



HAL
open science

Caractérisation multiéchelle de l'élasticité de films minces - méthode vibratoire et diffraction des rayons X

Mohamed Fares Slim

► **To cite this version:**

Mohamed Fares Slim. Caractérisation multiéchelle de l'élasticité de films minces - méthode vibratoire et diffraction des rayons X. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. Université de Technologie de Troyes, 2018. Français. NNT : 2018TROY0042 . tel-03606117

HAL Id: tel-03606117

<https://theses.hal.science/tel-03606117v1>

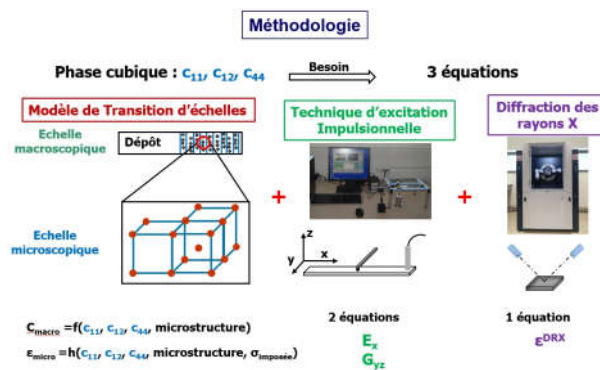
Submitted on 11 Mar 2022

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.

Mohamed Fares SLIM

Caractérisation multiéchelle de l'élasticité de films minces – méthode vibratoire et diffraction des rayons X



Champ disciplinaire :
Sciences pour l'Ingénieur

THESE

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR

de l'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES

EN SCIENCES POUR L'INGENIEUR

Spécialité : MATERIAUX, MECANIQUE, OPTIQUE, NANOTECHNOLOGIE

présentée et soutenue par

Mohamed Fares SLIM

le 29 novembre 2018

**Caractérisation multiéchelle de l'élasticité de films minces –
méthode vibratoire et diffraction des rayons X**

JURY

| | | |
|------------------|-----------------------------|--------------------|
| Mme. C. LANGLADE | PROFESSEURE DES UNIVERSITES | Présidente |
| M. D. GLOAGUEN | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Rapporteur |
| M. V. JI | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Rapporteur |
| M. E. M. DAYA | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Examineur |
| M. P. GADAUD | CHARGE DE RECHERCHE | Examineur |
| M. Y. KOUTSAWA | DOCTEUR INGENIEUR - HDR | Examineur |
| M. A. ALHUSSEIN | PROFESSEUR ASSOCIE | Directeur de thèse |
| M. M. FRANÇOIS | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Directeur de thèse |

A ma mère

A mon père

A mon frère

A ma sœur

A mes deux nièces

Remerciements

Ma gratitude et ma reconnaissance s'adressent tout d'abord à mes deux directeurs de thèse, **M. Manuel François**, Professeur à l'Université de Technologie de Troyes et **M. Akram Alhussein**, Professeur associé à l'Université de Technologie de Troyes. Je tiens à les remercier vivement pour la confiance qu'ils m'ont témoignée au cours de ces trois années, ainsi que pour leur efficacité et leur disponibilité dans les moments les plus critiques. Je leur présente ma plus grande reconnaissance pour leurs valeurs tant humaines que professionnelles dont ils ont fait preuve tout au long de cette thèse.

Mes remerciements s'adressent à **M. David Gloaguen**, Professeur des universités à l'Université de Nantes et **M. Vincent Ji**, Professeur des universités à l'Université Paris-sud 11 pour avoir accepté de rapporter ce mémoire. Je remercie également **Mme. Cécile Langlade**, Professeur des universités à l'Université de Technologie Belfort-Montbéliard, **M. Mostafa El Daya**, Professeur des universités à l'Université de Lorraine, **M. Pascal Gadaud**, chargé de recherche à l'université de Poitiers, et **M. Yao Koutsawa**, Docteur HDR à Luxembourg Institute of Science and Technology pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je tiens aussi à remercier **Laurent Daniel** pour l'impression des gabarits qui ont servi pour les essais de DRX et **Bruno Guelorget** pour son aide dans la réalisation des essais de nanoindentation.

Un très grand merci aux doctorants et aux personnels de l'antenne de l'UTT à Nogent pour leur convivialité et l'aide qu'ils m'ont apporté pendant ces trois ans de thèse : **Florent, Lamia, Sang, Elia, Sofiane, Sébastien, Christopher, Frédéric, Marie** (qui peut tout faire en claquant les doigts), **Imane, Alexis, Guillaume, Karima, Thibaut, Salim, Sandrine, Fanny...**

Je tiens aussi à remercier l'association du **Sporting Nogent** et tous les gens que j'ai rencontré grâce à ce passage dans ce beau petit grand club. Petit de taille mais grand par ses valeurs et tout ce qu'il dégage. Tous mes respects et **VIVE le TING**. Je ne vous oublie pas...

