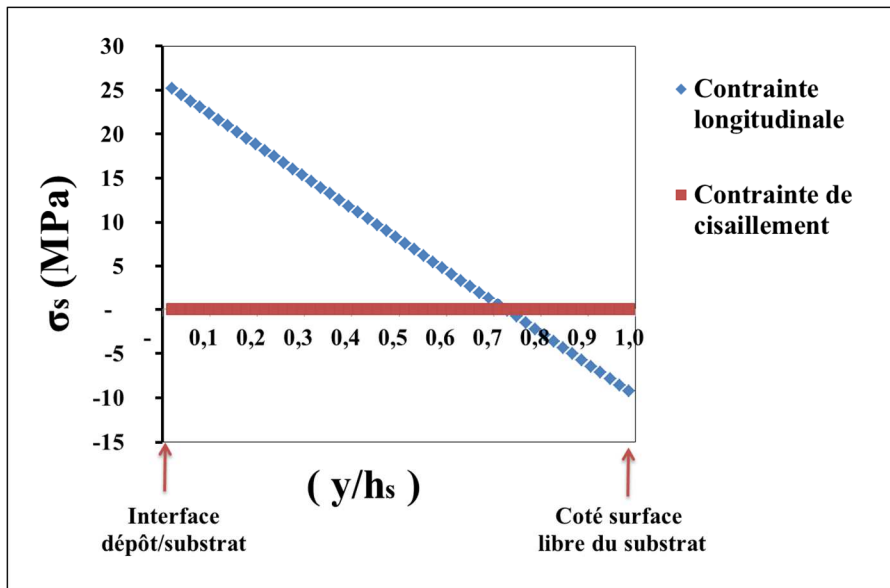


Figure 19: Distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat de type (XI) en profondeur normalisée selon l'axe (OY).

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_d = 28 \mu\text{m})$$

L'évolution de la contrainte longitudinale dans le substrat σ_s en fonction de la position dans son épaisseur, a été étudiée en faisant varier le rapport entre les épaisseurs du dépôt h_d et du substrat h_s et la contrainte dans le dépôt σ_d (Figure 20). La contrainte dans le substrat s'annule à une distance de $(\frac{2}{3} \frac{y}{h_s})$ par rapport à l'interface avec le dépôt. Ce résultat est en bon accord avec les travaux rapportés dans la littérature [35, 39–42]. Toutes les courbes se superposent. L'évolution

du profil de contrainte dans l'épaisseur du substrat peut donc s'exprimer selon la relation généralisée :

$$\sigma_s = -\sigma_d \frac{h_d}{h_s} \left(6 \left(\frac{y'}{h_s} \right) + 1 \right) \quad (7)$$

avec y' : position dans l'épaisseur du substrat, référencée à 0 à mi- épaisseur du substrat.

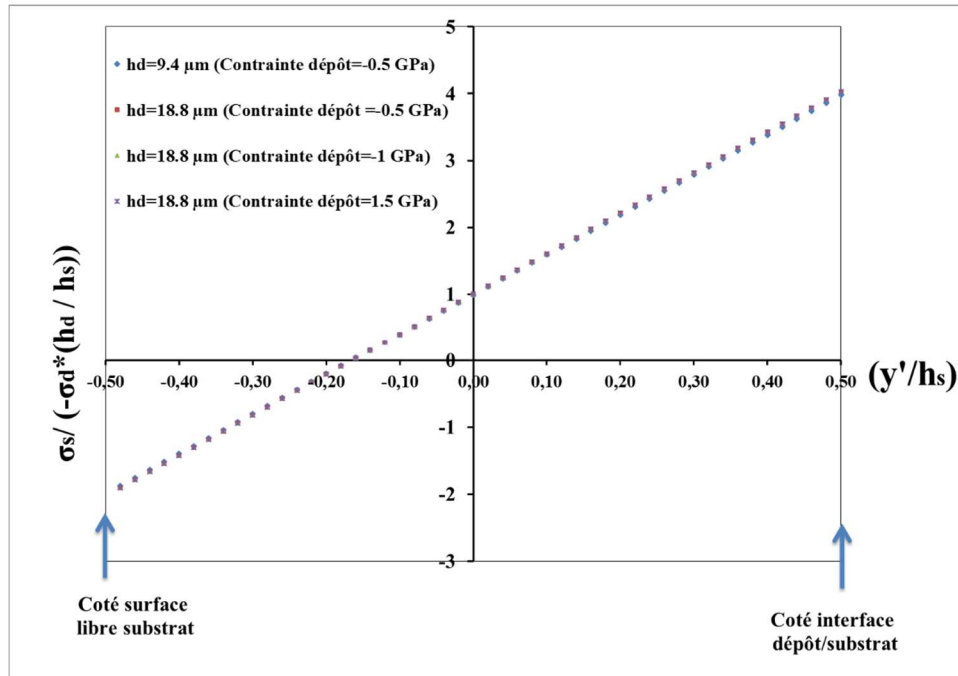


Figure 20 : Profil de contraintes longitudinales normalisées dans l'épaisseur du substrat de type (X2) en profondeur selon l'axe (OY).

$$\left(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm} \right) / \left(E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right)$$

1-2) Morphologie X2

La Figure 21 montre le comportement d'une poutre de type X2 pour laquelle le niveau de contrainte de compression est identique dans les deux dépôts. Dans ces conditions, aucune courbure de la poutre n'est observée. Ce comportement s'explique par la symétrie du chargement.

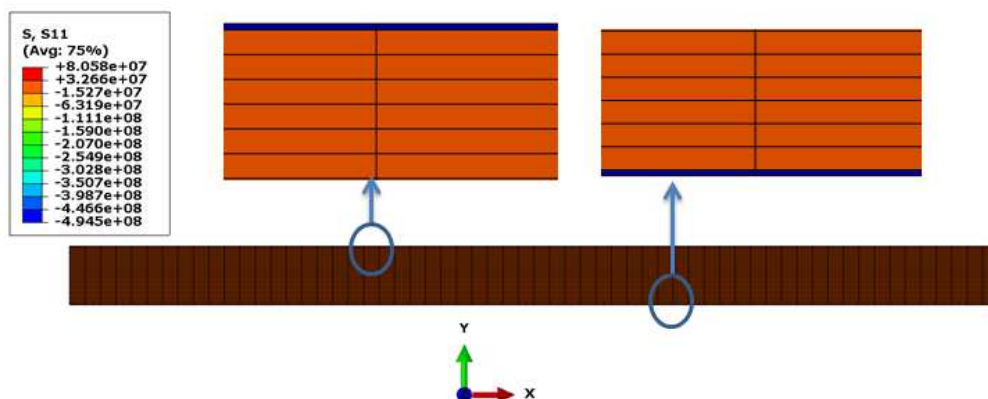


Figure 21 : Poutre composite contrainte en configuration sandwich (X2). Simulation numérique en 2D.

La Figure 22 montre la distribution des contraintes imposées dans l'épaisseur du dépôt. Comme dans le cas précédent, seules les contraintes longitudinales σ_{xx} sont non nulles et d'amplitude constante dans l'épaisseur du dépôt (points bleus).

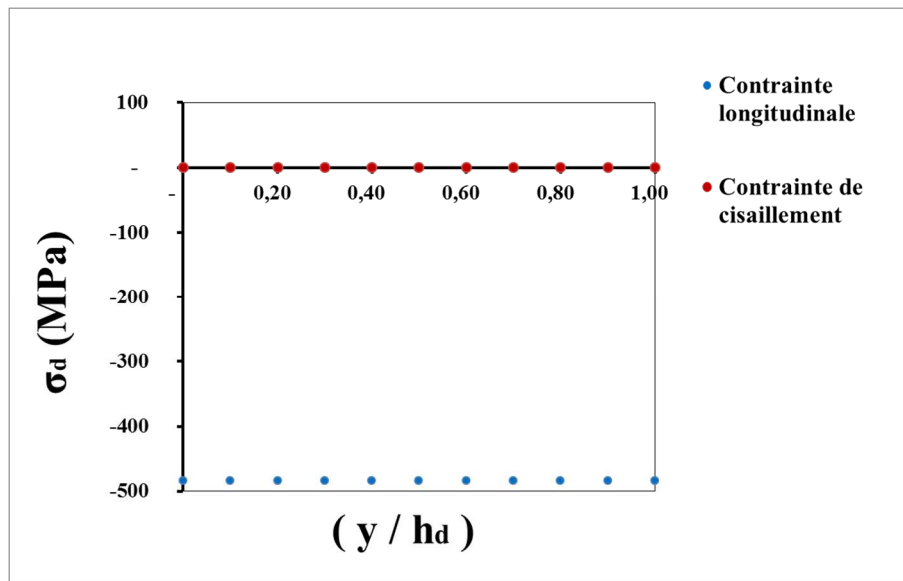


Figure 22 : Distribution de contraintes dans l'épaisseur du dépôt en profondeur normalisée selon l'axe (OY), (configuration sandwich)

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_d = 28,1 \mu\text{m})$$

La Figure 23 présente la distribution des contraintes dans l'épaisseur du substrat. L'amplitude des contraintes longitudinales y est non nulle, mais reste cette fois-ci constante dans toute l'épaisseur (contrairement à ce qui a été observé pour la poutre de type X1). Ces résultats numériques sont en bon accord avec les travaux d'Aubry et al. [43]. L'évolution de l'amplitude de la contrainte longitudinale dans le substrat σ_s en fonction du rapport d'épaisseur entre les l'épaisseur totale des dépôts h_d et celle de substrat h_s et l'amplitude de la contrainte dans les dépôts σ_d , est tracée en Figure 24.

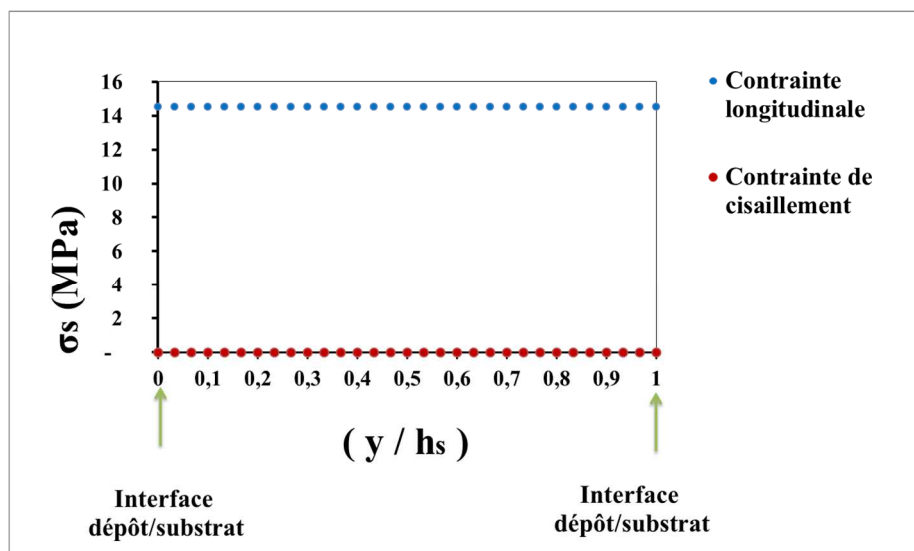


Figure 23: Distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat en profondeur normalisée selon l'axe (OY) (configuration sandwich), pour une contrainte imposée ($\sigma_d = -500 \text{ MPa}$).

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_d = 28,1 \mu\text{m})$$

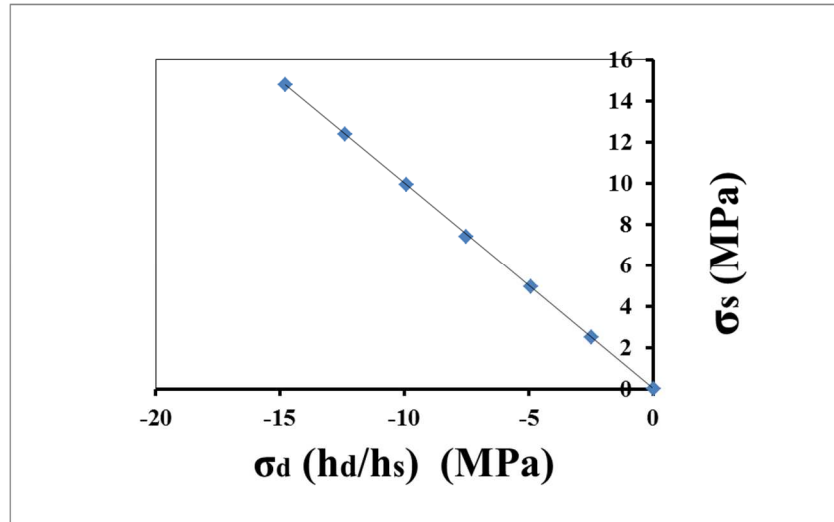


Figure 24 : Relation entre le niveau de contraintes dans le substrat et celui dans le dépôt multiplié par le rapport des épaisseurs (dépôt/substrat), (configuration sandwich).

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3})$$

$$h_d = (9,4\mu\text{m} - 28,1 \mu\text{m}) \quad \sigma_d = de - 500\text{MPa} \quad \text{à} \quad - 1250 \text{ MPa}$$

L'évolution de σ_s suit une évolution linéaire passant par l'origine dont l'équation s'écrit :

$$\sigma_s = -\sigma_d \frac{h_d}{h_s} \quad (8)$$

Les deux résultats importants de cette première étude numérique, à savoir cisaillement nul pour la configuration (X1) et déformation homogène pour la configuration (X2) dans le substrat, ont servi d'hypothèses de base pour le développement analytique présenté en Annexe 4.

2) Etude des fréquences de résonance par FEM

2-1) Cas d'un massif libre de contrainte

La Figure 25 montre la flexion libre de la poutre lors d'une simulation en mode dynamique. Les zones en bleu correspondent aux nœuds de vibration pour lesquelles les déplacements selon l'épaisseur (axe (OY)) sont nuls.

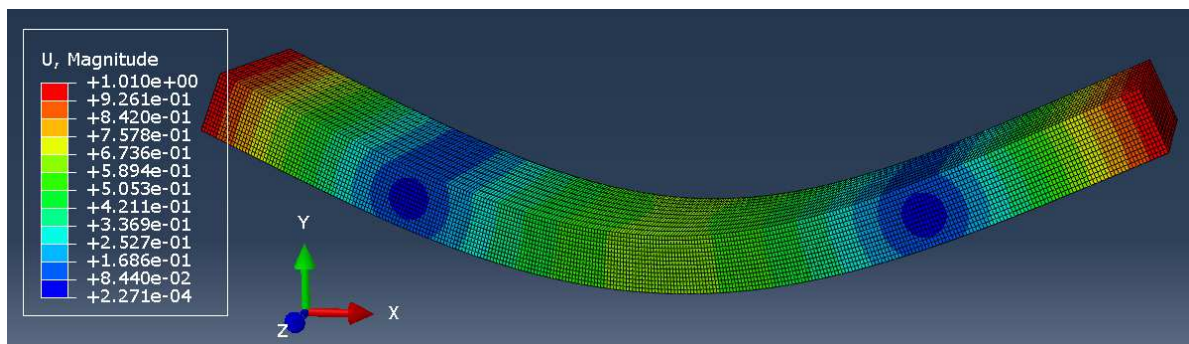


Figure 25: Déformation de la poutre en flexion libre.

La Figure 26 montre l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la variation des paramètres physiques (E_s^* , ρ) du matériau et des dimensions de la poutre (h_s , l), avec E_s^* le module d'élasticité, ρ la masse volumique, h_s l'épaisseur et l la longueur. Cette courbe est

tracée en utilisant des axes respectant la formule analytique (Eq.(1)) [27]. On observe que la variation de la fréquence de résonance est linéaire et passe par l'origine. On peut noter un excellent accord entre les approches numérique et analytique. Cette convergence permet de valider notre approche numérique en mode dynamique.

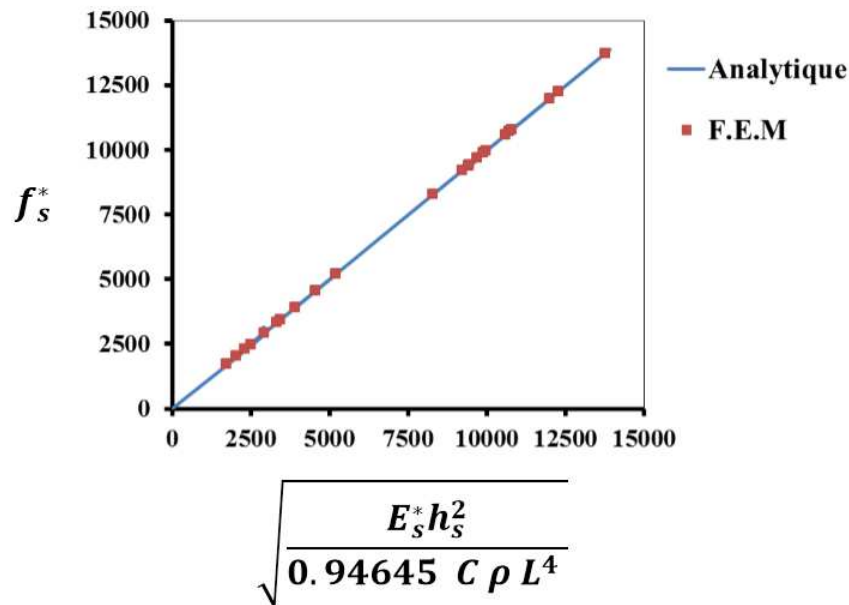


Figure 26 : Fréquence de résonance d'un massif non revêtu et libre de contrainte, en fonction des propriétés physiques du matériau et des dimensions de la poutre.

2-2) Cas d'un massif contraint

La Figure 27 montre l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la variation de l'amplitude de la contrainte σ_s , du module d'élasticité E_s^* du matériau et des dimensions de la poutre (h_s , l). Cette courbe est tracée en utilisant des axes respectant la formule analytique (Eq.(3)) [23]. On observe que l'évolution du rapport $\left(\frac{f_{s,c}}{f_s^*}\right)^2$ est linéaire décroissante. On peut noter un très bon accord avec la formulation analytique, particulièrement pour les faibles niveaux de contraintes.