J'adresse également mes respects et mes remerciements les plus chaleureux à mes parents, merci pour tout. Je souhaite aussi remercier mes oncles qui m'ont aidé tout le long de mes études. **MERCI LA FAMILLE...**

Sommaire

Chapitre I : Elasticité des couches minces : Généralités et caractérisations

| | |
|---|----|
| Introduction générale..... | 1 |
| 1. Généralités sur l'élasticité et intérêt pour l'ingénierie | 7 |
| 1.1. Elasticité anisotrope..... | 8 |
| 1.2. Elasticité d'un matériau à symétrie cubique..... | 9 |
| 1.3. Elasticité isotrope | 9 |
| 2. Méthodes de mesure et problèmes rencontrés dans le cas des couches minces..... | 10 |
| 2.1. Essai de traction..... | 10 |
| 2.2. Essai de flexion..... | 11 |
| 2.3. Essai de nanoindentation | 12 |
| 2.4. Méthodes par mesure de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores..... | 13 |
| 2.5. Technique d'Excitation impulsionnelle (TEI) ou méthode vibratoire résonante | 14 |
| 2.6. Autres méthodes | 15 |
| 3. Dépendance des constantes d'élasticité, de la texture et de la structure des films élaborés par pulvérisation cathodique magnétron aux paramètres de dépôt | 16 |
| 3.1. Module d'Young | 16 |
| 3.2. Texture des films | 18 |
| 3.3. Structure des films | 19 |
| 3.4. Morphologie | 20 |
| 4. Méthodologie de mesure des constantes d'élasticité..... | 21 |
| 5. Conclusions | 23 |

Chapitre II : Détermination du module d'Young des revêtements en utilisant la technique d'Excitation Impulsionnelle: Etude des modèles et des incertitudes de mesure

| | |
|--|----|
| 1. Introduction | 27 |
| 2. Bases théoriques | 27 |
| 3. Modèles analytiques pour déterminer le module d'Young des revêtements par TEI ... | 29 |
| 3.1. Modèles basés sur la rigidité en flexion d'une poutre revêtue | 29 |
| 3.1.1. Modèle de Lopez | 30 |
| 3.1.2. Modèle de Pautrot | 32 |
| 3.1.3. Modèle de Berry | 33 |
| 3.2. Modèle basé sur la théorie classique des poutres stratifiées (CLBT)..... | 33 |
| 3.3. Problématique de différence entre les modèles | 34 |

| | | |
|--------|---|----|
| 4. | Comparaison des modèles analytiques avec un modèle éléments finis MEF | 35 |
| 5. | Erreurs systématiques relatives à chaque modèle | 38 |
| 6. | Elaboration des éprouvettes | 42 |
| 6.1. | Technique de dépôt..... | 42 |
| 6.1.1. | Pulvérisation cathodique magnétron | 42 |
| 6.1.2. | Conditions d'élaboration | 44 |
| 7. | La technique d'excitation impulsionnelle (TEI) | 44 |
| 8. | Analyse d'incertitude | 47 |
| 8.1. | Evaluation de l'incertitude liée à la fréquence | 49 |
| 8.1.1. | Répétabilité..... | 49 |
| 8.1.2. | Position du microphone..... | 49 |
| 8.1.3. | Désalignement entre les nœuds de vibration naturels et les fils..... | 50 |
| 8.1.4. | Supports..... | 52 |
| 8.1.5. | Incertitude liée à la fréquence | 53 |
| 8.2. | Incertitudes de mesures : Module d'Young du substrat et du dépôt | 54 |
| 8.2.1. | Incertitude liée aux constantes k_1 et k_2 | 55 |
| 8.2.2. | Incertitudes liées aux dimensions..... | 55 |
| 8.2.3. | Incertitudes liées aux masses volumiques | 56 |
| 8.2.4. | Incertitude sur le module d'Young du substrat | 57 |
| 8.2.5. | Incertitude du module d'Young du film..... | 58 |
| 9. | Conclusions | 61 |

**Chapitre III : Développement Analytique et mesure expérimentale des constantes
d'élasticité macroscopiques des couches minces en utilisant la TEI**

| | | |
|------|---|----|
| 1. | Introduction | 67 |
| 2. | Bases théoriques | 67 |
| 2.1. | Matériaux massifs..... | 68 |
| 2.2. | Revêtements | 68 |
| 3. | Développement d'un modèle amélioré : Prise en compte du décalage de la fibre neutre après dépôt..... | 70 |
| 3.1. | Poutre homogène (substrat seul) | 70 |
| 3.2. | Substrat revêtu (substrat + dépôt)..... | 75 |
| 3.3. | Comparaison entre le modèle par éléments finis (MEF) et les modèles analytiques | 77 |
| 4. | Application expérimentale | 79 |
| 4.1. | Elaboration | 79 |

| | | |
|--------|-------------------------------|----|
| 4.2. | Morphologie | 79 |
| 4.3. | Analyse structurale | 80 |
| 4.4. | Constantes d'élasticité | 82 |
| 4.4.1. | Caractérisation..... | 82 |
| 4.4.2. | Résultats | 86 |
| 5. | Conclusions | 94 |

Chapitre IV : Détermination des constantes d'élasticité cristalline d'une phase incluse dans un film texturé et multiphasé

| | | |
|--------|---|-----|
| 1. | Introduction | 100 |
| 2. | Principe de la diffraction des rayons X | 100 |
| 3. | Relation entre la diffraction et la déformation élastique | 101 |
| 4. | Démarche de transition d'échelles appliquée à l'élasticité des matériaux | 103 |
| 4.1. | Les trois ordres d'états mécaniques..... | 103 |
| 4.2. | Définition du comportement élastique du matériau sur les différentes échelles | 104 |
| 4.2.1. | Comportement élastique macroscopique et mésoscopique | 104 |
| 4.2.2. | Passage d'une échelle mésoscopique à une échelle macroscopique : lois de localisation et de concentration..... | 105 |
| 4.2.3. | Cohérence de la contrainte et de la déformation | 105 |
| 5. | Modèles de transition d'échelles | 106 |
| 5.1. | Modèle de Voigt | 106 |
| 5.2. | Modèle de Reuss..... | 107 |
| 5.3. | Modèle de Hill | 107 |
| 5.4. | Le modèle autocohérent de Kröner-Eshelby | 108 |
| 5.4.1. | Formulation du tenseur de rigidité effectif du polycristal pour un matériau multiphasé dans le cadre du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby | 109 |
| 5.4.2. | Formulation de la déformation obtenue en diffraction pour un matériau multiphasé dans le cadre du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby | 110 |
| 6. | Les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER)..... | 111 |
| 6.1. | Méthode expérimentale de détermination des CER | 112 |
| 7. | Détermination des constantes d'élasticité d'un cristal | 113 |
| 8. | Elaboration et caractérisation | 116 |
| 8.1. | Elaboration | 116 |
| 8.2. | Morphologie | 116 |
| 8.3. | Structure cristalline et texture des couches déposées | 117 |
| 8.3.1. | Analyse structurale..... | 118 |

| | | |
|--------|--|-----|
| 8.3.2. | Détermination des proportions des phases | 118 |
| 8.3.3. | Orientation cristallographique | 119 |
| 8.4. | Détermination des cstes d'elas macroscopiques du dépôt de tungstène par TEI | 124 |
| 9. | Détermination des constantes d'élasticité de la phase W_β | 126 |
| 9.1. | Présentation du gabarit de chargement utilisé et des états de contraintes appliquées | 126 |
| 9.2. | Formulation des équations de la déformation mesurée | 128 |
| 9.3. | Mesures par DRX et résultats | 130 |
| 9.4. | Calcul des constantes d'élasticité c_{ij} de la phase W_β | 133 |
| 10. | Influence de la fraction volumique de la phase W_β et de la porosité sur les constantes d'élasticité du polycristal | 139 |
| 11. | Détermination des contraintes résiduelles et des positions θ_0^{hkl} de référence | 142 |
| 12. | Prédiction des cstes d'elas des couches minces présentées dans le chapitre III | 144 |
| 13. | Conclusions | 148 |
| | Conclusion générale et perspectives..... | 151 |
| | Références bibliographiques | 155 |
| | Annexe 1 | 169 |
| | Annexe 2 | 183 |

Introduction générale

De nos jours, le monde industriel est de plus en plus soumis à des besoins bien définis qui demandent davantage de matériaux avancés pour satisfaire au mieux les cahiers des charges établis par les utilisateurs. En plus des contraintes technologiques, les fabricants sont soumis aussi à des contraintes économiques imposées par les concurrents présents sur le marché international. Ceci a donné naissance à de nouveaux matériaux élaborés sous forme de revêtements dont l'épaisseur varie de quelques nanomètres à quelques centaines de micromètres. Ces revêtements ont pour but d'améliorer, par exemple, la tenue en service des pièces mécaniques. Ils peuvent être élaborés par différentes techniques parmi lesquelles nous citons à titre d'exemple : la PVD, dépôts physiques en phase vapeur, la CVD, dépôts chimiques en phase vapeur et la projection thermique. Dans cette thèse nous nous intéresserons en particulier aux couches minces élaborées par pulvérisation cathodique magnétron.

Les dépôts élaborés par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement polycristallins, texturés et composés de différentes phases [Achache, 2016 ; Slim, 2017 ; Liu, 2018]. De plus, la structure, la morphologie et la texture des films minces sont dépendantes des paramètres du procédé [Liu, 2016 ; Zhang, 2017 ; Ait-Djafer, 2015 ; Chaabani, 2017]. Cependant, la structure, la morphologie, la texture ou la porosité peuvent influencer les propriétés physiques et mécaniques du dépôt. Donc, le contrôle des propriétés des composants revêtus est une étape indispensable pour assurer la bonne tenue en service des pièces mécaniques. Dans cette thèse, nous nous intéresserons en particuliers aux propriétés élastiques des couches minces élaborées par pulvérisation cathodique magnétron.

Les constantes d'élasticité sont des grandeurs très importantes dans le domaine de l'ingénierie. C'est un critère sur lequel se base un mécanicien pour choisir le matériau le plus adapté pour son application. Elles servent aussi à alimenter des modèles numériques et analytiques afin de prédire le comportement d'un matériau pour améliorer la durée de vie des composants mécaniques. Elles permettent également de prédire le niveau de contraintes résiduelles issues du procédé de fabrication. Etant donné que les couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron sont souvent multiphasées, la connaissance des constantes d'élasticité de chacune des phases est nécessaire pour la prédiction du comportement élastique du matériau effectif.