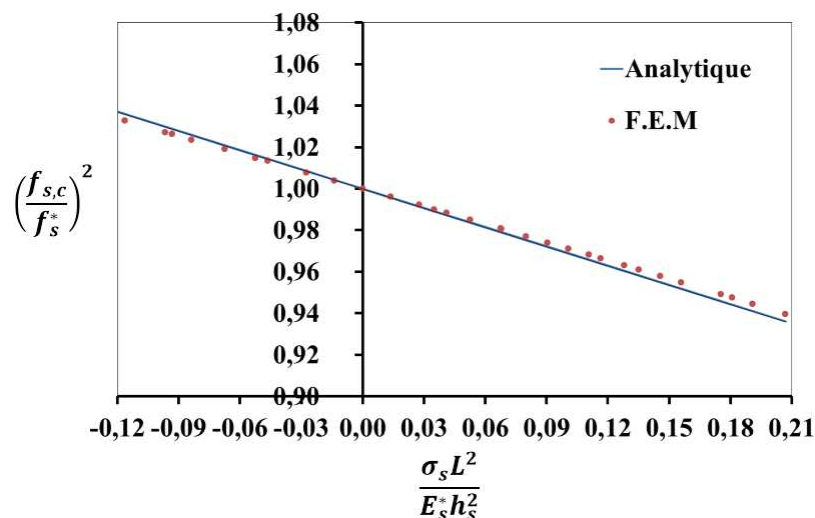


Figure 27: Rapport des fréquences de résonance d'un massif non revêtu, contraint en compression et en tension.

Des résultats expérimentaux antérieurs du laboratoire [23], montrent que la fréquence de résonance d'un matériau revêtu sous contrainte de tension augmente. D'après nos résultats, il apparaît donc que la fréquence de résonance d'un matériau contraint en compression est plus importante que celle du même matériau à son état libre de contrainte. Pour un matériau contraint en tension, la fréquence de résonance est moins importante que celle du même matériau à son état libre de contrainte. Ce comportement est schématisé dans la Figure 28

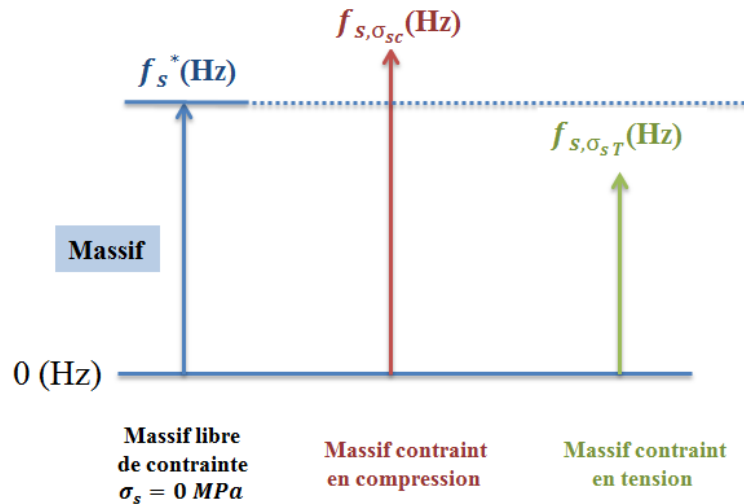


Figure 28: Représentation schématique de l'effet et du signe d'une contrainte sur la fréquence de résonance d'un massif.

2-3) Substrat revêtu non contraint

Dans un premier temps, nous nous plaçons dans le cas d'échantillons de type X1 et X2 pour lesquels les contraintes sont considérées nulles dans le dépôt et dans le substrat (échantillon en état parfaitement relaxé par exemple). Pour créer le modèle 3D, nous avons fait l'hypothèse d'une adhésion parfaite entre le dépôt et le substrat (les défauts microstructuraux potentiels à l'interface sont négligés).

A) Configuration X1

Soit $f_{c_1}^*$ la fréquence de résonance de l'échantillon de type X1 non contraint. La Figure 29 montre l'évolution du rapport des fréquences $\left(\frac{f_{c_1}^*}{f_s^*}\right)^2$, en fonction du rapport des épaisseurs dépôt/substrat. D'un point de vue général, la fréquence de résonance augmente avec la croissance du rapport dépôt/substrat. La fréquence est d'autant plus élevée que le rapport des modules d'élasticité \bar{E} est grand. En revanche, les évolutions de la fréquence de résonance en fonction de l'épaisseur du dépôt diffèrent. Elle est quasiment linéaire dans le cas d'un rapport \bar{E} proche de 1, mais ne l'est plus dans le cas du rapport proche de 5. Ces deux valeurs de rapport de module ont été choisies car ils correspondent aux cas expérimentaux.

Un modèle analytique a été développé par Mazot et Pautrot [22], pour un échantillon de géométrie identique :

$$\left(\frac{f_{c1}^*}{f_s^*}\right)^2 = \frac{1 + \left(\frac{h_d}{h_s}\right)^3 \frac{E_d^*}{E_s^*} + \frac{3 \frac{h_d E_d^*}{h_s E_s^*} \left(1 + \frac{h_d}{h_s}\right)^2}{1 + \frac{h_d E_d^*}{h_s E_s^*}}{1 + \frac{h_d \rho_d}{h_s \rho_s}} \quad (9)$$

avec :

f_{c1}^* , fréquence de résonance d'un composite libre de contrainte (substrat avec un seul dépôt).

h_d , épaisseur du dépôt.

ρ_d , masse volumique du dépôt.

E_d^* , module d'Young du dépôt libre de contrainte.

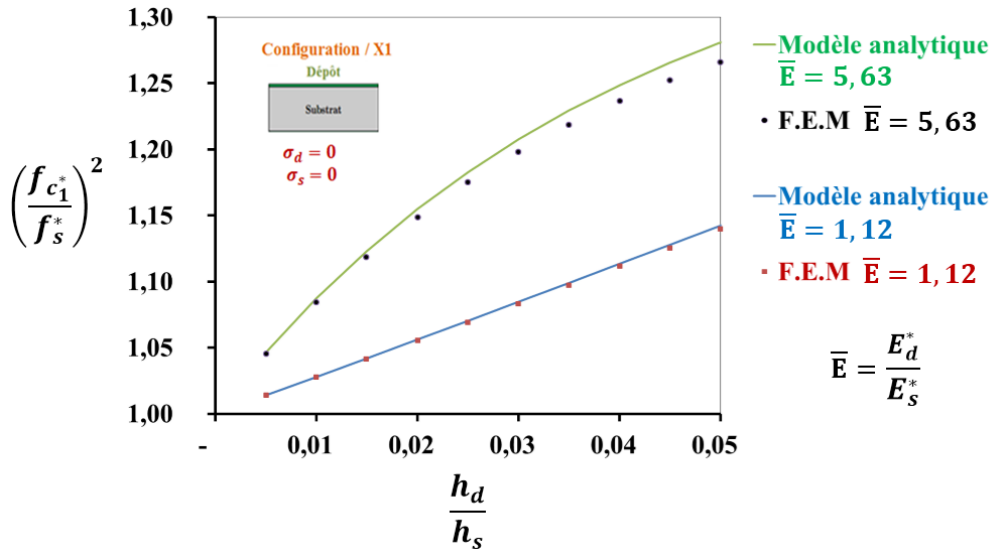


Figure 29: Fréquences de résonance obtenues par FEM et approche analytique, d'un substrat revêtu avec un seul dépôt libre de contrainte, en fonction du rapport des épaisseurs, pour deux rapports de module d'Young, (1,12 et 5,63).

La comparaison entre le modèle analytique [22] et le modèle numérique est également présentée en Figure 29. On observe un bon accord entre l'approche analytique et nos simulations numériques. Ces données numériques semblent cependant s'écarter des prédictions analytiques, pour des rapports d'épaisseur dépôt/substrat et de modules d'élasticité élevés. Nous reviendrons plus loin sur cette divergence.

B) Configuration X2

Soit f_{c2}^* la fréquence de résonance de l'échantillon de type X2 non contraint. La Figure 30 présente l'évolution de $\left(\frac{f_{c2}^*}{f_s^*}\right)^2$, en fonction du rapport des épaisseurs dépôt/substrat pour les deux mêmes rapports de modules d'élasticité \bar{E} . Comme dans le cas de l'échantillon de type X1, la fréquence de résonance augmente avec un rapport croissant d'épaisseur dépôt/substrat et son amplitude est supérieure pour des rapports de modules d'élasticité \bar{E} plus élevés.

Un modèle analytique développé sur une approche lagrangienne (décrit plus en détail en Annexe 3) permet de relier la fréquence de résonance d'un échantillon de type X2, normalisée par la fréquence de résonance de son substrat, en fonction des épaisseurs et des propriétés physiques (E, ρ) des matériaux du substrat et du dépôt :

$$\left(\frac{f_{c_2}^*}{f_s^*}\right)^2 = \frac{1 + 3 \frac{h_d E_d^*}{h_s E_s^*} \left(1 + \frac{h_d}{h_s} + \frac{\left(\frac{h_d}{h_s}\right)^2}{3}\right)}{1 + \frac{h_d \rho_d}{h_s \rho_s}} \quad (10)$$

Comme dans le cas précédent, un bon accord entre les résultats analytiques et les données numériques est observé (Figure 30). De manière similaire à la configuration X1, on note cependant un écart similaire pour des rapports d'épaisseurs et de \bar{E} élevés.

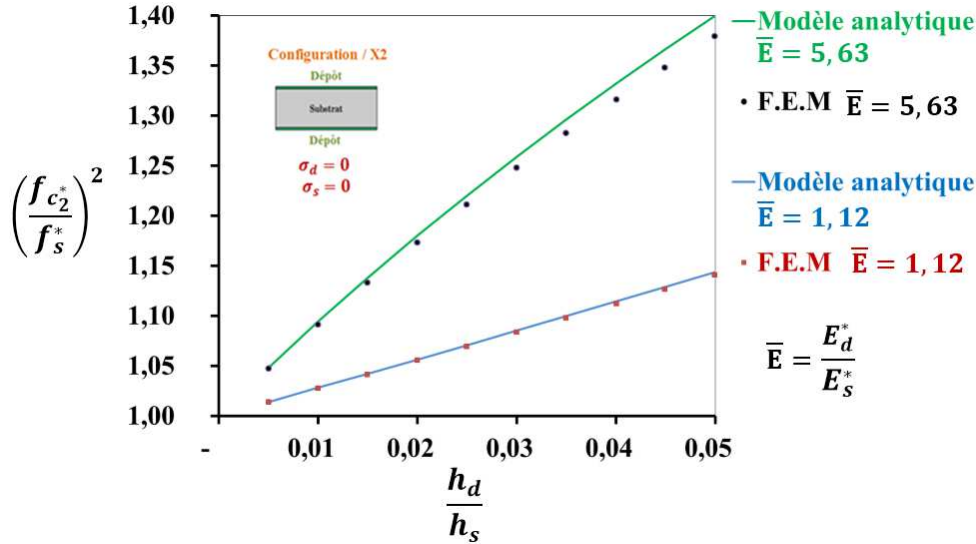


Figure 30: Fréquences de résonance obtenues par FEM et approche analytique d'un substrat avec deux dépôts libre de contrainte, en fonction du rapport des épaisseurs pour deux rapports de module d'Young, (1,12 et 5,63).

En conclusion, la convergence des fréquences de résonance pour les différentes configurations non contraintes permet de considérer notre approche numérique en mode dynamique comme un outil pertinent pour la suite des travaux, notamment pour étudier l'effet des contraintes.

2-4) Substrat revêtu contraint

Les contraintes dans le substrat pour les échantillons de type X1 et X2 sont introduites en utilisant les profils obtenus dans l'analyse réalisée en mode statique (Eqs. (7) et (8)).

A) Configuration X2

La Figure 31 rappelle schématiquement le mode de chargement pratiqué. Soit $f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$, la fréquence de résonance de l'échantillon de type X2 intégrant la contrainte dans le dépôt σ_d et le profil de contrainte imposé dans le substrat σ_s selon l'équation (8). L'évolution de la fréquence de résonance $f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$ a été étudiée en fonction du rapport des épaisseurs dépôt/substrat, pour plusieurs niveaux de contrainte σ_d dans le dépôt (Figure 32).

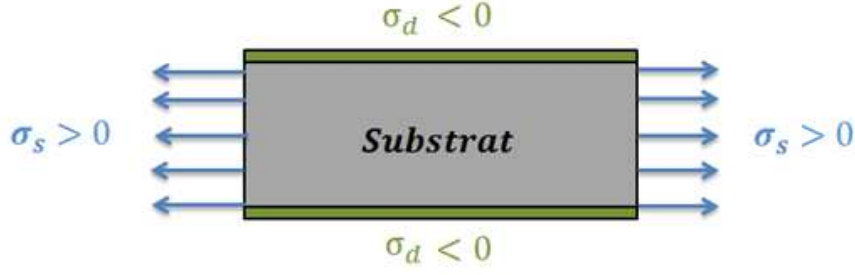


Figure 31: Configuration et signe de la contrainte pour un système (substrat avec deux dépôts)

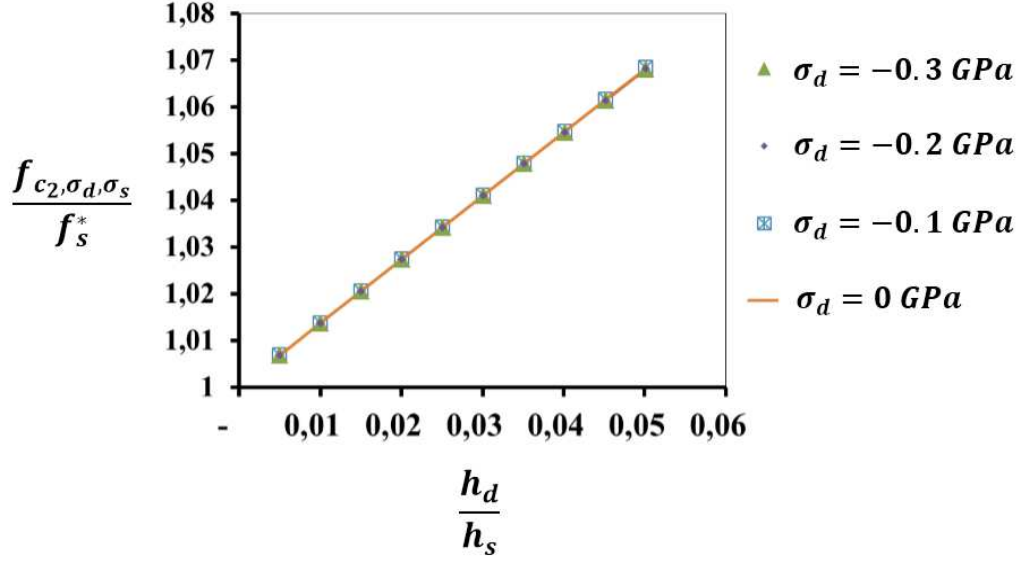


Figure 32 : Fréquence de résonance d'un composite de type X2 pour plusieurs niveaux de contraintes dans le dépôt.

$$(E_s^* = 185,6 \text{ GPa} / \rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_s = 1,873 \text{ mm}) / (E_d^* = 209 \text{ GPa} / \rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} / h_d = 9,4 \mu\text{m} - 94 \mu\text{m})$$

L'évolution du rapport $(\frac{f_{c2, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*})$ suit un profil linéaire croissant avec l'augmentation du rapport d'épaisseur dépôt/substrat. On remarque que toutes les courbes se superposent, quel que soit le niveau de contrainte dans le système. $f_{c2, \sigma_d, \sigma_s}$ dépend uniquement du rapport d'épaisseur dépôt/substrat et est totalement insensible au niveau de contrainte dans le dépôt. Le résultat est remarquable puisqu'il signifie que cette configuration double couche peut être considérée comme une configuration de référence (état relaxé) car sa fréquence de résonance est non altérée par la contrainte. Cette configuration permet donc de déterminer le module du dépôt libre de contrainte E_d^* .

L'équation de la Figure 32, s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{f_{c2, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*} = K \frac{h_d}{h_s} + 1 \quad (11)$$

K représente la pente de la droite, en bon accord avec celle du développement limité au premier ordre du formalisme analytique vibratoire (Eq. (10)) (cf. Annexe 3). On peut exprimer K sous la forme suivante :

$$K = \frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \quad (12)$$

Comme nous l'avons vu dans la partie 2-2 que la fréquence du substrat est affectée par la présence des contraintes, comme la fréquence du composite ne change pas, cela signifie que la variation de fréquence liée au revêtement compense exactement l'effet sur le substrat (Figure 33). Il est rappelé que la fréquence (f_s^*) permet de déterminer le module d'Young (E_s^*) du substrat, en utilisant l'équation (1).

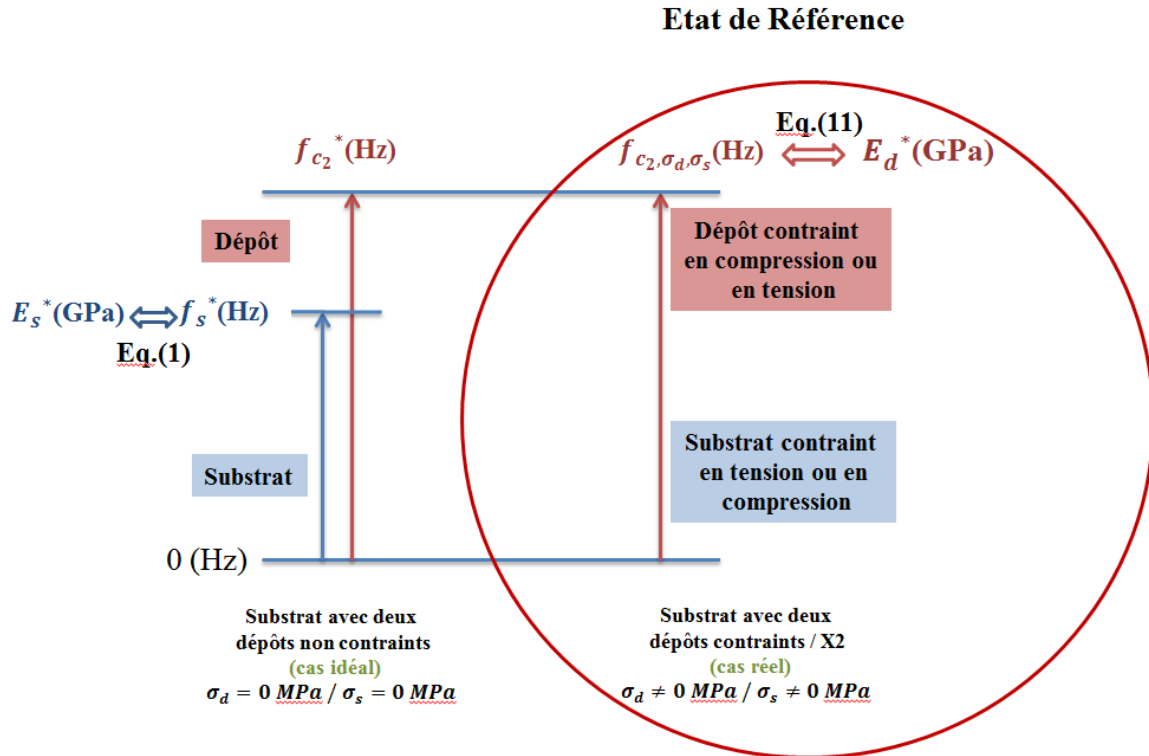


Figure 33 : Schématisation de la fréquence de résonance d'un composite contraint par rapport à celle d'un composite libre de contrainte (configuration sandwich X2).

B) Configuration X1

La Figure 34 rappelle schématiquement le mode de chargement pratiqué.

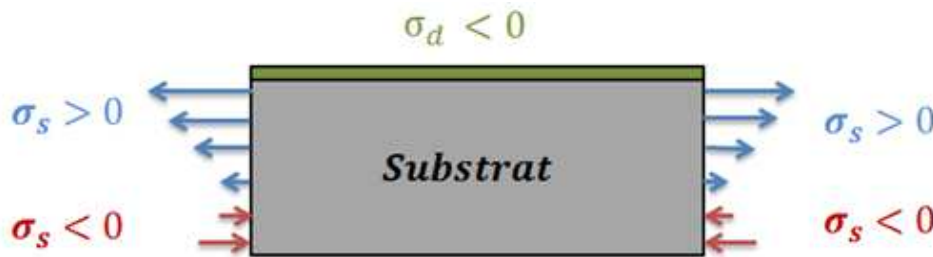


Figure 34 : Configuration et signe de la contrainte pour un système (substrat avec un seul dépôt)

Soit $f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$, la fréquence de résonance de l'échantillon de type X1 intégrant la contrainte dans le dépôt σ_d et le profil de contrainte imposé dans le substrat σ_s selon l'équation (7). L'évolution de la fréquence de résonance $f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$ a été étudiée en fonction du rapport des épaisseurs dépôt/substrat, pour plusieurs niveaux de contrainte σ_d dans le dépôt (Figure 35). Comme dans le cas précédent, l'évolution du rapport $\left(\frac{f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*}\right)$ est linéaire croissante avec l'augmentation du

rapport des épaisseurs dépôt/substrat. En revanche, l'évolution de la fréquence de résonance est sensible au niveau de contrainte dans le dépôt.

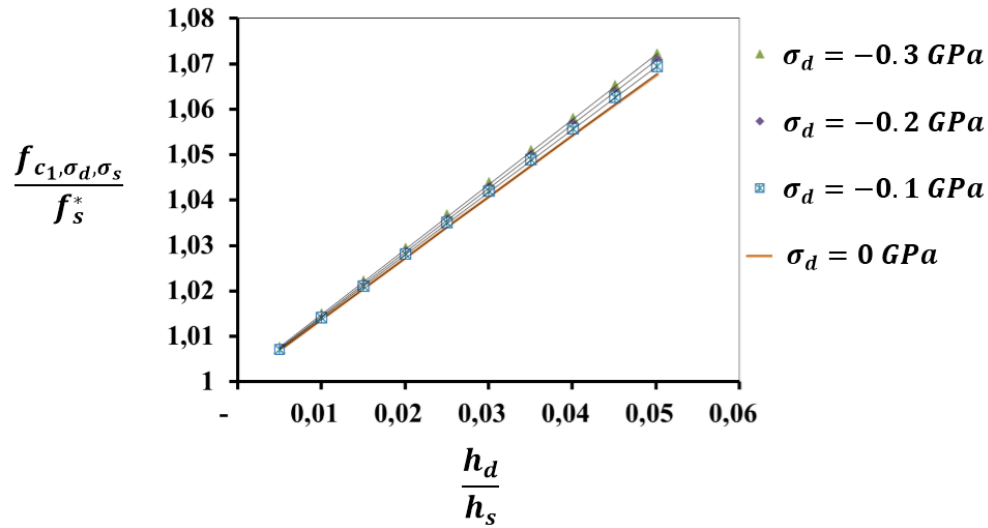


Figure 35: Fréquence de résonance d'un composite contraint, en fonction du rapport des épaisseurs pour plusieurs niveaux de contraintes (configuration X1).

($E_s^* = 185,6 \text{ GPa}$ / $\rho_s = 8,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ / $h_s = 1,873 \text{ mm}$) / ($E_d^* = 209 \text{ GPa}$ / $\rho_d = 5,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ / $h_d = 9,4 \mu\text{m} - 94 \mu\text{m}$)

Lorsque la contrainte de compression dans le dépôt augmente, la fréquence de résonance augmente plus rapidement pour un rapport d'épaisseur dépôt/substrat fixe. En d'autres termes, si la contrainte de compression augmente, la pente de la droite caractérisant l'évolution de la fréquence de résonance en fonction du rapport d'épaisseur augmente. Ceci provient directement de l'introduction du profil de contrainte non uniforme dans le substrat. Pour des contraintes de tension dans les dépôts, nous faisons l'hypothèse que l'évolution des fréquences de résonances des échantillons X1 contraints se fait dans le sens inverse.

D'après la Figure 35, la loi d'évolution de la fréquence de résonance de la configuration X1 contrainte en fonction du rapport des épaisseurs dépôt/substrat est donnée par :

$$\frac{f_{c1, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*} = K' \frac{h_d}{h_s} + 1 \quad (13)$$

La pente de la Figure 35 se décompose ainsi d'une partie fixe K défini précédemment pour la configuration X2 et d'un autre terme lié à la contrainte dans le dépôt.

$$K' = K'' \sigma_d + \frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \quad (14)$$

K'' est défini en exprimant la pente de chaque courbe de la Figure 35, en fonction du niveau de contrainte imposé dans le dépôt. De plus, ce terme a été normalisé par les dimensions et le module d'Young du substrat. On obtient alors :

$$K'' = \left(-0,196 \frac{\text{L}^2}{E_s^* h_s^2} \right) \quad (15)$$

L'équation (13) devient alors:

$$\frac{f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*} = \left[\left(-0,196 \frac{L^2}{E_s^* h_s^2} \right) \sigma_d + \left(\frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \right) \right] \frac{h_d}{h_s} + 1 \quad (16)$$

La Figure 36 montre la représentation schématique de l'effet de contrainte pour une configuration de type X1 contrainte. Cette configuration X1 peut donc être utilisée pour déterminer la contrainte dans de dépôt en utilisant la formule suivante :

$$\sigma_d = \frac{\left[\left(\frac{f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}}{f_s^*} - 1 \right) \frac{h_s}{h_d} \right] - \left(\frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \right)}{-0,196 \frac{L^2}{E_s^* h_s^2}} \quad (17)$$

à condition de connaître :

- les modules d'Young réels (libre de contrainte) du dépôt et du substrat,
- le rapport d'épaisseur dépôt/substrat,
- les masses volumiques des matériaux constitutifs du système.

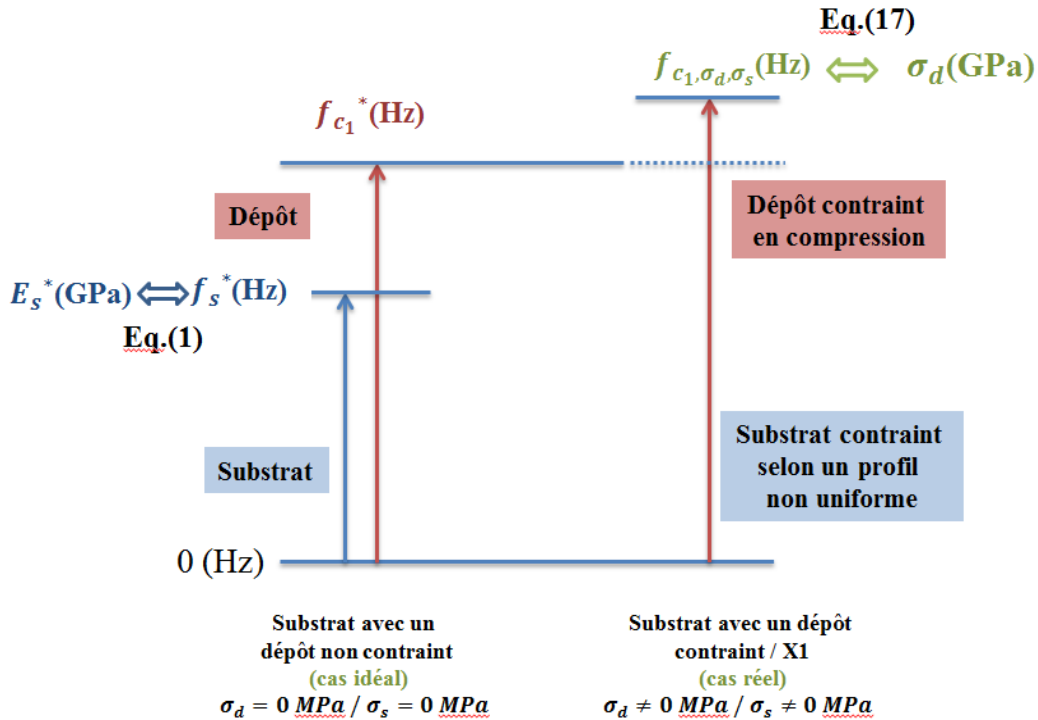


Figure 36 : Schématisation de l'effet de contraintes de compression sur la fréquence de résonance d'un composite, par rapport à celle de son état libre de contrainte (configuration /X1).

Il faut noter que l'équation (16) a été obtenue pour une seule valeur de rapport de modules d'Young, qui est de l'ordre de 1,12. Une étude de sensibilité au rapport des modules d'élasticité a été ainsi menée pour quantifier son influence sur le comportement de la configuration X1. Dans ce cadre, nous avons fait varier le rapport d'épaisseur dépôt/substrat, les niveaux de contraintes dans le dépôt et le rapport des modules élastiques. La Figure 37 montre la sensibilité au rapport des modules d'élasticité du terme sensible à la contrainte dans le dépôt de l'Eq.(15).

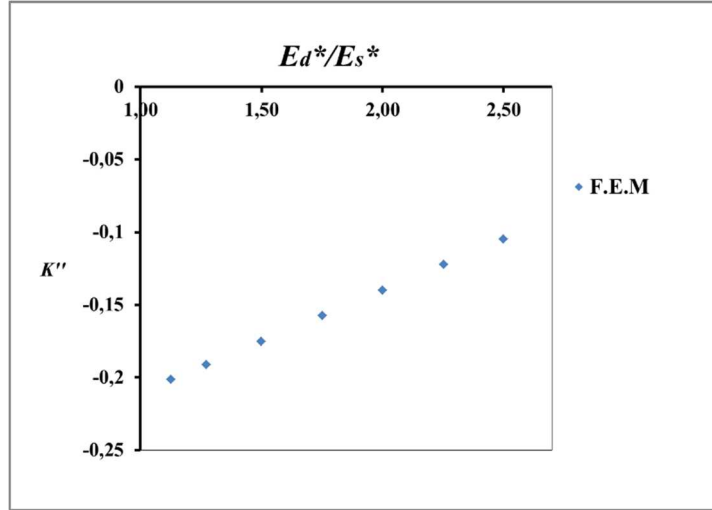


Figure 37: Etude de sensibilité sur le terme correctif de contrainte, en fonction de plusieurs propriétés élastiques d'une poutre composite en configuration (X1).

Le terme K'' s'écrit sous la forme suivante :

$$K'' = 0,08 \frac{E_d^*}{E_s^*} - 0,275 \quad (18)$$

Ce terme correctif provient très probablement par l'évolution de la position du centre d'inertie dans l'échantillon. La connaissance des dimensions (h_d, h_s), des propriétés élastiques ($E_s^*, E_d^*, \rho_s, \rho_d$) du composite et la mesure de la fréquence d'un massif avant et après la réalisation d'un seul dépôt, (f_s^*) et ($f_{c1}, \sigma_d, \sigma_s$) respectivement, permet dorénavant de déterminer le niveau de contrainte dans le dépôt par l'intermédiaire de l'équation suivante :

$$\sigma_d = \frac{\left[\left(\frac{f_{c1}, \sigma_d, \sigma_s}{f_s^*} - 1 \right) \frac{h_s}{h_d} \right] - \left(\frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \right)}{\left(0,08 \frac{E_d^*}{E_s^*} - 0,275 \right) \frac{L^2}{E_s^* h_s^2}} \quad (19)$$

- **Comparaison entre analyse numérique et formalisme analytique**

Un formalisme vibratoire analytique utilisant les profils de contraintes dans les substrats déterminés par l'approche numérique en statique a été développé en parallèle pour les substrats revêtus contraints (cf. Annexe 5). Les profils de contraintes ont été implantés dans le terme d'énergie de déformation de tout le système substrat/dépôt. Dans le cas d'une configuration de type X1, les bornes d'intégration du terme d'énergie suivant l'épaisseur tiennent compte de la variation du centre d'inertie apparaissant lorsque l'épaisseur du dépôt augmente (cf. Annexe 3). Le formalisme s'écrit alors (cf. Annexe 5):

$$\left(\frac{f_{c1}, \sigma_d, \sigma_s}{f_s^*} \right)^2 = 1 - 0,56 \frac{h_d \sigma_d L^2}{E_s h_s^3} \left(1 - \frac{E_d}{4 E_s} \right) \quad (20)$$

Ce formalisme peut aussi s'écrire sous la forme suivante après développement limité d'ordre 1 :

$$\frac{f_{c1,\sigma_d,\sigma_s}}{f_s^*} = \left[\left((K''') \frac{L^2}{E_s^* h_s^2} \right) \sigma_d + \left(\frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \right) \right] \frac{h_d}{h_s} + 1 \quad (21)$$

$$\text{avec } K''' = -0,28 \left(1 - \frac{E_d^*}{4 E_s^*} \right) \quad (22)$$

En utilisant cette approche, les contraintes dans les dépôts peuvent être déterminées en utilisant la relation suivante :

$$\sigma_d = \frac{\left[\left(\frac{f_{c1,\sigma_d,\sigma_s}}{f_s^*} - 1 \right) \frac{h_s}{h_d} \right] - \left(\frac{1}{2} \left(\frac{3E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \right)}{\left(-0,28 \left(1 - \frac{E_d^*}{4 E_s^*} \right) \right) \frac{L^2}{E_s^* h_s^2}} \quad (23)$$

Il faut noter que les deux approches analytique et numérique donnent un terme de sensibilité de la fréquence de résonance à la contrainte légèrement différent (Eqs. (18) et (22)). La Figure 38 montre la sensibilité de K'' et K''' déterminés par approche numérique et analytique respectivement, au rapport des modules des matériaux constituant le système. On remarque que la concordance entre les deux approches est bonne pour des valeurs de rapports des modules d'Young compris entre 1 et 1,5. Au-delà, les deux approches divergent sensiblement.

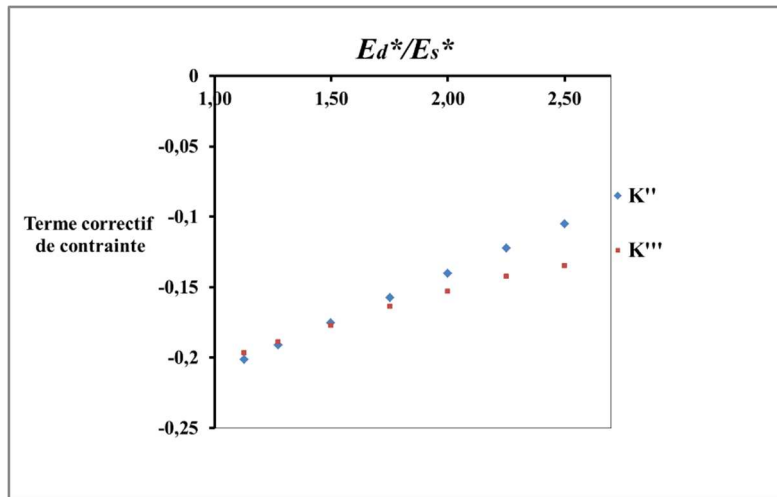


Figure 38: Etude de sensibilité sur le terme correctif de contrainte, en fonction du rapport des modules d'élasticité des matériaux constituant le système de type XI.

Bilan			
	Configuration	Numérique	Analytique
Statique	Poutre de type X1	Détermination de la distribution de contraintes longitudinales dans l'épaisseur en profondeur. Equation (7)	profils de contraintes en bon accord avec les résultats numériques (cf. Annexe 4)
	Poutre de type X2	Equation (8)	
Dynamique	Massif contraint ou non	Détermination des fréquences de résonance. Equation (3) et (1) respectivement : Validation de l'approche numérique.	Convergence avec les modèles analytiques.
	Poutres de type X1 et X2 sans contraintes	Equation (9) et (10) respectivement	Convergence avec les modèles analytiques.
	Poutre de type X2 contrainte	Equation (11) → Déduction du module d'Young libre de contrainte du dépôt	Implantation des profils de contrainte et prise en considération du changement du centre d'inertie pour un échantillon de type X1
	Poutre de type X1 contrainte	Equation (19) → Déduction de la contrainte dans le dépôt	→ Equation (23)

En conclusion, plusieurs simulations numériques par éléments finis ont été réalisées en mode statique. Ces simulations ont permis de mettre en évidence la dépendance de la distribution de contraintes dans l'épaisseur du substrat à la nature du confinement provoqué par le dépôt (configuration [substrat / dépôt] ou [dépôt / substrat / dépôt]).

Les fréquences de résonance ont été déterminées numériquement en utilisant le mode dynamique. Dans un premier temps, elles ont été comparées avec celles issues des modèles analytiques relatives aux configurations suivantes : massif contraint ou non, substrat/dépôt libre de contrainte pour deux configurations ([substrat / dépôt] ou [dépôt / substrat / dépôt]). Ceci a permis de valider notre approche numérique.

Afin de déterminer l'influence de la contrainte sur la fréquence de résonance du système, les profils de contraintes obtenus par l'approche numérique statique ont été pris en considération. Un terme, K'' , de dépendance à la contrainte dans le dépôt a pu être établi.

Parallèlement, un modèle analytique a été développé en utilisant les profils de contraintes obtenus par l'approche numérique statique. Un terme K''' concordant au terme K'' sur un domaine donné a été déterminé.

Chapitre 3 : Validation expérimentale

Chapitre 3 : Validation expérimentale

1) Protocole expérimental

Nous avons vu que les deux équations (19) et (23) déterminées respectivement par la simulation numérique et l'approche énergétique, étaient tout à fait cohérentes entre elles. Un écart apparaît simplement lorsque le rapport $\frac{E_d^*}{E_s^*}$ devient important. Comme cette donnée est neutre dans le calcul analytique, on peut supposer que le maillage numérique du composite asymétrique (X1) en termes d'élasticité devient imparfait lorsque E_d^* devient important (faibles déformations dans le revêtement). Une étude de la convergence numérique dans le cas des substrats revêtus serait certainement nécessaire afin de lever cette incertitude.

Dans cette partie, nous allons confronter ces approches à des mesures expérimentales. Nous nous limiterons à la formulation analytique, non en raison de cet écart, mais parce que l'étude numérique qui nous a grandement aidé à émettre les bonnes hypothèses pour le développement analytique n'est pas réversible. En effet, si les données géométriques et physiques du matériau ($E_d^*, E_s^*, \rho_d, \rho_s, h_d, h_s \dots$) permettent de retrouver la fréquence de résonance expérimentale, le calcul numérique ne peut pas être effectué dans le sens inverse. Une méthode inverse consistant en un calcul numérique itératif faisant varier E_d^* jusqu'à obtenir la fréquence expérimentale serait possible mais fastidieuse, demandant un temps de calcul important.