En vue de déterminer les constantes d'élasticité des films minces, une méthodologie de mesure des constantes d'élasticité macroscopiques et mésoscopiques des films minces déposés par pulvérisation cathodique magnétron a été développée. La méthodologie est présentée dans ce manuscrit de la manière suivante :

Dans un premier chapitre, nous commencerons par présenter des généralités sur l'élasticité et son intérêt pour l'ingénierie. Ensuite, nous introduirons plusieurs techniques de caractérisation utilisées pour déterminer les constantes d'élasticité des couches minces tout en énumérant les différents problèmes rencontrés. Parmi les différentes techniques nous choisirons la Technique d'Excitation Impulsionnelle pour mesurer les constantes d'élasticité macroscopiques de nos couches. A l'aide d'une synthèse bibliographique nous montrerons que les films minces élaborés par pulvérisation cathodique magnétron sont souvent polycristallins, texturés, multiphasés et leur comportement élastique dépend des paramètres du procédé au travers de la microstructure. Donc une caractérisation des constantes d'élasticité des films minces à l'échelle cristalline est nécessaire. Pour la caractérisation à l'échelle mésoscopique nous choisirons la diffraction des rayons X.

Le deuxième chapitre sera dédié à la détermination du module d'Young d'une couche mince par la Technique d'Excitation Impulsionnelle. En premier lieu, l'identification du modèle le plus fiable parmi les modèles qui existent dans la littérature sera faite grâce à une comparaison de tous les modèles avec un modèle éléments finis pris comme référence. Enfin une méthodologie d'évaluation des incertitudes conforme aux pratiques du guide pour l'expression de l'incertitude de mesure [JCGM 100, 2008] sera développée et appliquée sur une couche d'aluminium pur élaborée par pulvérisation cathodique magnétron.

Le troisième chapitre est composé de deux parties. La première partie est consacrée au développement d'un modèle pour déterminer le module cisaillement d'un dépôt quelles que soient l'épaisseur et les propriétés mécaniques et physiques du substrat et du dépôt. La deuxième partie portera sur la caractérisation élastique macroscopique d'un film de tungstène. Les constantes d'élasticité de la couche déposée seront corrélées avec sa morphologie et sa structure. Enfin une comparaison entre les modules réduits déterminés par la Technique d'Excitation Impulsionnelle et par nanoindentation sera faite. Ce chapitre permet d'établir une première étape du développement de la méthodologie de caractérisation élastique multiéchelles d'un film mince, prenant en compte sa texture cristalline, son multiphasage et sa porosité.

Le quatrième chapitre portera sur la deuxième étape du développement de cette méthodologie. Dans cette partie, une complémentarité entre outils expérimentaux et modèles micromécaniques sera exploitée pour aboutir aux objectifs souhaités. Nous commencerons par une brève introduction sur la diffraction des rayons X. Puis nous formulerons le tenseur de rigidité effectif et la déformation mésoscopique mesurée par diffraction des rayons X dans le cadre du modèle micromécanique de Kröner-Eshelby [Eshelby, 1975]. Ensuite, à l'aide des données expérimentales macroscopiques obtenues par la Technique d'Excitation Impulsionnelle, les données expérimentales mésoscopiques obtenus à l'aide de la diffraction des rayons X et les données théoriques obtenus avec le modèle autocohérent nous déterminerons les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_β incluse dans un film de tungstène texturé et biphasé. Ceci nous permettra d'avoir un premier jeu de valeurs des constantes d'élasticité de la phase W_β car ces dernières ne sont pas connues dans la littérature. Enfin nous étudierons l'effet de la fraction volumique de la phase W_β , de la texture et de la porosité sur les constantes d'élasticité d'un dépôt de tungstène biphasé ($W_\alpha + W_\beta$).

Chapitre I

Elasticité des couches minces : Généralités et caractérisations

1. Généralités sur l'élasticité et intérêt pour l'ingénierie

Le comportement élastique d'un matériau quelconque est défini par un tenseur de rigidité C_{ijkl} ou un tenseur de souplesse S_{ijkl} qui relie l'état des contraintes à celui des déformations. Ce sont des tenseurs de quatrième ordre, ils contiennent 81 composantes dans une base orthonormée (x_1, x_2, x_3) [Lemaitre, 2009]. La relation qui relie les contraintes σ_{ij} aux déformations ϵ_{ij} , la loi de Hooke, s'écrit sous une forme tensorielle (équations I. 1 et I. 2) [Lemaitre, 2009] :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{ij} \quad (\text{I. 1})$$

$$\epsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{ij} \quad (\text{I. 2})$$

Avec i, j, k et $l \in \{1, 2, 3\}$.