La démarche de validation sera effectuée de la façon suivante :

- 1) Etude du substrat : détermination de E_s^* (Eq. (1)),
- 2) Etude d'un substrat avec double revêtement sandwich (X2) : détermination de E_d^* (Eq. (11)), après avoir mesuré l'épaisseur et la masse volumique du dépôt.
- 3) Etude d'un substrat avec un seul revêtement monocouche (X1) : détermination de σ_d (Eq. (23)),
- 4) Détermination des contraintes des dépôts par DRX/Stoney,
- 5) Comparaison des valeurs de contraintes issues des deux méthodes.

2) Choix des matériaux

Deux systèmes de dépôts seront étudiés. Le premier système correspond à des dépôts épais issus de la thèse de Mathieu Tatat. Le système Ni/NiO n'est pas idéal car une incertitude existe sur le module intrinsèque de NiO, en se rajoutant aux effets induits par les contraintes : suivant la température et le temps (épaisseur) d'oxydation, que sont réellement la porosité et la stœchiométrie (masse volumique) de NiO ? De plus, les temps d'oxydation très long et les effets magnéto-élastiques (dont nous parlerons plus loin) impliquent d'effectuer les mesures au-dessus de la température de Curie (T_C), ce qui rend donc l'expérimentation longue et complexe. Pour ces raisons, nous avons choisi d'étudier un second système avec des épaisseurs nanométriques de dépôts W. L'expression du décalage des fréquences de résonance pour un composite libre de contrainte par rapport à un massif non revêtu, est relatif à l'expression suivante :

$$\Delta f \approx f_s^* \frac{1}{2} \frac{h_d}{h_s} \left(3 \frac{E_d^*}{E_s^*} - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \quad (24)$$

L'étude demande donc de choisir un substrat d'épaisseur beaucoup plus fine, de l'ordre de 0,35 mm afin d'avoir une forte sensibilité en fréquence. Dans ces conditions, la valeur du rapport des épaisseurs dépôt/substrat par l'intermédiaire de la technique de pulvérisation est de l'ordre de $(\frac{h_d}{h_s} \approx \frac{1}{1000})$, alors que dans le cas du système Ni/NiO, elle est de l'ordre de 0,03.

Une épaisseur plus importante relaxe les contraintes. De plus, la nature du substrat doit être également prise en considération pour engendrer un décalage de fréquence assez important.

Pour répondre à ces deux critères, nous avons choisi l'aluminium ($\frac{E_d^*}{E_s^*}$ grand). Les éprouvettes d'aluminium ont été découpées par électroérosion dans le même sens de laminage.

2-1) Système (Ni/NiO)

Nous avons récupéré pour cette thèse des échantillons réalisés au LaSIE de la Rochelle au cours de la thèse de Mathieu Tatat. Ces échantillons sont des polycristaux de nickel oxydés en surface. L'oxydation a été effectuée à 1100°C pour des durées différentes, dans un four Pyrox sous air artificiel. Il y a uniquement le NiO car il s'agit d'un composé stable obtenu à haute température d'oxydation, à l'inverse des autres oxydes instables de type Ni₂O₃ ou NiO₂. Le Tableau 3 présente un rappel des densités, des épaisseurs, ainsi que des niveaux de contraintes mesurées par DRX à la température ambiante des différents oxydes élaborés [25].

Système Ni/NiO	Densité	$h_{NiO}(\mu m)$	$\sigma_{NiO}(MPa)$
Oxydé à 1100°C (1h10)	5,2 ± 0,7	16 ± 0,8	-560 ± 50
Oxydé à 1100°C (4h40)	5,2 ± 0,7	29 ± 0,8	-485 ± 50

Tableau 3 : Valeurs de contraintes résiduelles expérimentales obtenues à la température ambiante par DRX.

Les mesures ont été effectuées par un diffractomètre équipé d'un goniomètre 4 cercles (Seifert XRD3000) et d'un détecteur ponctuel. La source des rayons X est constituée d'un tube à anticathode de cuivre d'une longueur d'onde de 0.154 nm. La tension et le courant imposés sont 30Kv et 30mA, respectivement. La pénétration des rayons X dans les oxydes NiO est de l'ordre de quelques dizaines de microns. L'épaisseur des oxydes de NiO a été déterminée par la réalisation de 20 clichés de coupes transverses par microscope électronique à balayage. La masse volumique apparente des oxydes a été définie par l'utilisation d'un pycnomètre à mercure afin de prendre en considération le volume de porosité totale.

A) Contraintes résiduelles d'oxydes de Nickel par DRM:

L'étude a été effectuée à partir de 400°C au-dessus de la température de Curie du nickel qui est de l'ordre de 370°C. Dans cette gamme de température, l'évolution du module d'Young du nickel et de son oxyde, déterminés par la méthode dynamique résonante suivent un comportement monotone décroissant (Figure 2). Les tableaux 4 et 5 présentent l'analyse des résultats expérimentaux entre 400 et 600°C dans le cas des deux épaisseurs de couches d'oxydes. Les mesures en températures des fréquences de résonance ont été effectuées sous vide à une pression de 10⁻³ Pa. Lors de ces mesures, le temps et la température n'influent pas sur la microstructure obtenue après oxydation longue à plus haute température.

Température (°C)	f_s^* (Hz)	E_{Ni} (GPa)	$f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$ (Hz)	E_{NiO} (GPa)	$f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$ (Hz)	Contrainte (MPa)
Equation		(1)		(11)		(23)
400	10337	193,4	10544	201,2	10454	-372
420	10294	192,4	10506	199,2	10410	-370
440	10255	190,8	10469	199,9	10371	-342
460	10222	189,4	10434	197,6	10338	-368
480	10186	186,8	10399	197,5	10303	-333
500	10152	185,6	10364	196	10268	-301
520	10116	184,3	10329	195,9	10232	-319
540	10081	183	10294	195,1	10197	-329
560	10048	181,8	10258	193,1	10164	-325
580	10009	180,4	10223	194,2	10124	-296
600	9974	179,1	10187	192,7	10089	-294

Tableau 4: Fréquences de résonance du nickel brut (f_s^*), du nickel oxydé en configuration X2 ($f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$) et du nickel oxydé en configuration X1 ($f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$). Modules d'Young apparents du nickel et du NiO
 Ni ($h_s = 1,92$ mm) / NiO ($h_d = 16$ μ m) / $\sigma_{NiO}(RT) = -560$ MPa

Température (°C)	f_s^* (Hz)	E_{Ni} (GPa)	$f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$ (Hz)	E_{NiO} (GPa)	$f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$ (Hz)	Contrainte (MPa)
Equation		(1)		(11)		(23)
400	9773	188,3	10199	199,8	10002	-321
420	9739	197	10165	198,6	9967	-300
440	9703	185,6	10129	197,8	9931	-298
460	9670	184,4	10096	196,2	9897	-277
480	9637	183,1	10053	196,1	9863	-278
500	9603	181,8	10028	196,1	9829	-257
520	9568	180,5	9993	195,1	9794	-255
540	9534	179,2	9959	194,5	9759	-235
560	9501	178	9925	193,3	9726	-234
580	9466	176,7	9892	192,9	9690	-215
600	9432	175,4	9856	192,1	9656	-213

Tableau 5 : Fréquences de résonance du nickel brut (f_s^*), du nickel oxydé en configuration (X2) ($f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}$) et du nickel oxydé en configuration (X1) ($f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$). Modules d'Young apparents du Nickel et du NiO
 Ni ($h_s = 1,77$ mm) / NiO ($h_d = 29$ μ m) / $\sigma_{NiO}(RT) = -485$ MPa

L'évolution des contraintes présentées dans les tableaux 4 et 5 est tracée en Figure 39, en fonction de la température. Leur évolution entre 400 à 600°C varie de façon quasi monotone, décroissante, en compression.

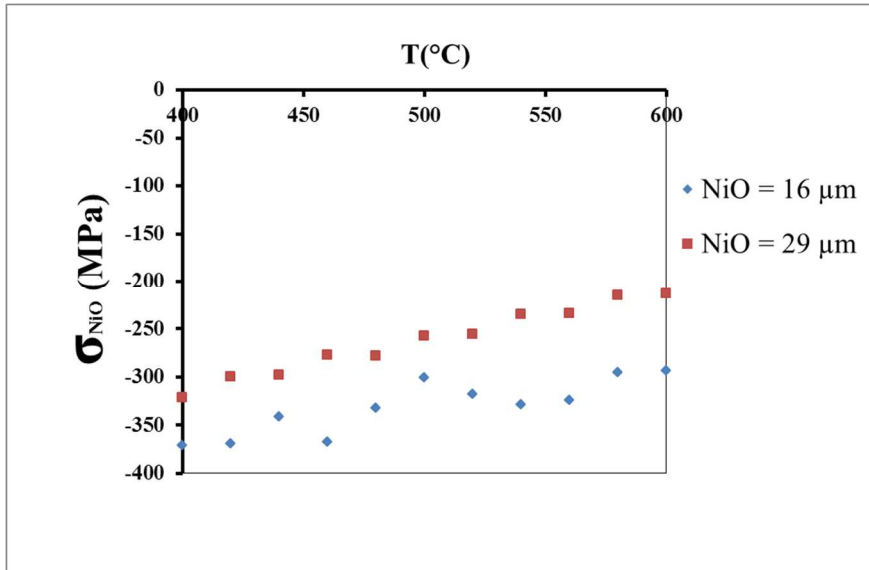


Figure 39: Résultats bruts de contraintes résiduelles d'oxydes de Nickel, en fonction de la température, déterminées par la méthode dynamique résonante.

B) Comparaison avec l'analyse DRX

Les valeurs de contraintes obtenues par DRM sont déterminées à des températures comprises entre 400 et 600°C. Or, la détermination de la contrainte sur les mêmes dépôts par DRX n'a été effectuée qu'à la température ambiante. L'utilisation du protocole décrit en Annexe 2 nous a obligé à faire l'ablation des revêtements. Par conséquent, nous ne disposons plus des échantillons pour faire une analyse DRX en température. Dans le but de faire une comparaison des résultats en contrainte, il a fallu déduire le niveau de contrainte obtenu par DRX en température, en utilisant l'équation ci-dessous :

$$\sigma_{d\ DRX}(T) = \frac{(1100-T) \cdot \sigma_{d\ DRX\ RT}}{(1100-RT)} \quad (25)$$

Ce calcul suppose seulement que la différence des coefficients de dilatation thermique reste constante sur toute la gamme de température.

avec :

$\sigma_{d\ DRX\ RT}$, la contrainte par DRX à la température ambiante (RT).

T , la température de mesure.

La Figure 40 présente une comparaison des niveaux de contraintes d'oxydes de nickel obtenues par DRM et par DRX, en fonction de la température et pour les deux épaisseurs.

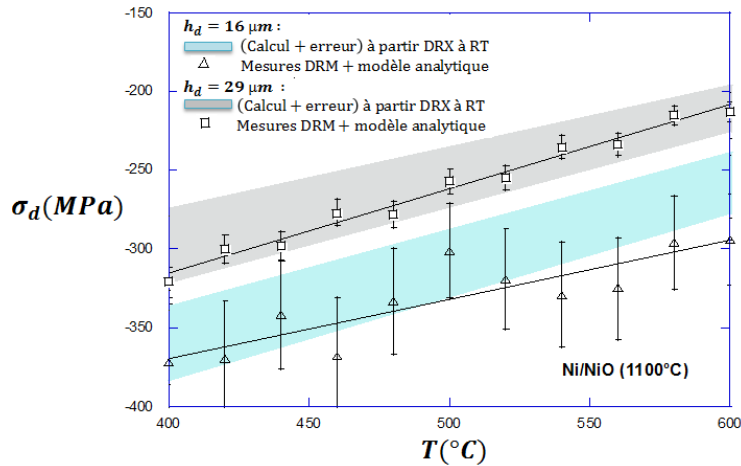


Figure 40 : Contraintes dans le dépôt NiO pour deux épaisseurs différentes, déterminées par la méthode dynamique résonante avec l'utilisation du formalisme analytique (23) en comparaison avec celles issues de la méthode DRX, en fonction de la température.

. Nous avons attribué une incertitude de 10% sur les valeurs de contraintes de dépôts par DRX. Ce niveau d'incertitude correspond à celui qui a été obtenu lors de la mesure de contraintes à la température ambiante par la même technique. Concernant les contraintes obtenues par DRM, la courbe de linéarisation qui englobe les valeurs de contraintes a permis d'estimer un niveau d'incertitudes de l'ordre de 3% et 10 % pour les oxydes d'épaisseur 29 μm et 16 μm , respectivement. Cet écart résulte de l'incertitude au niveau des épaisseurs des dépôts. Elle sera d'autant plus importante que l'épaisseur de dépôt est faible. La prise en considération des incertitudes de chacune de ces deux méthodes de mesure de contraintes, montre qu'il y a un bon accord entre les différentes valeurs de contraintes estimées par les deux méthodes. De cette manière, nous pouvons valider le nouveau formalisme (Eq. (23)) pour des revêtements d'épaisseur relativement importante

2-2) Système (Al/W)

A) Elaboration des dépôts

Un seul type de dépôt a été élaboré par pulvérisation ionique. Ces dépôts ont été élaborés à température ambiante à une pression de 10^{-2} Pa. Le niveau de contrainte a été contrôlé entre -3,1 et -4 GPa. Le choix du matériau du dépôt s'est limité au tungstène en raison de la prédominance de sa phase α , considérée comme une phase stable et monophasé, permettant de lui conférer un comportement mécanique localement isotrope [44]. La vitesse des dépôts a été étalonnée par la réflectométrie X, de l'ordre de $2,3 \text{ \AA} \cdot \text{s}^{-1}$. Nous nous sommes limités à des épaisseurs de dépôts de quelques centaines de nanomètres pour éviter les phénomènes de relaxation de contraintes. Dans le cas de la pulvérisation par faisceaux d'ions assistée par magnétron, la réalisation de deux dépôts de part et d'autre du substrat n'est possible que par la réalisation de deux étapes de pulvérisation de façon successive. On suppose ainsi que les niveaux de contraintes, ainsi que les épaisseurs de dépôts, réalisés en configuration bicouches et monocouche sont identiques. L'épaisseur de quelques dépôts a été vérifiée par microscopie électronique à transmission. La Figure 41 montre deux exemples d'épaisseurs de dépôts de tungstène, en accord avec la vitesse de dépôt de la machine de pulvérisation.

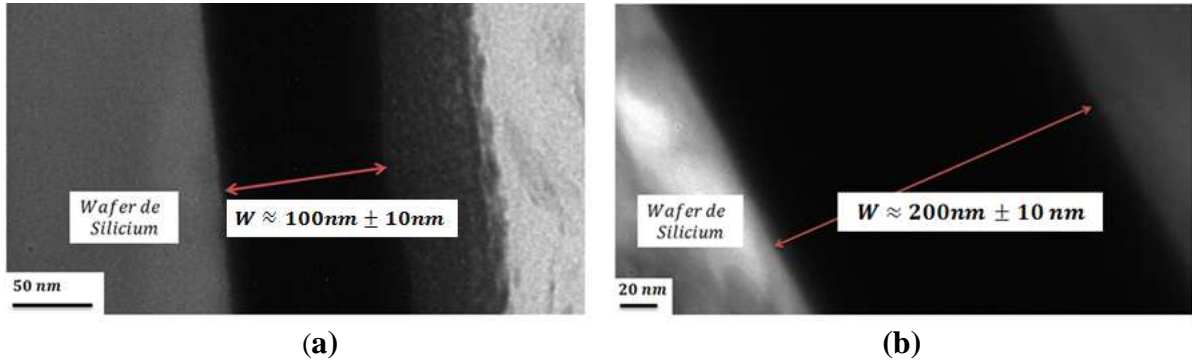


Figure 41 : Observation microscopique par MET de deux lames minces relatives à un dépôt de tungstène sur un wafer de Silicium:
 (a) dépôt de tungstène (100 nm) (b) dépôt de tungstène (200 nm)

B) Contraintes résiduelles des dépôts par la méthode de Stoney

Le Tableau 6 répertorie les différentes valeurs de contraintes des dépôts de tungstène obtenues par la méthode de Stoney (voir paragraphe 3.2 du chapitre 1), pour les deux configurations (X1) et (X2). Nous avons utilisé cette deuxième méthode de mesure de contraintes pour valider notre méthode, car l'analyse DRX a montré la présence d'une seconde phase de tungstène, ne permettant pas de faire une analyse correcte de façon simple.

Configuration (X2) $h_w(\text{nm})$	Configuration (X1) $h_w(\text{nm})$	$\sigma_w(\text{GPa})$
200±10	100±10	-3,4
400±10 (série 1)	200±10 (série 1)	-3,6
400±10 (série 2)	200±10 (série 2)	-3,1
600±20 (série 1)	300±20 (série 1)	-4
600±20 (série 2)	300±20 (série 2)	-3,6

Tableau 6 : Valeurs de contraintes résiduelles expérimentales à la température ambiante, déterminées par la méthode de Stoney

C) Comparaison avec l'analyse DRM

- Mesure des modules du substrat et du revêtement

Nous avons commencé par faire une étude de dispersion sur les valeurs des modules du substrat, puis du revêtement (non contraints). Ces résultats sont présentés dans le Tableau 7 (étude systématique de plusieurs échantillons pour chaque configuration). La dispersion observée au niveau du module du substrat Al peut s'expliquer par la faible épaisseur de ceux-ci introduisant une légère anisotropie élastique. Une mesure sur échantillon plus massif donne 72,0 GPa, ce qui est en parfait accord avec la moyenne obtenue.