Un tenseur d'ordre 2 à 3x3 composantes dans l'espace tridimensionnel n'a que 6 composantes indépendantes s'il est symétrique. Ces 6 composantes peuvent être réarrangées en un vecteur. Du fait de la symétrie des tenseurs des contraintes et des déformations, les tenseurs de raideur et de souplesse présentent également des symétries : $C_{ijkl} = C_{klij}$ et $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{jilk}$. Les 81 composantes peuvent alors être réduites à 36 composantes indépendantes. Celles-ci peuvent donc être réarrangées en un tenseur d'ordre 2 à 6x6 composantes. Il peut donc être aisément représenté par une matrice 6x6. Les équations I. 1 et I. 2 s'écrivent sous forme non contractée (équations I. 3 et I. 4) selon la convention de Cowin et Mehrabadi [Mehrabadi, 1990] :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{31} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1133} & \sqrt{2}C_{1123} & \sqrt{2}C_{1131} & \sqrt{2}C_{1112} \\ C_{2211} & C_{2222} & C_{2233} & \sqrt{2}C_{2223} & \sqrt{2}C_{2231} & \sqrt{2}C_{2212} \\ C_{3311} & C_{3322} & C_{3333} & \sqrt{2}C_{3323} & \sqrt{2}C_{3331} & \sqrt{2}C_{3312} \\ \sqrt{2}C_{2311} & \sqrt{2}C_{2322} & \sqrt{2}C_{2333} & 2C_{2323} & 2C_{2331} & 2C_{2312} \\ \sqrt{2}C_{3111} & \sqrt{2}C_{3122} & \sqrt{2}C_{3133} & 2C_{3123} & 2C_{3131} & 2C_{3112} \\ \sqrt{2}C_{1211} & \sqrt{2}C_{1222} & \sqrt{2}C_{1233} & 2C_{1223} & 2C_{1231} & 2C_{1212} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \sqrt{2}\epsilon_{23} \\ \sqrt{2}\epsilon_{31} \\ \sqrt{2}\epsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (\text{I. 3})$$

$$\begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \sqrt{2}\epsilon_{23} \\ \sqrt{2}\epsilon_{31} \\ \sqrt{2}\epsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} S_{1111} & S_{1122} & S_{1133} & \sqrt{2}S_{1123} & \sqrt{2}S_{1131} & \sqrt{2}S_{1112} \\ S_{2211} & S_{2222} & S_{2233} & \sqrt{2}S_{2223} & \sqrt{2}S_{2231} & \sqrt{2}S_{2212} \\ S_{3311} & S_{3322} & S_{3333} & \sqrt{2}S_{3323} & \sqrt{2}S_{3331} & \sqrt{2}S_{3312} \\ \sqrt{2}S_{2311} & \sqrt{2}S_{2322} & \sqrt{2}S_{2333} & 2S_{2323} & 2S_{2331} & 2S_{2312} \\ \sqrt{2}S_{3111} & \sqrt{2}S_{3122} & \sqrt{2}S_{3133} & 2S_{3123} & 2S_{3131} & 2S_{3112} \\ \sqrt{2}S_{1211} & \sqrt{2}S_{1222} & \sqrt{2}S_{1233} & 2S_{1223} & 2S_{1231} & 2S_{1212} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{31} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (\text{I. 4})$$

Les équations I. 3 et I. 4 peuvent s'écrire avec contraction d'indice à l'aide du tableau I.1 :

Tableau I.1 : Contraction des indices.

| | |
|--------|--------------|
| 11 → 1 | 32 ou 23 → 4 |
| 22 → 2 | 31 ou 13 → 5 |
| 33 → 3 | 21 ou 12 → 6 |

Avec contraction des indices les équations I. 3 et I. 4 s'écrivent sous la forme suivante :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \epsilon_4 \\ \epsilon_5 \\ \epsilon_6 \end{Bmatrix} \quad (\text{I. 5})$$

$$\begin{Bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \epsilon_4 \\ \epsilon_5 \\ \epsilon_6 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & S_{15} & S_{16} \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} & S_{24} & S_{25} & S_{26} \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} & S_{34} & S_{35} & S_{36} \\ S_{41} & S_{42} & S_{43} & S_{44} & S_{45} & S_{46} \\ S_{51} & S_{52} & S_{53} & S_{54} & S_{55} & S_{56} \\ S_{61} & S_{62} & S_{63} & S_{64} & S_{65} & S_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{Bmatrix} \quad (\text{I. 6})$$

La convention de Cowin et Mehrabadi est différente de la convention de Voigt [François, 2009], mais elles donnent les mêmes résultats.

1.1. Elasticité anisotrope

Un matériau anisotrope élastiquement est un matériau qui présente des propriétés élastiques différentes selon les directions (monocristal, polycristal texturé ou à morphologie orientée, composite, bois, multicouches...). Grâce aux symétries des tenseurs de contraintes et de déformations, le nombre de composantes des tenseurs de rigidité et de souplesse passe de 36 à 21 composantes indépendantes pour une anisotropie quelconque (symétrie triclinique, équation I. 7).

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ & & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ & & & & C_{55} & C_{56} \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \quad (\text{I. 7})$$

Grâce à d'autres symétries matérielles ces 21 composantes peuvent se réduire jusqu'à deux composantes dans le cas d'un matériau isotrope (section I.3).

1.2. Elasticité d'un matériau à symétrie cubique

Dans le cas d'un matériau de symétrie cubique, le nombre de composantes dépendantes se réduisent à trois grâce à la symétrie élevée de ce système cristallin. Le tenseur de rigidité s'écrit comme suit (équation I. 8) :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & & & & C_{44} & 0 \\ & & & & & C_{44} \end{bmatrix} \quad (\text{I. 8})$$

1.3. Elasticité isotrope

Un matériau élastiquement isotrope est un matériau qui a les mêmes propriétés élastiques dans toutes les directions. Dans ce cas le comportement élastique du matériau peut être décrit par deux composantes indépendantes C_{11} et C_{12} (équation I. 9, I. 10 et I. 11) :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{11} - C_{12} & 0 & 0 \\ & & & & C_{11} - C_{12} & 0 \\ & & & & & C_{11} - C_{12} \end{bmatrix} \quad (\text{I. 9})$$

Les deux composantes indépendantes du tenseur de rigidité peuvent être exprimées en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν :

$$C_{11} = \frac{\nu E - E}{2\nu^2 + \nu - 1} \quad (\text{I. 10})$$

$$C_{12} = \frac{-\nu E}{2\nu^2 + \nu - 1} \quad (\text{I. 11})$$

Les constantes d'élasticité sont des grandeurs physiques très importantes dans le domaine de l'ingénierie. Elles permettent de prédire le comportement d'un matériau lorsqu'il est soumis à différents types de sollicitations. Elles permettent aussi d'alimenter des modèles analytiques et numériques qui serviront pour le dimensionnement, le calcul des structures et la

prédiction de la durée de vie du matériau. Elles servent également comme critère sur lequel se base un mécanicien pour choisir le matériau le plus adapté pour une application bien définie. Dans la section suivante quelques méthodes de mesure des constantes d'élasticité et les problèmes rencontrés dans le cas des couches minces seront présentées.

2. Méthodes de mesure et problèmes rencontrés dans le cas des couches minces

2.1. Essai de traction

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette normalisée à un effort de traction progressif jusqu'à sa rupture et à enregistrer simultanément, durant l'essai, la charge et l'allongement de l'éprouvette. Cet essai permet non seulement la détermination de plusieurs caractéristiques mécaniques d'un matériau tels que le module d'élasticité, le coefficient de poisson, la limite d'élasticité mais aussi d'accéder à sa loi de comportement qui servira ultérieurement dans un calcul de structure.

Gong et al. [Gong, 2014], Hollman et al. [Hollman, 1997], Read et al. [Read, 2001], Sharpe et al. [Sharpe, 1997] ont utilisé l'essai de traction pour déterminer les modules d'Young des revêtements. Afin d'améliorer la qualité des résultats, Gong et al. [Gong, 2014] ont délimité l'éprouvette en trois zones, deux zones revêtues avec épaisseurs différentes et une zone non revêtue (Figure I. 1). Cette décomposition leur a permis d'obtenir simultanément les déformations du film et du substrat, d'étudier la relation entre l'épaisseur des films et leurs constantes d'élasticité et de réduire l'erreur expérimentale. Hollman et al. [Hollman, 1997] ont remarqué que l'essai est très dépendant des contraintes résiduelles de compression dans le film. Sharpe et al. [Sharpe, 1997] ont eu recours à l'interférométrie pour mesurer les déformations (Figure I. 2).

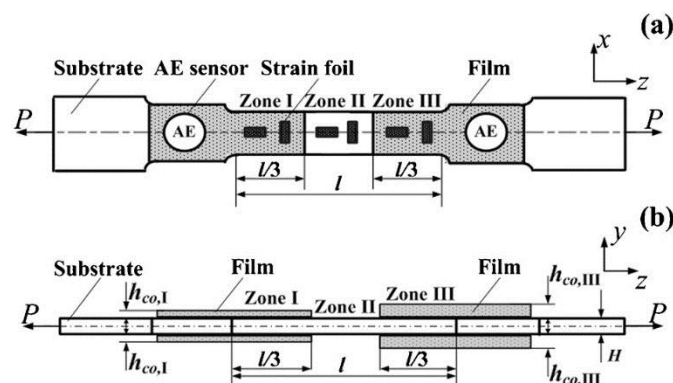


Figure I. 1 : Schéma représentatif de l'éprouvette de traction : a) vue dans le plan (x,z), b) dans le plan (y,z) [Gong, 2014].

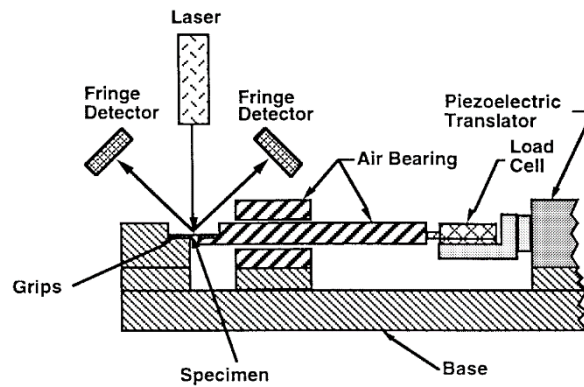


Figure I. 2 : Représentation schématique du système de mesure [Sharpe, 1997].