Epaisseur totale (nm)	$f_s^*(Hz)$	$E_{Al}(GPa)$	$f_{c_2, \sigma_d, \sigma_s}(Hz)$	$E_W(GPa)$
Equation		(1)		(11)
200±10	2974	69,0	2980	333
	3156	77,1	3161	320
	2849	73,2	3854	316
400±10	3084	75,4	3095	330
	3113	74,2	3124	325
	3057	72,2	3059	341
	3004	74,9	3015	326
	2956	68,9	2968	341
	2916	74,2	2928	348
600±20	2879	73,7	2896	325
	2851	72,9	2868	318
	3116	78,6	3134	340
	2974	75,6	2992	349
	2980	74,4	2997	329
	3023	77,5	3040	331
Moyenne		74,1±2		331±10

Tableau 7 : Résultats expérimentaux en termes de fréquence de résonance, module d'Young pour le système (Al/W) bicouche pour plusieurs épaisseurs de dépôt

Nous voyons que, malgré le choix optimal du système Al/W, la faible épaisseur des films introduit des décalages très faibles en fréquence, respectivement de l'ordre de 6, 12 et 18 Hz, soit 0,2, 0,4 et 0,6 %. Cela justifie a posteriori le choix du décapage afin de ne pas introduire d'erreur de recalage des fréquences du substrat (cf. Annexe 2). Nous obtenons donc une valeur moyenne de module de W de 331 GPa sans trop de dispersion. Pour W massif, la littérature donne des valeurs autour de 400 GPa mais le Handbook de Simmons et Wang [45] donne plutôt une valeur de 370 GPa. Nos résultats donnent une valeur inférieure. Pour l'expliquer, nous prendrons en compte la nature nanostructurée des films W qui présentent de nombreux joints de grains. Si l'on considère qu'ils introduisent un taux de nano-porosité p , le modèle élastique établi par Ramakrishnan [46] donne la relation entre module E_P du matériau nanoporeux et E_M du massif : $E_P = E_M (1 - 3p)$ pour un coefficient de Poisson moyen de 1/3 et une porosité volumique p faible. Les valeurs respectives de 330 et 370 donnent alors une porosité faible de l'ordre de 4%. Comme la mesure de fréquence par DRM impose l'unicité du rapport $\frac{E}{\rho}$, cela implique qu'au lieu de prendre une densité théorique de 19,3 pour W, il faudrait prendre une densité de 18,5. Pour la suite de l'étude, nous ne prendrons pas en compte ces corrections minimales. Nous avons également essayé de revêtir des substrats plus fins (<0,2 mm) afin d'augmenter le ratio des épaisseurs, donc la sensibilité à la mesure, mais sans succès. Les contraintes macro deviennent inhomogènes comme le confirme la mesure statique de la flèche et les résultats de DRM qui deviennent incohérents.

- **Mesure des contraintes résiduelles**

Le Tableau 8 présente les différentes valeurs de contraintes déterminées par DRM en comparaison avec celles issues de la méthode de Stoney, pour les différents dépôts de tungstène (X1).

Epaisseur (nm)	f_s^* (Hz)	E_{Al} (GPa)	E_W (GPa)	$f_{c_1, \sigma_d, \sigma_s}$ (Hz)	σ_R DRM (GPa)	Erreur Relative (%)	σ_R Stoney (GPa)
Equation		(1)	(11)		(23)		
100±10	2974	69,0	333	2978	-0,7	80	-3,4
	3156	77,1	320	3160	-3,5		
	2849	73,2	316	2853	-1,6		
200±10	3084	75,4	330	3094	-5,7	75	-3,6
	3013	74,2	325	3022	-4,7		
	3057	72,2	341	3063	-2,9		
	3004	74,9	326	3012	-3,8	55	-3,1
	2956	68,9	341	2966	-2,2		
	2916	74,2	348	2925	-2,5		
300±20	2879	73,7	325	2893	-4,3	50	-4
	2851	72,9	318	2864	-3,8		
	3116	78,6	340	3130	-5,7		
	2974	75,6	349	2987	-3	35	-3,6
	2980	74,4	329	2994	-4,2		
	3023	77,5	331	3035	-4		

Tableau 8 : Résultats expérimentaux en termes de fréquence de résonance, module d'Young apparent et contraintes résiduelles du dépôt pour le système (Al/W) en configuration (X1) pour plusieurs épaisseurs de dépôts.

Nous voyons dans le Tableau 8 que les valeurs de contraintes (cases rouges) présentent une énorme dispersion. Elles restent tout de même dans l'ordre de grandeur des valeurs issues de la méthode de Stoney pour laquelle il est difficile de donner une incertitude fiable. Cette dispersion tend clairement à diminuer avec l'augmentation de l'épaisseur, mais reste néanmoins très importante. Pour comprendre cela, il nous faut revenir au choix du système, choix lié à une optimisation de la sensibilité expérimentale pour la détermination des modules de films minces non contraints. Ce choix a bien sûr été opéré avant l'optimisation numérique et analytique proposée pour la détermination des contraintes par la méthode DRM. Or, la sensibilité de la méthode (décalage de fréquence de résonance) dépend de la quantité $\left(1 - \frac{E_d^*}{4 E_s^*}\right)$ de l'équation (23). Le choix se révèle donc désastreux puisque, à la dispersion près, nous obtenons une valeur comprise entre 0,1 et 0,2 (0,75 dans le cas du système Ni/NiO). Nous avons donc traité le problème de façon inverse. En fixant $E_s^*=72$ GPa, $E_d^*=331$ GPa et en reprenant les valeurs de contraintes provenant de la méthode de Stoney, nous avons simulé l'erreur sur la fréquence de résonance donnant une dispersion relative moyenne de contraintes de 50 %. Nous trouvons qu'une dispersion de ± 1 Hz suffit à reproduire cette dispersion et explique donc les résultats obtenus.

En conclusion, si le choix du système Al/W est une bonne option pour la détermination du module des films minces, il s'est révélé catastrophique en termes d'analyse correcte des contraintes dans ces mêmes films minces. Toutefois, le formalisme analytique proposé rend bien compte a posteriori du fait que l'étude de ce système ait été vouée à l'échec par un mauvais choix du ratio $\frac{E_d^*}{E_s^*}$. Cela conforte tout de même la validité de l'approche.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

1) La DRM, nouvelle méthode d'analyse des contraintes internes ?

Ce travail de thèse consistait à élargir le champ d'application de la méthode dynamique résonante aux mesures de contraintes au sein des matériaux. Elle était validée pour les massifs non revêtus à l'aide d'un formalisme adéquat. Il était intéressant de rendre cette méthode valable également pour les dépôts, en utilisant un nouveau formalisme adapté aux substrats revêtus. La problématique de cette thèse consistait à définir les principaux facteurs qui interviennent sur l'évolution de la fréquence de résonance d'un substrat revêtu contraint par rapport à son état libre de contrainte. Dans le cas d'un massif contraint sans revêtement, l'évolution de sa fréquence de résonance par rapport à son état libre de contrainte est gouvernée par un formalisme vibratoire, dont la prise en considération de l'existence d'une contrainte s'est effectuée dans le terme d'énergie de déformation. Une analogie avec les substrats revêtus contraints nous a incité à déterminer la distribution de contrainte dans l'épaisseur de tout le composite substrat/dépôt. En plus, selon des récentes constatations issues des travaux de Mathieu Tatat, il est désormais indispensable de tenir compte de la nature du confinement du dépôt et de son épaisseur, sur la fréquence de résonance du composite.

Pour développer ce dernier formalisme, nous avons réalisé des simulations numériques par éléments finis à l'aide du logiciel Abaqus[®] sur une poutre en deux modes :

- en mode statique, nous avons déterminé la distribution de contrainte dans l'épaisseur du composite. Cette distribution de contrainte dépend effectivement de la nature de confinement des dépôts (monocouche ou sandwich).
- en mode dynamique, nous avons mis en place un modèle numérique capable de déterminer la fréquence de résonance d'un matériau donné. Des comparaisons avec les modèles analytiques adéquats aux massifs non revêtus contraints ou non et aux massifs revêtus libre de contrainte ont permis de valider cette approche numérique.

L'implantation des résultats de l'étude statique dans le modèle numérique en mode dynamique nous a permis par la suite de développer le formalisme vibratoire pour les substrats revêtus contraints, à la fois par approches numérique et analytique.

Dans ce cadre, la détermination de contraintes résiduelles au sein des dépôts par la méthode dynamique résonante suit le protocole expérimental suivant :

- 1) Etude du substrat : détermination de E_s^* (Eq. (1)),
- 2) Etude d'un substrat avec deux dépôts sandwich (X2) : détermination de E_d^* (Eq. (11)),
- 3) Etude d'un substrat avec un seul dépôt monocouche (X1) : détermination de σ_d (Eq. (23)).

Nous avons appliqué cette démarche sur deux types de dépôts réels, en faisant une comparaison de leurs valeurs de contraintes avec d'autres méthodes de mesure. Ces comparaisons ont révélé que la méthode dynamique résonante et le formalisme vibratoire développé pour les substrats revêtus contraints, sont efficaces dans le cas de dépôts épais. A ce stade, il resterait à faire une étude systématique avec des revêtements de l'ordre du micron et présentant des valeurs de module et de densité adéquates (bonne sensibilité à la mesure). L'avantage le plus important

apporté par la technique DRM est de proposer simultanément une caractérisation de l'élasticité et des contraintes internes des matériaux, alors que l'analyse DRX nécessite de connaître au préalable l'un ou l'autre. Le deuxième avantage de cette méthode est de pouvoir analyser en continu en température le niveau de contraintes internes. Ceci peut être relativement rapide, contrairement par exemple à l'analyse par DRX qui demande d'établir un spectre expérimental pour chaque température discrète étudiée. Enfin, contraintes internes ou non, l'étude des revêtements par DRM, plus particulièrement les revêtements fins, passe par une détermination précise de la densité de ceux-ci. C'est ce dernier point qui apporte le plus d'incertitude par rapport à celui engendré par l'épaisseur.

2) Vers l'utilisation de la DRM pour l'étude des couplages contraintes internes/propriétés physiques ?

2-1) Couplage contraintes internes/magnéto-élasticité

L'analyse des contraintes du système Ni/NiO n'a été effectuée qu'à partir de 400°C (en dessus de la température de Curie T_C de Ni). En dessous de T_C , le module du nickel ferromagnétique présente une particularité appelée effet ΔE , lié à la magnéto-élasticité, qui est illustré en Figure 42. Cet effet n'est autre que l'écart du module d'Young apparent E par rapport à celui E_0 relatif à un matériau paramagnétique. En dessous de la température de Curie, la variation de l'aimantation spontanée du matériau ferromagnétique lui confère une déformation magnétostrictive. Cette dernière déformation s'ajoute à la déformation élastique, d'où l'obtention d'un module d'Young apparent plus faible que E_0 .

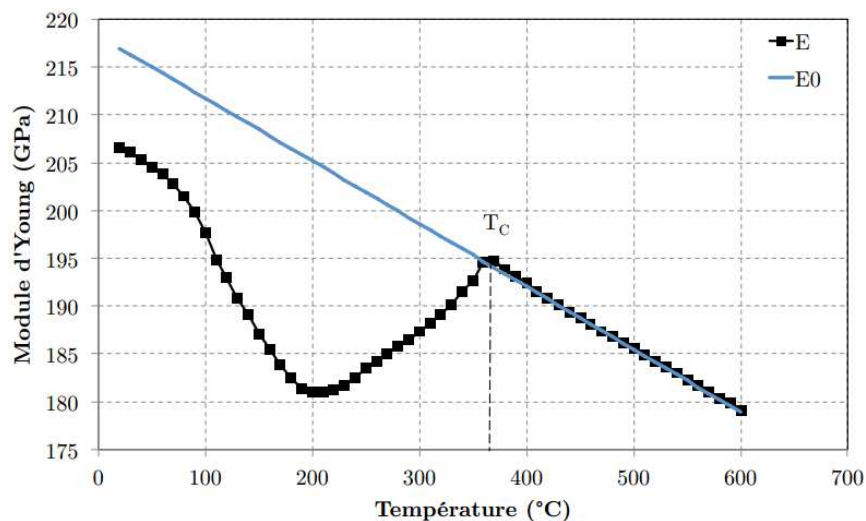


Figure 42: Module d'Young E en température du nickel pur (E_0 représente une extrapolation du même matériau équivalent paramagnétique) [25].

L'évolution du module d'Young apparent avec la température présente une chute jusqu'à 200°C, puis une augmentation jusqu'à E_0 , à cause de l'évolution de l'anisotropie magnéto-cristalline et de la diminution de l'aimantation spontanée avec la température, respectivement (plus de détails en référence [25]). Nous voyons que l'amplitude de l'effet ΔE diminue progressivement (courbes noires, bleu puis rouge) avec la présence d'un ou deux dépôts de NiO (Figure 43). Ce comportement est dû à l'introduction de contraintes internes par l'intermédiaire des revêtements. Cette introduction de contraintes provoque une réorganisation

des domaines magnétiques, ce qui a entraîné par voie de conséquence une variation de leur aimantation spontanée et donc une modification de leurs déformations magnétostrictives.

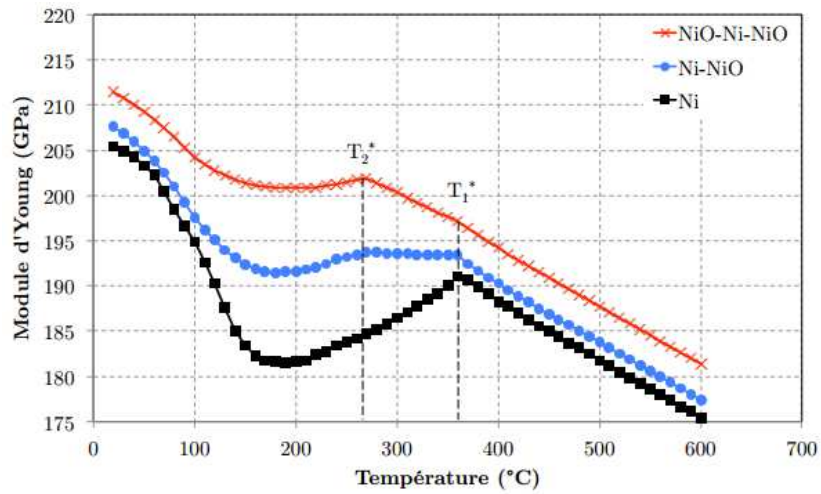


Figure 43 : Module d'Young du nickel nu et oxydé sur une ou deux faces, en fonction de la température [25].

Nous voyons qu'au-dessus de T_c le module de Ni oxydé sur une seule face varie légèrement, dû à la présence de contrainte. Mais en dessous de T_c cet effet devient négligeable devant l'effet de couplage. Nous avons quantifié le niveau de contraintes dans le substrat Ni à partir du nouveau formalisme développé au cours de ce travail de thèse. Dans le but de vérifier s'il existait ou non une corrélation contraintes-internes/effets magnéto-élastique, nous avons étudié également un autre système Ni/W avec des dimensions et des niveaux de contraintes complètement différents. La Figure 44 présente l'évolution du module d'Young du nickel normalisé par rapport à celui obtenu à 370°C, en fonction de la température pour des substrats non revêtu et revêtu en configuration (X2). Elle montre que nous retrouvons effectivement le même type d'effet ΔE , selon l'épaisseur de W déposée.

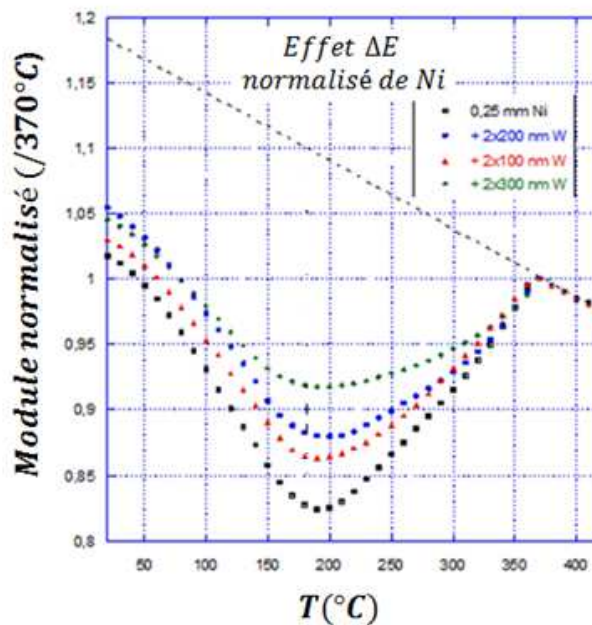


Figure 44: Module d'Young apparent, pour des substrats de nickel non revêtu ou revêtu de tungstène en configuration (X2).

Le Tableau 9 répertorie les différentes épaisseurs des substrats de nickel avec leur dépôt, les niveaux de contraintes des différents dépôts et ceux du nickel, ainsi les rapports $\frac{\Delta E_{\text{contraint}}}{\Delta E_{\text{non revêtu}}}$ du nickel. Comme l'effet ΔE est maximum à 200°C, nous avons rationalisé l'effet et corrigé le niveau de contraintes en utilisant l'équation (25).

Nature	Dépôt	$\bar{\sigma}_d$ (GPa) Par DRX à T° ambiante	$\bar{\sigma}_s$ (MPa) Simulée à T° ambiante	$\bar{\sigma}_s$ (MPa) Simulée à 200°C	$\frac{\Delta E_{\text{contraint}}}{\Delta E_{\text{non revêtu}}}$
Ni/NiO (2mm)	1*13 μm	-0,51	3,5	2,9	0,88
	1*16 μm	-0,56	4,5	3,8	0,78
	1*29 μm	-0,51	7,4	6,3	0,64
	2*16 μm	-0,56	9	7,5	0,55
	2*28 μm	-0,43	12	10	0,44
	2*29 μm	-0,45	13	10,8	0,41
Ni/W (0.24mm)	2*100nm	-3,56	3	2,8	0,84
	2*200nm	-3,28	5,5	4,8	0,77
	2*300nm	-3,03	7,6	6,8	0,65

Tableau 9 : Contraintes brutes dans les systèmes Ni/NiO et Ni/W et l'effet ΔE du nickel correspondant

A partir de ces données, nous avons tracé le terme $\left(\frac{\Delta E_{\text{contraint}}}{\Delta E_{\text{non revêtu}}}\right)$, en fonction du niveau de contrainte induit dans le substrat du nickel, pour les deux systèmes Ni/NiO et Ni/W (Figure 45).

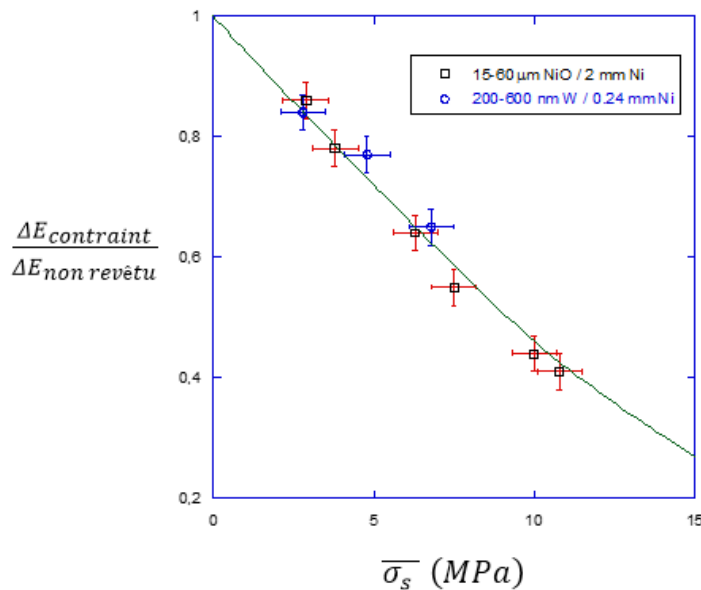


Figure 45 : Effet ΔE normalisé au sein du nickel en fonction du niveau de contrainte.