L'essai de traction est l'un des essais les plus utilisés pour caractériser le comportement élastique des matériaux mais son application dans le cas des films minces reste restrictive à cause des différents problèmes rencontrés au cours de l'essai (délamination de la couche, fissuration de la couche au cours de l'essai, ...etc.). Il est aussi intéressant de noter que la sensibilité de cette méthode décroît quand le rapport entre l'épaisseur du substrat et celle du film croît car la sensibilité du film à la contrainte appliquée décroît aussi. Par conséquent cette méthode n'est pas adaptée à la caractérisation élastique des couches ayant une épaisseur de l'ordre du micromètre.

2.2. Essai de flexion

L'essai de flexion consiste à solliciter une éprouvette en flexion afin de déterminer sa rigidité en flexion. Il existe différents essais de flexion. On peut citer comme exemples l'essai de flexion trois points et l'essai de flexion quatre points. Ce type d'essai est particulièrement populaire pour tester les matériaux ayant un comportement fragile tel que les céramiques. Pour des essais à très petite échelle, cette méthode est souvent plus facile à mettre en œuvre que la traction.

Grieseler et al. [Grieseler, 2016] ont effectué des essais de flexion in situ dans un microscope électronique à balayage. Mendels et al. [Mendels, 2005] ont fait des micro-essais de flexion quatre points pour déterminer le module d'Young d'un revêtement multicouche de titane/nitride de titane (Figure I. 3). Dong et al. [Dong, 2013] ont sollicité des micro-poutres en flexion en utilisant un nanoindenteur et ont déterminé le module d'Young d'un dépôt de SiON destiné à des applications de microsystèmes électromécaniques (MEMS) (Figure I. 4). Kraft et al. [Kraft, 1998] et Schalko [Schalko, 2011] ont aussi déterminé le module d'Young et la résistance à la rupture des films minces à l'aide des essais de flexion.

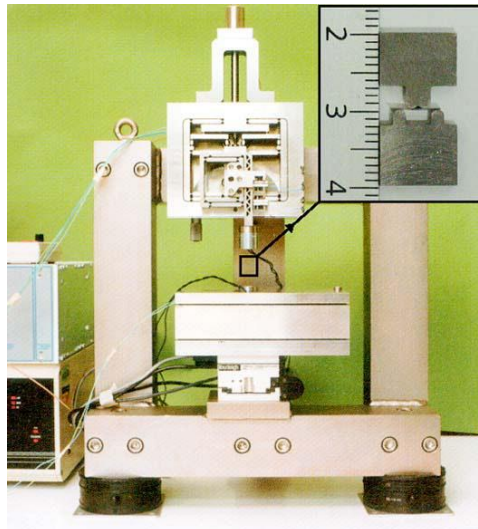


Figure I. 3 : Dispositif de flexion quatre points utilisé par Mendels et al. [Mendels, 2005].

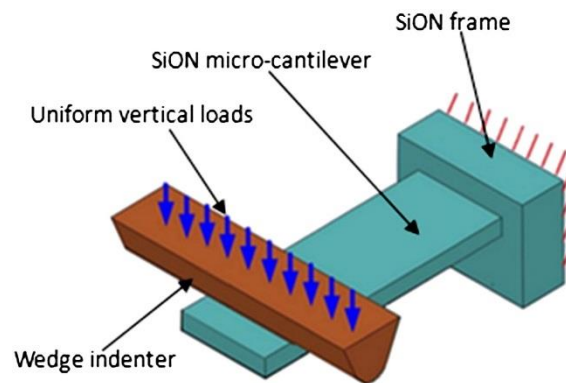


Figure I. 4 : Représentation schématique du système de mise en flexion utilisé par Dong et al. [Dong, 2013].

Les problèmes rencontrés avec cet essai sont les mêmes que ceux rencontrés avec l'essai de traction et qui ont comme principale cause le niveau de chargement élevé appliqué au cours de l'essai.

2.3. Essai de nanoindentation

Un essai de nanoindentation consiste à enfoncer une pointe de grande rigidité (diamant, par exemple) dans un matériau de rigidité inférieure afin de déterminer sa dureté, ses propriétés élastiques ou élastoplastiques. L'enfoncement et la force sont mesurés en continu au cours de la pénétration de la pointe. Cet essai est souvent utilisé pour déterminer les propriétés élastiques des couches minces.

Gerthoffer et al. [Gerthoffer, 2017] ont utilisé la nanoindentation pour déterminer le module d'Young d'un dépôt de Molybdène destiné à des applications énergétiques. Chen et al. [Chen, 2005] ont fait des essais de nanoindentation sur des films de tungstène et d'aluminium déposés sur deux différents types de substrats et ont constaté que le module mesuré est influencé par le type de substrat utilisé. Afin de s'affranchir de l'effet du substrat, Isselé et al. [Isselé, 2012] ont couplé les résultats expérimentaux aux simulations numériques. Des mesures par nanoindentation sur la section et en surface des dépôts d'oxyde de zirconium obtenus par EB-PVD ont été faites par Lugscheider et al. [Lugscheider, 2001]. Des variations entre les valeurs ont été observées, elles sont comprises entre 10 *GPa* et 160 *GPa* pour les mesures faites en surface et entre 20 *GPa* et 120 *GPa* pour les mesures faites sur la section. Des dépôts de TiC d'une épaisseur de 2 μm ont été déposés sur différentes sous couches de Ti, Cr et Mo par pulvérisation cathodique magnétron. Les auteurs ont constaté que les modules d'Young déterminés par nanoindentation des films élaborés dépendent de la sous couche utilisée. Les valeurs mesurées varient entre 400 *GPa* et 500 *GPa* [Feng, 1998].