On peut remarquer qu'il y a une bonne corrélation entre les deux systèmes de dépôts (points noirs et bleus), relatives à NiO et W respectivement, d'où la confirmation que ce phénomène de couplage magnéto-élastique/contraintes internes peut être généralisé. Toutes ces observations expérimentales ne sont possibles que par l'utilisation de la technique DRM. En effet, celle-ci impose un niveau moyen de déformation de l'ordre de 10^{-6} , ce qui dans le cas du nickel impose un niveau de contrainte de l'ordre de 0,2 MPa. L'influence de contraintes internes d'intensité comprise entre 2 et 10 MPa peut ainsi être envisagée.

2-2) Couplage contraintes internes/propriétés physiques : application au système PZT (ferroélectriques)/W

Des analogies existent entre le ferromagnétisme et la ferroélectricité, en terme de l'évolution de leurs modules d'Young apparents suite à la réorganisation de leurs domaines à l'échelle de la matière [47]. Nous avons choisi d'étudier les propriétés élastiques d'un matériau ferroélectrique PZT d'une composition $PbZr_{0.5}Ti_{0.5}O_3$ afin de s'affranchir de la présence de différentes transformations de phases annexes, en fonction de la température. La température de Curie pour ce type de matériau correspond à une transformation quadratique/cubique et se situe vers 380°C (Figure 46).

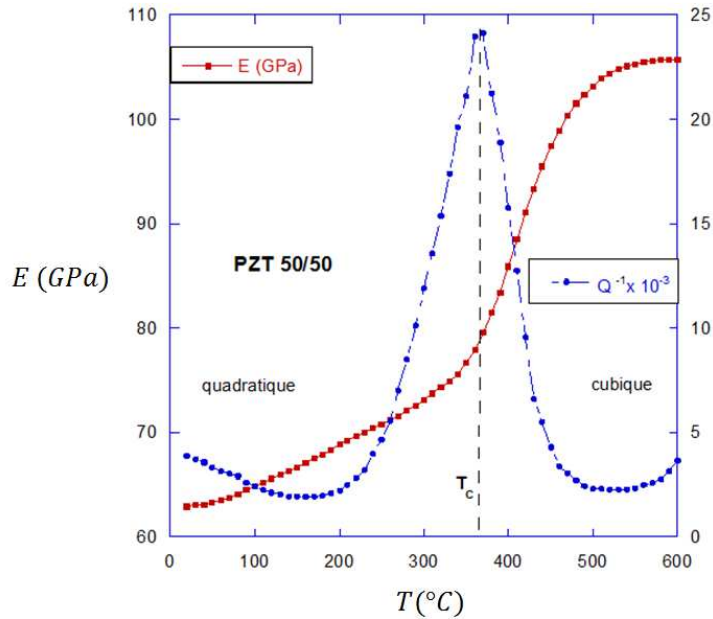


Figure 46 : Module d'Young et frottement interne de PZT 50/50, en fonction de la température (état sans contrainte).

Le passage de T_c est complètement différent de ce qui a été observé pour le Nickel (ferromagnétisme) : la phase cubique à haute température possède une évolution non classique (augmentation du module avec la température comme observé sur la plupart des oxydes, mais ici l'effet est conséquent puisque le module augmente de 40 % entre 380° et 600°C), on voit juste une inflexion de la courbe au lieu d'une rupture de pente abrupte avec changement de signe. Nous avons donc représenté l'amortissement Q^{-1} , qui lui présente un maximum marqué à T_c , suite au changement de phase [48]. Nous ne l'avons pas encore mentionné dans ce travail mais la DRM permet également de déterminer le coefficient d'amortissement :

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{W} \quad (26)$$

avec W correspond à l'énergie élastique emmagasinée et ΔW correspond à la dissipation d'énergie due en général à des mécanismes viscoélastiques.

- **Introduction de contraintes**

Nous avons commencé par étudier l'effet de l'introduction de contraintes sur le comportement de ceux-ci. L'introduction de contraintes a été effectuée par l'ajout de deux dépôts de tungstène

(300 nm) sur les deux faces parallèles d'un échantillon de PZT ayant une épaisseur de 0,5mm. Le niveau de contraintes de compression introduit est de -3,5 GPa dans le dépôt, ce qui correspond à un niveau moyen induit de + 4,2 MPa dans le substrat. Nous n'avons pas pu introduire plus de contraintes afin d'éviter l'écaillage du film de W et surtout à cause de la fragilité et l'aspect poreux des échantillons de PZT, qui ne permet pas d'augmenter le ratio dépôt/substrat. Nous avons adopté une hypothèse que le signe de contrainte n'influence pas sur le couplage comme dans le cas de la magnéto-élasticité.

La Figure 47, présente l'évolution du module d'Young apparent des deux céramiques ferroélectriques $\text{PbZr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5}\text{O}_3$, en fonction de la température pour un échantillon brut et revêtu contraint, respectivement.

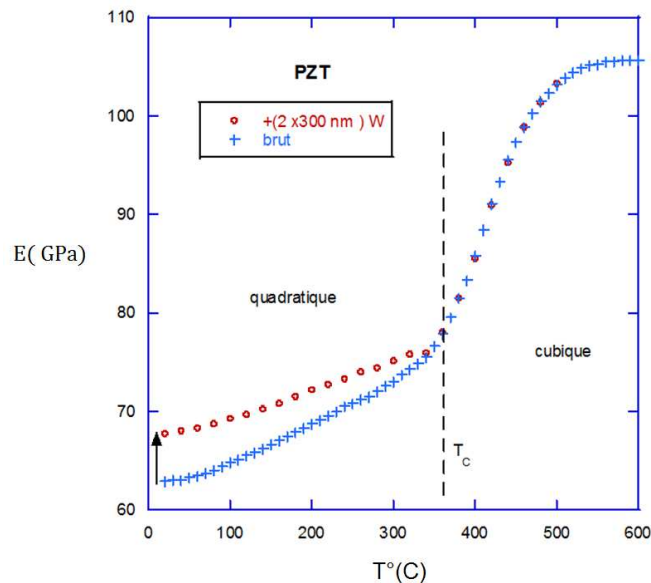


Figure 47: Evolution du module d'Young apparent de PZT, en fonction de la température pour un échantillon brut et revêtu contraint.

Nous observons une légère augmentation du module apparent de la phase quadratique ferroélectrique mais l'effet reste limité en relation avec le faible niveau de contrainte introduit. Pour faire une analyse complète comme dans le cas de Ni ferromagnétique, il faudrait pouvoir introduire un niveau de contraintes supérieur. De plus, si la théorie de Landau pour les matériaux ferro est similaire en termes de couplage à la magnéto-élasticité [49,50], nous n'avons aucune idée sur la sensibilité du couplage, à savoir quel niveau de contraintes doit être atteint afin de saturer celui-ci.

2-3) Couplage contrainte isostatique/propriétés physiques : covalents

Un cas assez surprenant du couplage (contraintes internes/propriétés physiques) concerne la structure covalente. Que ce soit pour Si, Ge et même SiO_2 (silice vitreuse de haute qualité constituée de tétraèdres SiO_4), lorsqu'on commence à faire les mesures DRM sans faire le vide dans l'enceinte de mesure afin de tester la qualité du montage de l'échantillon, après mise sous vide, on ne retrouve plus le pic de résonance. En fait on se rend compte que celui-ci est déplacé vers les hautes fréquences et n'a plus du tout le même élargissement. Le Tableau 10 présente l'évolution du coefficient d'amortissement (Q^{-1}) ainsi que celle du module d'Young de quelques matériaux covalents, entre la pression atmosphérique et le vide.

	Atmosphère	Vide	Atmosphère	Vide
	E (GPa)		$Q^{-1} \times 10^{-3}$	
Si	174,4	174,8	1,24	0,22
Ge	137,9	138,3	0,76	0,19
SiO ₂	70,9	71,2	0,93	0,23

Tableau 10 : Module d'Young et coefficient d'amortissement de quelques matériaux covalents à la pression atmosphérique et sous vide.

Ceci est tout à fait inhabituel comme comportement, car pour tout autre type de matériau, à la mise sous vide, la position du pic de résonance ne change pas et la variation d'amortissement est de l'ordre de 10^{-5} (frottement dû à l'air). Même si la variation de module d'Young n'est que de l'ordre de 400 MPa, elle n'est observée que pour une dépression de 0,1 MPa. Quant à l'amortissement, il est divisé par un facteur compris entre 4 et 6. On peut raisonnablement penser donc qu'il existe un couplage (module + amortissement) avec la contrainte de confinement. Ce couplage n'est pas sans conséquence puisque dans la littérature on trouve que le silicium est utilisé comme détecteur dans des jauges à vide de haute précision par la mesure de son amortissement [51], même si cette référence ne mentionne pas d'origine 'matériau' dans le choix du silicium. Nous voyons ici que la sensibilité de son amortissement au vide est cent fois supérieure (de l'ordre de 10^{-3} au lieu de 10^{-5}) ce qui en fait évidemment un excellent actionneur. Nous avons installé une jauge à vide de bonne précision sur l'enceinte pour suivre l'évolution de E et de Q^{-1} sur Si, lors de la mise en dépression jusqu'à 1 bar (Figure 48).

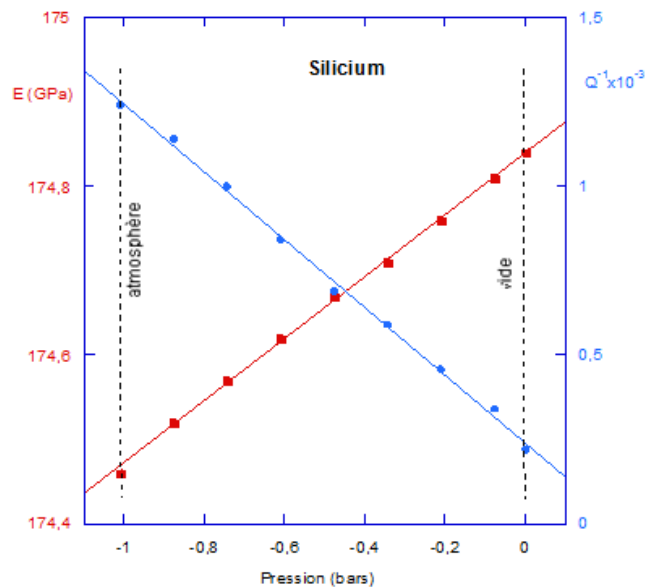


Figure 48 : Evolution du module d'Young apparent et du coefficient d'amortissement de silicium lors d'une dépression d'1 bar.

Il est clair que l'évolution de ces deux grandeurs est linéaire. Pour aller plus loin dans l'analyse, nous sommes repartis sur l'élaboration de films W de 300 nm (contraintes de l'ordre de -2,5 GPa pour W et +3 MPa pour le substrat) afin de gagner un facteur 30 sur le niveau de contrainte dans les substrats de silicium. Malheureusement, nous n'avons observé aucune différence de comportement. Ceci signifie que dans le cas étudié, la présence de **contraintes planes** est inopérante et qu'il faut certainement imposer une **contrainte isostatique**. Pour résoudre ce problème, il faudrait mettre l'enceinte de mesure en compression, ce qui n'est pas envisageable en raison de nombreuses pièces de montage et de l'enceinte en céramique poreuse qui ne

supporteraient pas cette compression. Quant à un début de compréhension du couplage observé, certainement que la structure diamant avec ses liaisons élastiques covalentes spécifiques doit jouer un rôle déterminant.

Dans cette dernière partie, nous avons donc montré qu'au cours du travail de thèse, l'élaboration des revêtements avec un niveau de contraintes internes contrôlé, la simulation du niveau et du profil de contraintes associées dans le substrat et l'utilisation de la technique DRM permettent d'analyser l'influence de contraintes macroscopiques sur certaines propriétés physiques ; ceci ouvre un nouveau champ original d'études.

Annexes et bibliographies

Annexe 1

Etude analytique de l'influence des contraintes internes sur les fréquences de vibrations : Cas des massifs

L'influence d'une contrainte interne homogène σ_d sur la fréquence de vibration propre en flexion a déjà été analytiquement abordée dans le cas des substrats [52] en s'inspirant du cas des poutres précontraintes [53]. Que la contrainte soit appliquée (externe) ou interne ne change rien au formalisme si ce n'est que dans le bilan énergétique le signe de la variation de fréquence change.

Nous allons décrire à nouveau cette approche dans le cas simple des matériaux massifs afin de l'étendre ensuite au cas plus complexe des revêtements.

Si on considère la présence d'une contrainte **interne macroscopique longitudinale** σ_s , dans le cas de la flexion dynamique d'une poutre, seule la déformation longitudinale est prise en compte et par conséquent seule la composante de contrainte statique longitudinale apporte un terme supplémentaire dans le bilan énergétique :

$$v_{\sigma_s} = \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L q \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right) dx dz$$

q est le couple de rappel imposé par la contrainte statique et peut être défini par :

$$q = -\sigma_s \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)$$

Ce qui donne:

$$v_{\sigma_s} = -\frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L \sigma_s \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 dx dz$$

De plus, de nouvelles conditions aux limites apparaissent aux extrémités en $x=0$ et $x=L$:

$$M(0, L) = \pm \sigma_s w(0, L)$$

L'expression du Lagrangien prenant en compte la présence de σ_s devient :

$$L = v - \tau = \frac{1}{2} h_s \int_0^L \left(\frac{1}{2} \left(E \frac{h_s^2}{12} \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 - \sigma_s \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 - \rho (2\pi f_{\sigma_s})^2 w^2 \right) dx + \sigma_s \left(w \frac{\delta w}{\delta x} (0) - w \frac{\delta w}{\delta x} (L) \right) \right)$$

L'application du principe d'Hamilton minimisant l'énergie s'écrit:

$$\delta L = h_s \int_0^L \left(E \frac{h_s^2}{12} \delta \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 \frac{\delta^2 w}{\delta x^2} - \sigma_s \delta \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 \frac{\delta w}{\delta x} - \rho (2\pi f_{\sigma_s})^2 \delta w \cdot w \right) dx + \delta \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right) \sigma_s (w(0) - w(L)) = 0$$

L'intégration par parties (théorème de Green) donne:

$$\delta L = \left(E \frac{h_s^2}{12} \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 + \sigma_s w \right) \delta \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)_0^L - \left(E \frac{h_s^2}{12} \frac{\delta^3 w}{\delta x^3} + \sigma_s \frac{\delta w}{\delta x} \right) (\delta w)_0^L + \frac{1}{2} \int_0^L \left(E \frac{h_s^2}{12} \frac{\delta^4 w}{\delta x^4} + \sigma_s \frac{\delta^2 w}{\delta x^2} - \rho (2\pi f_{\sigma_s})^2 w \right) \delta w = 0$$

Les nouvelles conditions limites sont :

$$E \frac{h_s^2}{12} \frac{\delta^3 w}{\delta x^3} + \sigma_s \frac{\delta w}{\delta x} = 0 \quad (\text{Effort tranchant non nul})$$

$$E \frac{h_s^2}{12} \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 + \sigma_s w = 0 \quad (\text{Moment de flexion non nul})$$

Et l'équation générale de vibration devient:

$$E \frac{h_s^2}{12} \frac{\delta^4 w}{\delta x^4} + \sigma_s \frac{\delta^2 w}{\delta x^2} = \rho (2\pi f_{\sigma_s})^2 w$$

La résolution est plus complexe que dans le cas sans contrainte car conditions limites et équation générale présentent des termes supplémentaires ; nous obtenons néanmoins :

$$\left(E - 0,309 \frac{\sigma_s L^2}{h_s^2} \right) = 0,94645 \rho f_{\sigma_s} \frac{L^4}{h_s^2}$$

Que l'on peut réécrire :

$$\frac{f_{s,\sigma_s}^2}{f_s^{*2}} = 1 - 0,309 \frac{\sigma_s L^2}{E_s^* h_s^2}$$

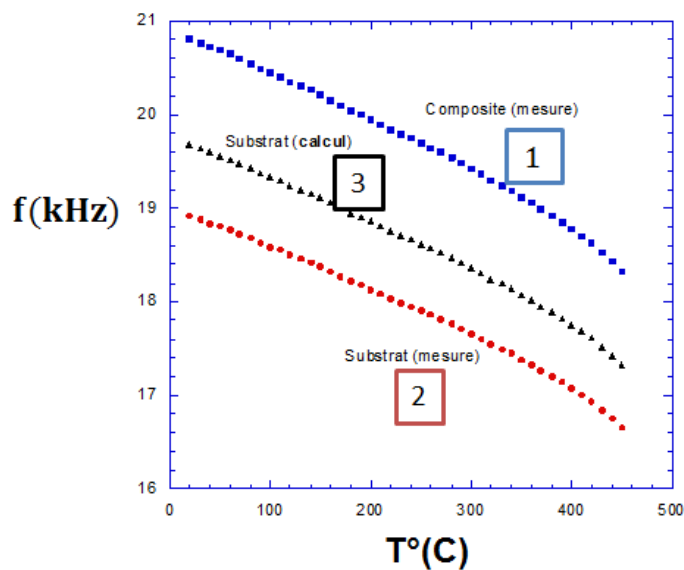
Annexe 2

Protocole expérimental pour la détermination des modules des revêtements par DRM

Ce protocole a été défini afin d'éviter toute évolution de l'élasticité du substrat (référence) lors de l'élaboration du revêtement.

Pour les revêtements épais :

- 1) On mesure la fréquence de résonance du composite (substrat + revêtement)
- 2) On enlève par polissage le revêtement et on mesure la fréquence de résonance du substrat pour calculer son module.
- 3) Avec cette valeur de module, on recalcule la fréquence de résonance du substrat relative à son épaisseur initiale : en effet, il est impossible d'éliminer le revêtement sans polir une partie du substrat, ce qui change sa fréquence de résonance
- 4) On calcule le module d'Young du revêtement



Pour les revêtements minces :

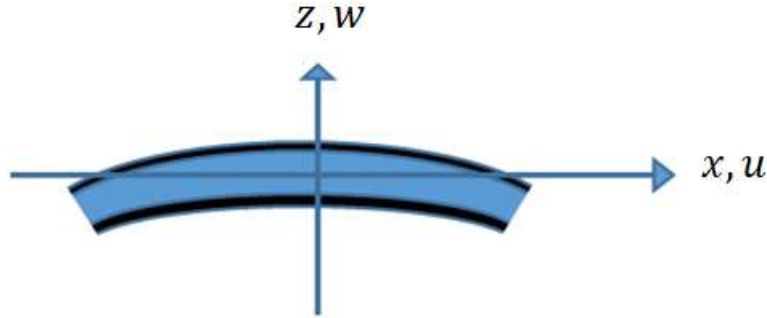
- 1) Mesure de la fréquence de résonance du composite (substrat + revêtement)
- 2) Le polissage mécanique n'est pas adéquat à l'élimination des revêtements de quelques centaines de nanomètres, d'où la nécessité de faire un décapage chimique. Dans le cas des films minces de W, il a fallu utiliser une solution de H_2O_2 .
- 3) on mesure la fréquence de résonance du substrat, ainsi on détermine son module d'Young.
- 4) On calcule le module d'Young du revêtement

Annexe 3

Etude analytique des variations des fréquences de substrats revêtus libres de contraintes. Cas du mono et du bi-revêtement (dynamique)

L'étude numérique (Figure 32) a montré qu'à épaisseur totale donnée des revêtements, la variation de la fréquence dépend du confinement à savoir de la présence du revêtement d'un ou des deux côtés. Ceci n'était pas pris en compte initialement dans le calcul analytique : seul le cas du dépôt unique a été traité par l'approche mécanique de poutre composite développé antérieurement [22], [27]. Comme ultérieurement, nous traiterons le problème de contraintes internes par approche Lagrangienne, nous allons réécrire les deux cas avec cette approche en optimisant les cas du dépôt double.

Cas du sandwich (mode de flexion)



C'est le cas le plus simple qui ne demande aucune hypothèse particulière ; le problème étant symétrique, centres géométrique et inertiel sont confondus. Le mode de flexion est caractérisé par une déformation longitudinale sans cisaillement (hypothèse cinématique de Bernoulli) valable lorsque le rapport h_s/L de l'épaisseur sur la longueur de la poutre est faible ce qui est vérifié expérimentalement.

$$\varepsilon_x = \frac{\delta u}{\delta x} = -Z \frac{\delta^2 W}{\delta x^2}$$

Si nous considérons une poutre-sandwich (substrat de module E_s , de densité ρ_s et d'épaisseur h_s , bi-revêtement d'épaisseur $2 \frac{h_d}{2}$, de densité ρ_d et de module E_d), les énergies de déformation et de déplacement s'écrivent :

$$v = \frac{1}{2} \int_t \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L E_s Z^2 \left(\frac{\delta^2 W}{\delta x^2} \right)^2 dx dz dt + \frac{1}{2} \int_t \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2}}^{-\frac{h_s}{2}} \int_{\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2}} \int_0^L E_d Z^2 \left(\frac{\delta^2 W}{\delta x^2} \right)^2 dx dz dt$$

$$\tau = \frac{1}{2} \int_t \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L \rho_s \dot{w}^2 dx dz dt + \frac{1}{2} \int_t \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2}}^{-\frac{h_s}{2}} \int_{\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2}} \int_0^L \rho_d \dot{w}^2 dx dz dt$$

Dans l'hypothèse de solution harmonique décrivant la résonance (Lagrangien indépendant du temps), la fonction-solution doit prendre la forme $p(x,z,t)=p(x,z) \sin(2\pi f_{c_2}t)$ où f_{c_2} est la fréquence de résonance du composite. L'intégration par rapport au temps donne :

$$\int_t \dot{p}^2 dt = (2\pi f_{c_2})^2 \int_t p^2 dt$$

Le Lagrangien indépendant du temps s'écrit alors:

$$\begin{aligned} L = v - \tau = & \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L E_s Z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz \\ & + \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}-\frac{h_d}{2}}^{-\frac{h_s}{2}} \int_{\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}+\frac{h_d}{2}} \int_0^L E_d Z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz dt \\ & - \frac{1}{2} (2\pi f_{c_2})^2 \int_0^L ((\rho_s h_s + \rho_d h_d) w^2) dx \end{aligned}$$

On applique le principe d'Hamilton minimisant les énergies [23] ce qui nous donne les conditions limite :

$$\frac{\delta^2 W}{\delta x^2} = \frac{\delta^3 W}{\delta x^3} = 0$$

en 0 et L (cisaillement et moment fléchissant nuls aux extrémités) et l'équation générale de vibration, valable en tout point du volume :

$$\frac{\delta^4 w}{\delta x^4} = \lambda^4 (f_{c_2}) w$$

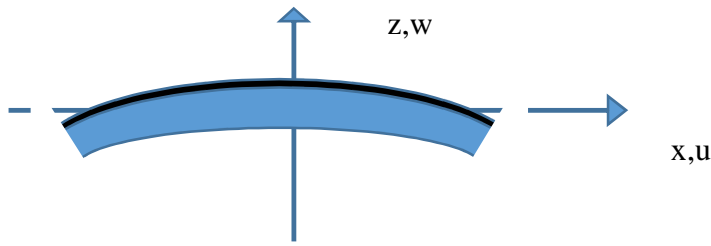
Ceci est valable autant pour la poutre homogène-substrat que pour la poutre-composite. Pour la première, sa fréquence de résonance vérifie :

$$\begin{aligned} f_s^{*2} & \propto \frac{E_s \frac{h_s^2}{12}}{\rho_s} \\ f_{c_2}^2 & \propto \frac{E_s \frac{h_s^3}{12} + E_d \frac{h_d h_s^2 + h_d^2 h_s + \frac{h_d^3}{3}}{4}}{h_s \rho_s + h_d \rho_d} \end{aligned}$$

D'où la relation :

$$\frac{f_{c_2}^2}{f_s^{*2}} = \frac{1 + \frac{E_d}{E_s} \left(3 \frac{h_d}{h_s} + 3 \frac{h_d^2}{h_s^2} + \frac{h_d^3}{h_s^3} \right)}{1 + \frac{h_d \rho_d}{h_s \rho_s}}$$

Cas du mono-revêtement (mode de flexion)



La problématique ici est la même avec une difficulté supplémentaire : quelle est la côte T à prendre en z comme origine : centre géométrique, centre d'inertie ou autre ? En d'autres termes, il faut déterminer la position de la fibre neutre en régime dynamique.

Pour répondre à cette question, nous allons minimiser l'énergie de déformation afin de déterminer cette référence de côte T :

$$v = \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L E_s Z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz + \frac{1}{2} \int_{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L E_d Z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz$$

$$= \frac{1}{16} \int_0^L \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx (E_s ([h_s - h_d + 2T]^3 + [h_s + h_d - 2T]^3) + E_d ([h_s + h_d + 2T]^3 - [h_s - h_d + 2T]^3))$$

La minimisation $\left(\frac{\delta L}{\delta T} = 0 \right)$ donne:

$$T = \frac{h_d}{2} \frac{1 - \frac{E_d}{E_s}}{1 + h_d \frac{E_d}{E_s}}$$

Nous voyons, et ce n'était pas du tout intuitif, que le rapport des modules intervient dans les bornes d'intégration de l'énergie de déformation (la partie inertielle ne bougeant pas) ; le Lagrangien peut être ainsi réécrit et comme dans le cas du bi-revêtement, la nouvelle fréquence de résonance f_{c1} peut être déduite par minimisation énergétique. Nous obtenons la nouvelle expression :

$$\frac{f_{c1}^2}{f_s^{*2}} = \frac{1 + \frac{E_d}{E_s} \left(3 \frac{h_d}{h_s} + 3 \frac{h_d^2}{h_s^2} \left(2 - \frac{E_d}{E_s} \right) + \frac{h_d^3}{h_s^3} \left(1 + 3 \left(1 - \frac{E_d}{E_s} \right)^2 \right) \right)}{1 + \frac{h_d \rho_d}{h_s \rho_s}}$$

$$\neq \frac{f_{c2}^2}{f_s^{*2}} = \frac{1 + \frac{E_d}{E_s} \left(3 \frac{h_d}{h_s} + 3 \frac{h_d^2}{h_s^2} + \frac{h_d^3}{h_s^3} \right)}{1 + \frac{h_d \rho_d}{h_s \rho_s}}$$

Lorsque E_d et E_s sont très différents, les deux formulations vont diverger dès que le rapport des épaisseurs $\frac{h_d}{h_s}$ augmente ; nous retrouvons ainsi la différence observée par approche numérique.

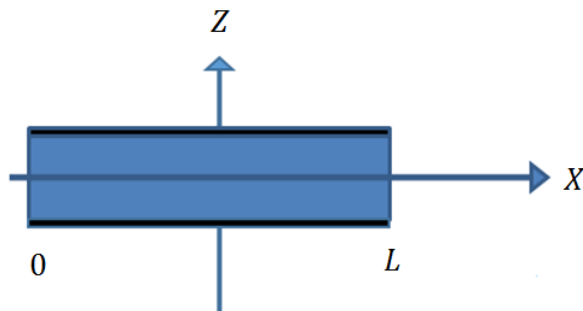
Si cela ne change pas grand-chose dans la plupart des cas expérimentaux, cela va influencer par la suite avec l'intégration des contraintes internes dans le calcul.

Annexe 4

Etude analytique 2D des profils de contraintes des mono et double revêtements (statique)

Cette étude analytique des profils de contraintes thermiques se limite à une approche 2D ; en effet dans le cas de support/substrat de type poutre de largeur faible devant la longueur, le calcul numérique montre qu'on peut se limiter à une approche 2D.

Cas du sandwich



Dans l'hypothèse de l'élaboration de deux dépôts symétriques d'épaisseur $\frac{h_d}{2}$ et de module E_d sur un substrat d'épaisseur h_s ($h_d \ll h_s$) et de module E_s , le calcul numérique (Figure 21) montre qu'il n'y a pas de distorsion de la structure en présence de contraintes thermiques d'élaboration. Cela prouve que les déformations dans le (les) revêtements ε_d et dans le substrat ε_s sont constantes. La condition physique à l'interface est :

$$\varepsilon_d - \varepsilon_s = \pm \Delta\alpha \Delta T$$

Où $\pm \Delta\alpha$ est la variation relative de coefficient de dilatation linéaire entre les deux matériaux et ΔT le gradient de température lié à l'élaboration.

Dans l'hypothèse où les deux matériaux sont purement élastiques, nous pouvons écrire le Lagrangien du système représentant l'énergie de déformation dans tout le volume :

$$L = \frac{1}{2} \left(\iint_{h_d} dx \cdot dz \cdot E_d \cdot \varepsilon_d^2 \right) + \frac{1}{2} \left(\iint_{h_s} dx \cdot dz \cdot E_s \cdot \varepsilon_s^2 \right)$$

Comme les déformations sont indépendantes de x et de z, l'expression devient :

$$L \sim \frac{1}{2} (h_d E_d \varepsilon_d^2 + h_s E_s \varepsilon_s^2)$$

Nous avons donc deux inconnues, les deux déformations, mais avec la condition d'interface, nous n'obtenons plus qu'une expression à une variable :

$$L \sim \frac{1}{2} (h_d E_d \varepsilon_d^2 + h_s E_s (\varepsilon_d \mp \Delta T \Delta \alpha)^2)$$

Nous avons donc un Lagrangien monodimensionnel et le principe d'Hamilton minimisant cette énergie s'écrit simplement :

$$\frac{\delta L}{\delta \varepsilon_d} = 0$$

$$\text{Soit : } h_d E_d \varepsilon_d + h_s E_s (\varepsilon_d \mp \Delta T \Delta \alpha) = 0$$

On en déduit :

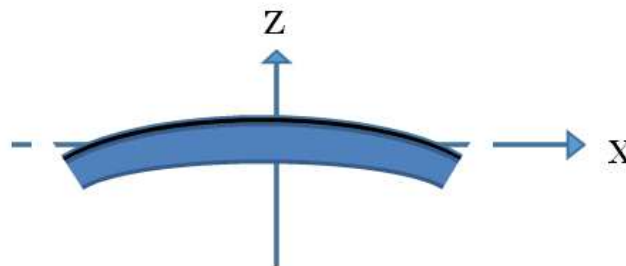
$$\varepsilon_d = \pm \Delta \alpha \Delta T \frac{h_s E_s}{h_s E_s + h_d E_d} \sim \pm \Delta \alpha \Delta T \text{ et } \varepsilon_s = \mp \Delta \alpha \Delta T \frac{h_d E_d}{h_s E_s}$$

Si l'on écrit en contrainte :

$$\sigma_d \sim \pm E_d \Delta \alpha \Delta T \text{ et } \sigma_s = \mp \Delta \alpha \Delta T \frac{h_d}{h_s} E_d = -\frac{h_d}{h_s} \sigma_d$$

On retrouve les mêmes résultats qu'avec le numérique.

Cas du mono-revêtement



Dans ce cas les contraintes d'élaboration entraînent une courbure bien connue du 'composite', caractérisée par le déplacement $\omega(x)$. On retrouve cette courbure par calcul numérique (Figure 17). Dans le cas où le rapport épaisseur/longueur est faible et que les déplacements restent faibles, que ce soit en statique comme ici ou en dynamique (vibrations), nous pouvons appliquer la condition cinématique de Bernoulli : les sections en rotations restent perpendiculaires à la fibre. En d'autres termes, il n'y a que des déformations longitudinales en x et pas de cisaillement dans le plan xz.

$$\gamma_{xz} = \frac{\delta u(x, z)}{\delta z} + \frac{\delta \omega(x)}{\delta x} = 0$$

Ceci implique :

$$u(x, z) = (C - z) \frac{\delta \omega}{\delta x} \text{ soit en dérivant par x :}$$

$$\varepsilon_x = (C - z) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2}$$

Où 'C' est une constante locale inconnue. Nous allons encore différencier ce qui se passe dans substrat et dans le revêtement, en écrivant :

$$\varepsilon_d = (D - z) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon_s = (S - z) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2}$$

Où D et S sont deux constantes inconnues reliées par la condition d'interface :

$$\varepsilon_d - \varepsilon_s = (D - S) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} = \pm \Delta \alpha \Delta T$$

Nous pouvons écrire le nouveau Lagrangien du système :

$$\begin{aligned} L &= \frac{1}{2} \int \left(\frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} \right)^2 dx \left(E_d \int_{\frac{h_s - h_d}{2}}^{\frac{h_s + h_d}{2}} (D - z)^2 dz + E_s \int_{\frac{-h_s + h_d}{2}}^{\frac{-h_s + h_d}{2}} (S - z)^2 dz \right) \\ &= \frac{1}{2} \int \left(\frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} \right)^2 dx \left(E_d h_d \left(D - \frac{h_s}{2} \right)^2 + E_s h_s \left(S^2 + \frac{h_s^2}{12} \right) \right) \\ &\approx \frac{1}{2} \frac{(\Delta \alpha \Delta T)^2}{(D - S)^2} \left(E_d h_d \left(D - \frac{h_s}{2} \right)^2 + E_s h_s \left(S^2 + \frac{h_s^2}{12} \right) \right) \end{aligned}$$

Le principe d'Hamilton implique :

$$\left(\frac{\delta L}{\delta D} \right)_S = \left(\frac{\delta L}{\delta S} \right)_D = 0$$

Soit deux équations à deux inconnues dont la résolution donne :

$$S = -\frac{h_s}{6} \quad \text{et} \quad D = \frac{h_s}{2} + \frac{h_s^2 E_s}{6 h_d E_d}$$

Nous pouvons donc écrire l'expression des déformations :

$$\varepsilon_d \approx \left(D - \frac{h_s}{2} \right) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} = \frac{h_s^2 E_s}{6 h_d E_d} \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon_s(z) = \left(-\frac{h_s}{6} - z \right) \frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2}$$

De plus :

$$\frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} = \frac{\pm \Delta \alpha \Delta T}{D - S} \sim \pm \frac{6 h_d E_d \Delta \alpha \Delta T}{E_s h_s^2}$$

On en déduit :

$$\varepsilon_d = \pm \Delta \alpha \Delta T \quad \text{et} \quad \varepsilon_s = \mp \Delta \alpha \Delta T \frac{h_d E_d}{h_s E_s} \left(1 + 6 \frac{z}{h_s} \right)$$

Si l'on écrit en contrainte :

$$\sigma_d \approx \pm E_d \Delta \alpha \Delta T \quad \text{et} \quad \sigma_s = -\frac{h_d}{h_s} \sigma_d \left(1 + 6 \frac{z}{h_s} \right)$$

On retrouve encore les mêmes résultats qu'avec le numérique. Comme preuve que cette approche est réaliste, nous allons regarder la courbure de la poutre :

$$\frac{\delta^2 \omega}{\delta x^2} = \pm \frac{6h_d \sigma_d}{E_s h_s^2}$$

Ce qui en intégrant deux fois en x et avec la condition $\delta\omega/\delta x (L/2)=0$ donne :

$$\omega(x) = \pm \frac{6h_d \sigma_d}{E_s h_s^2} \left(\frac{x^2}{2} - \frac{xL}{2} + C \right)$$

Où L est la longueur de la poutre et C une constante. La flèche est donc de :

$$\omega(L, 0) - \omega\left(\frac{L}{2}\right) = \pm \frac{3h_d \sigma_d L^2}{4E_s h_s^2}$$

Nous retrouvons donc la formule de Stoney.

Nous avons choisi des contraintes purement thermiques car elles ont l'avantage d'estimer numériquement le niveau de contrainte dans le dépôt par la relation d'interface. De plus on s'affranchit des possibilités de gradient dans le revêtement. Maintenant, n'importe quel type de contrainte d'élaboration répondra au même formalisme à travers l'équivalence :

$$\sigma_d \approx \pm E_d \Delta \alpha \Delta T$$

Annexe 5

Etude analytique de l'influence des contraintes internes sur les fréquences de vibrations de substrats revêtus. Cas des revêtements simple et double

Dans un premier temps, le formalisme établi pour les massifs (cf. Annexe 1) a été étendu aux substrats revêtus **mais sans prendre en compte la présence des contraintes dans le substrat**. L'hypothèse avait été faite qu'on pouvait les négliger puisque de faible niveau (confirmé par cette étude). Mais comme l'énergie vibratoire intègre tout le volume, cette hypothèse apparaît dorénavant comme trop restrictive.

L'approche numérique décrit dans la deuxième partie du chapitre 2 a déjà montré que l'intégration de la présence des contraintes dans le substrat (constante pour le bi-revêtement et profil pour le mono-revêtement) avait un impact fort ou non sur la fréquence de vibration selon le type de confinement, cette dernière partie va essayer de retrouver analytiquement ces résultats.

1) Cas du sandwich (mode de flexion)

Nous traiterons ce premier cas qui est le plus simple puisque les contraintes sont constantes dans le double revêtement et dans le substrat et (respectivement σ_d et $-\frac{h_d}{h_s}\sigma_d$). De plus, devant la complexité croissante des calculs, nous nous limiterons à un développement au 1er ordre. Par rapport à l'annexe 2, seule l'énergie de déformation change :

$$v = \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_0^L E_s z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz + \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}-\frac{h_d}{2}}^{-\frac{h_s}{2}} \int_{\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}+\frac{h_d}{2}} \int_0^L E_d z^2 \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz$$

$$- \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2}-\frac{h_d}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_{\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}+\frac{h_d}{2}} \int_0^L \sigma_d z \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right) dx dz + \frac{1}{2} \frac{h_d}{h_s} \int_{-\frac{h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \sigma_d z \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right) dx dz$$

La seconde ligne représente l'effet global introduit par la contrainte dans tout le volume (substrat + revêtements). En intégrant cette partie composée de deux termes, nous obtenons 0. Ceci signifie que le Lagrangien global **n'est pas affecté par la présence de contraintes**. En d'autres termes, l'équation de vibration est la même et la fréquence de vibration du composite n'est pas affectée.

Pour comprendre ceci, décomposons le calcul. Le substrat contraint subit une variation de fréquence (même calcul que l'annexe 1) telle que :

$$\frac{f_{s,\sigma_s}^2}{f_s^{*2}} = 1 + 0,309 \frac{h_d \sigma_d L^2}{E_s^* h_s^3}$$

De son côté le double revêtement 'voit' lui une variation :

$$\frac{f_{c_2}^2 \sigma_d}{f_c^2} = 1 - 0,309 \frac{h_d \sigma_d L^2}{E_s^* h_s^3}$$

En conclusion, nous retrouvons le résultat numérique de l'équation (13), à savoir qu'expérimentalement, comme nous n'avons accès qu'à la fréquence **du composite contraint** et du **substrat non contraint**, nous n'observons aucune variation de fréquence, la variation liée au revêtement s'opposant exactement à la variation liée au substrat.

Il en résulte que le cas du **bi-revêtement nous permet de déterminer le module exact du revêtement** et que son étude permet de servir de référence 'sans contrainte'.

2) Cas du mono-revêtement

Nous avons vu dans l'annexe 2 que les bornes d'intégration sont différentes en raison de l'asymétrie du problème. Cette asymétrie introduit également un terme d'énergie de déformation supplémentaire :

$$\begin{aligned} v = & \frac{1}{2} \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L z^2 E_s \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz + \frac{1}{2} \int_{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L z^2 E_d \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 dx dz \\ & + \frac{1}{2} \frac{h_d}{h_s} \sigma_d \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right) \left(1 + \frac{6z}{h_s} \right) dx dz - \frac{1}{2} \sigma_d \int_{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right) dx dz \\ & + \frac{1}{2} \frac{h_d}{h_s} \sigma_d \int_{-\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 \left(1 + \frac{6z}{h_s} \right) z dx dz - \frac{1}{2} \sigma_d \int_{\frac{h_s}{2} - \frac{h_d}{2} + T}^{\frac{h_s}{2} + \frac{h_d}{2} + T} \int_0^L \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 z dx dz \end{aligned}$$

- la première ligne correspond à l'énergie avec un niveau de contraintes internes nul
 - la seconde ligne est le terme supplémentaire d'énergie de déformation introduit par le mono-revêtement (nul dans le cas du double revêtement)
 - la troisième ligne correspond au terme de couple de rappel comme vu dans le cas précédent intégré sur tout le volume
- L'intégration nous donne

$$\begin{aligned} L = v - \tau = & \frac{1}{2} \int_0^L \left(\left(E_s \frac{h_s^3}{12} + E_d \frac{h_d h_s^2}{4} \right) \left(\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} \right)^2 - h_d \sigma_d h_s \frac{\delta^2 w}{\delta x^2} - h_d \sigma_d \frac{E_d}{4 E_s} \left(\frac{\delta w}{\delta x} \right)^2 \right. \\ & \left. - (\rho_s h_s + \rho_d h_d) (2\pi f_c^2 \sigma_d) w^2 \right) dx + h_d \sigma_d \left(w \frac{\delta w}{\delta x} (0) - w \frac{\delta w}{\delta x} (L) \right) \end{aligned}$$

L'application du principe d'Hamilton minimisant l'énergie donne :

- une solution statique :

$$\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} = \frac{6 \sigma_d h_d}{E_s h_s^2 + 3 E_d h_d h_s} \approx \frac{6 \sigma_d h_d}{E_s h_s^2}$$

Nous retrouvons ici la déflexion introduite par le mono-revêtement comme dans l'annexe 1.

- la solution dynamique représentée par le système d'équations :

Dont les Conditions aux limites sont :

$$\frac{\delta w}{\delta x} h_d \sigma_d \frac{E_d}{4} + \frac{\delta^3 w}{\delta x^3} E_s \frac{h_s^2}{12} = 0$$

$$\frac{\delta^2 w}{\delta x^2} = 0$$

Et l'équation générale de vibration :

$$E_s \frac{h_s^2}{12} \frac{\delta^4 w}{\delta x^4} + h_d \frac{E_s}{E_d} \sigma_d \frac{\delta^2 w}{\delta x^2} = \rho (2\pi f_{\sigma_d})^2 w$$

La résolution de ce système nous donne l'expression du rapport des fréquences du composite avec et sans contraintes

$$\frac{f_{c_1}^2 \sigma_d}{f_{c_1}^{*2}} = 1 - 0,56 \frac{h_d \sigma_d L^2}{E_s h_s^3} \left(1 - \frac{E_d}{4 E_s} \right)$$

Cette expression est en bonne concordance avec le résultat numérique selon l'équation (20) à la limitation près que nous n'avons fait qu'un développement au 1^{er} ordre.

Par rapport au précédent modèle ne prenant pas en compte la contrainte dans le substrat, la différence fondamentale (au coefficient près) est l'introduction du terme en $\left(1 - \frac{E_d}{4 E_s} \right)$.

Nous avons vu dans le chapitre 3 qu'a posteriori le choix de l'étude du système Al/W s'est révélé catastrophique pour la détermination des contraintes puisque cette quantité devient alors très petite et la sensibilité des mesures (décalage de fréquence) devient mauvaise.

Bibliographie

- [1] N. P. Padture, M. Gell, et E. H. Jordan, « Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications », vol. 296, p. 280-284, avr. 2002.
- [2] R. Holmes, R. Bucholz, et V. Mooney, « Porous Hydroxyapatite as a Bone-Graft Substitute in Metaphyseal Defects - a Histometric Study », *J. Bone Jt. Surg.-Am. Vol.*, vol. 68A, n° 6, p. 904-911, juill. 1986.
- [3] A. Mani, P. Aubert, F. Mercier, H. Khodja, C. Berthier, et P. Houdy, « Effects of residual stress on the mechanical and structural properties of TiC thin films grown by RF sputtering », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 194, n° 2-3, p. 190-195, mai 2005.
- [4] J. S. Wang, Y. Sugimura, A. G. Evans, et W. K. Tredway, « The mechanical performance of DLC films on steel substrates », *Thin Solid Films*, vol. 325, n° 1, p. 163-174, 1998.
- [5] Y. Xiao, W. Shi, Z. Han, J. Luo, et L. Xu, « Residual stress and its effect on failure in a DLC coating on a steel substrate with rough surfaces », *Diam. Relat. Mater.*, vol. 66, p. 23-35, 2016.
- [6] M. N. Ghazzal, N. Chaoui, M. Genet, E. M. Gaigneaux, et D. Robert, « Effect of compressive stress inducing a band gap narrowing on the photoinduced activities of sol-gel TiO₂ films », *Thin Solid Films*, vol. 520, n° 3, p. 1147-1154, nov. 2011.
- [7] A. Miyamura, K. Kaneda, Y. Sato, et Y. Shigesato, « Effects of internal stress on photocatalytic properties of TiO₂ films », *Thin Solid Films*, vol. 516, n° 14, p. 4603-4608, mai 2008.
- [8] T. P. Rao, M. C. S. Kumar, S. A. Angayarkanni, et M. Ashok, « Effect of stress on optical band gap of ZnO thin films with substrate temperature by spray pyrolysis », *J. Alloys Compd.*, vol. 485, n° 1-2, p. 413-417, oct. 2009.
- [9] L. Zhang, H. Yang, X. Pang, K. Gao, et A. A. Volinsky, « Microstructure, residual stress, and fracture of sputtered TiN films », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 224, p. 120-125, juin 2013.
- [10] A. Vaidya, T. Streibl, L. Li, S. Sampath, O. Kovarik, et R. Greenlaw, « An integrated study of thermal spray process-structure-property correlations: A case study for plasma sprayed molybdenum coatings », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 403, n° 1-2, p. 191-204, août 2005.
- [11] J. Matejcek, S. Sampath, D. Gilmore, et R. Neiser, « In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings: Part 2: processing effects on properties of Mo coatings », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 3, p. 873-885, février 2003.
- [12] C. A. Johnson, J. A. Ruud, R. Bruce, et D. Wortman, « Relationships between residual stress, microstructure and mechanical properties of electron beam-physical vapor deposition thermal barrier coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 108, p. 80-85, 1998.
- [13] X. Zhang, M. Watanabe, et S. Kuroda, « Effects of processing conditions on the mechanical properties and deformation behaviors of plasma-sprayed thermal barrier coatings: Evaluation of residual stresses and mechanical properties of thermal barrier coatings on the basis of in situ curvature measurement under a wide range of spray parameters », *Acta Mater.*, vol. 61, n° 4, p. 1037-1047, février 2013.
- [14] A. M. Huntz, C. Liu, M. Kornmeier, et J. L. Lebrun, « The determination of stresses during oxidation of Ni: in situ measurements by XRD at high temperature », *Corros. Sci.*, vol. 35, n° 5-8, p. 989-997, 1993.
- [15] S. G. Gérald, « The tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis », *Proceeding R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, vol. 82, n° 553, p. 172-175, mai 1909.
- [16] H. . Lester et R. . Aborn, *Army Ordnance*, 1926 1925.
- [17] F. Belahcene, F. Thomas, P. Le Delliou, et O. Dupond, « Application de la méthode ultrasonore pour la détermination des contraintes résiduelles sur des assemblages bimétalliques soudés par friction », in *Groupement français d'analyse des contraintes. Rencontre*, 2004.
- [18] G. Montay, A. Cherouat, J. Lu, N. Baradel, et L. Bianchi, « Development of the high-precision incremental-step hole-drilling method for the study of residual stress in multi-layer materials: influence of temperature and substrate on ZrO₂-Y₂O₃ 8 wt.% coatings », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 155, n° 2, p. 152-160, 2002.

- [19] J. M. Pureza, F. Neri, et M. M. Lacerda, « Stoney equation limits for samples deformed as a cylindrical surface », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 256, n° 13, p. 4408–4410, 2010.
- [20] M. CERETTI, « HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES ».
- [21] S. Astm, « Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration », *West Conshohocken ASTM Int.*, p. 1876–1878, 2003.
- [22] P. Mazot et S. Pautrot, « Détermination du module d'young de dépôts par flexion dynamique: Application aux systèmes bicouche et tricouche », in *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 1998, vol. 23, p. 821–827.
- [23] P. Gadaud et S. Pautrot, « Determination of Residual Stresses by Means of Dynamic Resonant Method », in *Internal Friction and Mechanical Spectroscopy*, vol. 184, R. Schaller et D. Mari, Éd. 2012, p. 461–466.
- [24] Y. W. Bao et Y. C. Zhou, « Evaluating high-temperature modulus and elastic recovery of Ti₃SiC₂ and Ti₃AlC₂ ceramics », *Mater. Lett.*, vol. 57, n° 24, p. 4018–4022, 2003.
- [25] M. TATAT, « Influence de films fonctionnels sur les propriétés élastiques des substrats associés: application au système Ni/NiO », Université de Poitiers, 2012.
- [26] F. Sanchette, S. Sanchette, A. Billard, J. Lepage, M. Nivoit, et C. Frantz, « Détermination par une méthode vibratoire du module d'Young de revêtements déposés sur des substrats en acier par pulvérisation cathodique magnétron », p. 259–267, 1999.
- [27] P. Mazot, J. De Fouquet, J. Woïgard, et J. P. Pautrot, « Mesures des constantes élastiques et du frottement intérieur des solides par méthode de résonance, entre 20 et 1200°C », *J. Phys. III*, vol. 2, n° 5, p. 751–764, 1992.
- [28] S. Spinner, T. W. Reichard, et W. E. Tefft, « A Comparison of Experimental and Theoretical Relations Between Young's Modulus and the Flexural and Longitudinal Resonance Frequencies of Uniform Bars », *J. Res. Natl. Bur. Stand. Phys. Chem.*, vol. 64, n° 2, 1960.
- [29] W. E. Tefft et S. Spinner, « Torsional resonance vibrations of uniform bars of square cross section », *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, vol. 65, p. 167–171, 1961.
- [30] E. Macherauch et P. Müller, « Das sin 2 ψ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung », *Z Angew Phys*, vol. 13, n° 7, p. 305–312, 1961.
- [31] E. Macherauch, « Die Eigenspannungsbestimmung mit Röntgenstrahlen », présenté à Internat. Kolloquium der Hochschule für Elektrotechnik, 1958, p. 359.
- [32] G. Maeder, « X-RAY-DIFFRACTION AND STRESS MEASUREMENT », *Chem. Scr.*, vol. 26, p. 23–31, 1986.
- [33] Nam-Ho Kim, *Introduction to Nonlinear Finite Element Analysis*. .
- [34] Y. Pauleau, « residual stresses in physically vapor deposited thin films », in *Deposition and Processing*, Hari Singh Nalwa, p. 455–520.
- [35] C. H. Hsueh et A. G. Evans, « Residual stresses in meta/ceramic bonded strips », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 68, n° 5, p. 241–248, 1985.
- [36] S. Spinner et W. E. Tefft, « A method for determining mechanical resonance frequencies », *Am Soc Test Mat Proc*, p. 1221–1238, 1961.
- [37] A. Delaplace, F. Gatingt, et F. Ragueneau, *Aide-mémoire de mécanique des structures- Résistance des matériaux: Résistance des matériaux*. Dunod, 2008.
- [38] G. Pickett, « Equations for computing elastic constants from flexural and torsional frequencies of vibration », *Am. Soc. Test. Mat.*, p. 846–865, 1945.
- [39] A. Mézin, « Coating internal stress measurement through the curvature method: A geometry-based criterion delimiting the relevance of Stoney's formula », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, n° 18–19, p. 5259–5267, mai 2006.
- [40] C. H. Hsueh, « Thermal stresses in elastic multilayer systems », *Thin Solid Films*, vol. 418, n° 2, p. 182–188, oct. 2002.
- [41] J. Woltersdorf et E. Pippel, « Second International Summer School on Thin Film Formation, Hajduszoboszlo, 1983 Substrate deformation and thin film growth », *Thin Solid Films*, vol. 116, n° 1, p. 77–94, juin 1984.
- [42] Y. C. Tsui et T. W. Clyne, « An analytical model for predicting residual stresses in progressively deposited coatings Part 1: Planar geometry », *Thin Solid Films*, vol. 306, n° 1, p. 23–33, 1997.

- [43] A. Aubry, F. Armanet, G. Beranger, J. L. Lebrun, et G. Maeder, « Measurement of residual stresses by X-ray diffraction in a NiNiO system obtained by high temperature oxidation », *Acta Metall.*, vol. 36, n° 10, p. 2779–2786, 1988.
- [44] B. Girault, « Etude de l'effet de taille et de structures sur l'élasticité de composites W/Cu nanostructurés en couche mince », Université de Poitiers, 2008.
- [45] G. Simmons, H. Wang, et others, « Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties », 1971.
- [46] N. Ramakrishnan et V. Arunachalam, « Effective Elastic-Moduli of Porous Ceramic Materials », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 76, n° 11, p. 2745–2752, nov. 1993.
- [47] R. Schaller, G. Fantozzi, et G. Gremaud, « Mechanical spectroscopy Q • • • 1 • 2001 with applications to materials science », in *Materials science forum*, 2001, p. 451–495.
- [48] A. Bouzid, E. M. Bourim, M. Gabbay, et G. Fantozzi, « PZT phase diagram determination by measurement of elastic moduli », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 25, n° 13, p. 3213–3221, 2005.
- [49] C. Ed.R.W, H. P, K. E.J, et W. VCH, « Ferroelectric ceramics, in structure and properties of ceramics », vol. 11, p. 635, 1994.
- [50] K. C, *Physique de l'état solide*, Dunod. Paris, 1983.
- [51] J. Mertens, E. Finot, T. Thundat, A. Fabre, M.-H. Nadal, V. Eyraud, et E. Bourillot, « Effects of temperature and pressure on microcantilever resonance response », *Ultramicroscopy*, vol. 97, n° 1, p. 119–126, 2003.
- [52] J.-J. Ammann, « Etude des propriétés mécaniques du matériau composite WC-Co par frottement intérieur », Citeseer, 1990.
- [53] M. Géradin et D. J. Rixen, *Mechanical vibrations: theory and application to structural dynamics*. John Wiley & Sons, 2014.

Détermination des contraintes internes par méthode dynamique résonante: application aux massifs revêtus

Résumé: L'objet de ce travail de thèse consiste à utiliser un formalisme vibratoire pour la détermination de contraintes dans les dépôts à l'aide de la méthode dynamique résonante. Ceci a nécessité le développement d'un formalisme vibratoire adapté aux massifs revêtus, en reliant le niveau de contrainte à la variation des fréquences de résonance mesurées. L'étude a été effectuée en menant trois approches en parallèle : numérique, analytique et expérimentale. En premier lieu, nous avons réalisé des simulations numériques par éléments finis, afin de déterminer la distribution de contraintes dans l'épaisseur d'une poutre composite contrainte et d'évaluer l'effet de ces profils de contraintes sur la fréquence de résonance. Les résultats numériques ont permis d'optimiser le développement d'un nouveau formalisme vibratoire analytique. Pour valider ce dernier formalisme, il nous a fallu l'appliquer sur des dépôts réels, en confrontation avec les résultats d'autres méthodes de mesures de contraintes (DRX/Stoney). Cette confrontation numérique-analytique/expérimentale a révélé que la méthode dynamique résonante est pertinente pour des systèmes de dépôts ayant des rapports d'épaisseur supérieur à 0,01.

Mots-clés : Méthode dynamique résonante, dépôts, contraintes internes, méthodes des éléments finis, formalisme vibratoire.

Determination of internal stress by Dynamic Resonant Method: application to coated materials

Abstract: The aim of this work is to use a new vibratory formalism in order to determine the level of internal stresses in coated materials using the dynamic resonant method. This requires the improvement of vibratory formalism, which allows to link the stress level to the variation of resonance frequency in free flexural mode. This study was conducted by doing three different approaches: numerical, analytical and experimental measurements in real coating. Numerical simulations were conducted by finite element method in static mode to determine the stress distribution in depth. Furthermore, we made other numerical simulations in dynamic mode to evaluate the effect of these static results on the resonant frequency, in comparison with those of coated material without stress. At this stage, these numerical studies let us to develop the vibratory formalism analytically. To validate this latter formalism, we applied it in a real coating for measuring the stress level and we made comparisons with results from others methods (DRX/Stoney). This confrontation (numerical-analytical/experimental measurements) found that dynamic resonant method is efficient for coated material having a thickness ratio more important than 0,01.