Bien que l'essai de nanoindentation représente l'un des essais les plus utilisés pour déterminer les constantes d'élasticité des couches minces, les résultats issus de cet essai sont influencés par l'interaction élastique entre le substrat et le film. De plus, étant donné que la majorité des dépôts sont anisotropes le module d'élasticité déterminé par nanoindentation est une combinaison des modules d'élasticité parallèle et perpendiculaire à la surface du film. Il est aussi généralement supposé que le coefficient de Poisson du film testé est connu, ce qui n'est pas toujours vrai.

2.4. Méthodes par mesure de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores

L'idée de base de ces méthodes est de faire propager une onde ultrasonore au sein d'un matériau et de mesurer sa vitesse de propagation, qui est directement liée aux propriétés élastiques du matériau. Ces mesures de vitesses particulières peuvent être envisagées par l'utilisation d'une méthode au contact ou une méthode de mesure en immersion. Cette méthode se distingue par son caractère non destructif.

Tan et al. [Tan, 2010] et Sedmak et al. [Sedmak, 2013] ont utilisé la méthode ultrasonore pour déterminer les constantes d'élasticité de dépôts obtenus par projection thermique (Figure I. 5). Thomasova et al. [Thomasova, 2015] ont déterminé le module d'Young d'un film de NiTi réalisé par pulvérisation à l'aide de la méthode ultrasonore. Une autre variante de cette

méthode consiste à mesurer la vitesse de propagation d'ondes en surface. Hurley et al. [Hurley, 2001], ont déterminé les constantes d'élasticité d'un dépôt anisotrope de nitrure de titane en mesurant la vitesse de propagation d'ondes acoustiques en surface. Schneider et al. [Schneider, 1997] ont aussi déterminé le module d'Young d'un dépôt DLC avec la même méthode.

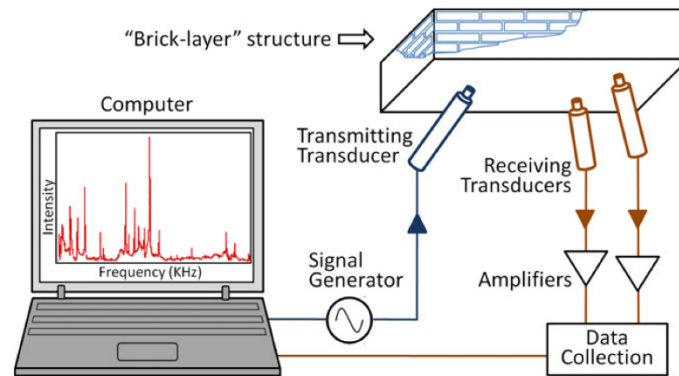


Figure I. 5 : Représentation schématique du dispositif expérimental de la méthode ultrasonore [Tan, 2010].

Malgré le caractère non destructif de cette technique qui lui donne la faveur d'être utilisée dans la caractérisation élastique des couches minces, les résultats peuvent être influencés par la texture et les défauts structuraux présents au sein du matériau. Ledbetter et Kim [Ledbetter, 1988] ont noté qu'une distribution anisotrope de dislocations dans la matière peut influencer les mesures des constantes d'élasticité.

2.5. Technique d'Excitation impulsionnelle (TEI) ou méthode vibratoire résonante

Le principe de base de cette méthode est d'exciter un échantillon (poutre, cylindre, disque...) par un choc et le laisser vibrer librement. Les fréquences des modes de vibration sont mesurées, et à l'aide de la densité ou de la masse et les dimensions de l'échantillon, on peut remonter aux constantes d'élasticité du matériau testé.

Cette technique consiste à placer un échantillon sur un support lui permettant de vibrer sans contrainte. On peut utiliser par exemple une mousse dont la raideur est très faible devant celle de l'échantillon. On peut également maintenir l'échantillon au niveau des nœuds du mode souhaité (là où le déplacement dû aux vibrations du mode est nul) à l'aide de fils tendus ou d'un support métallique. L'échantillon est excité, par un coup léger, à l'aide d'un outil d'excitation automatique ou manuellement à l'aide d'une bille collée au bout d'un petit bâton

souple en polymère. Ensuite, on enregistre le signal généré par cette excitation détecté à l'aide d'un microphone ou un transducteur. Ce signal est par la suite analysé afin d'en extraire les fréquences de résonance par transformée de Fourier rapide. Enfin, ces fréquences de résonance sont utilisées pour déterminer le module d'Young E , le module de cisaillement G et le coefficient de Poisson ν à l'aide d'équations issues de la théorie de l'élasticité. Ces équations font intervenir les dimensions et la masse volumique de l'échantillon.

Cette technique a été utilisée par plusieurs auteurs pour déterminer les constantes d'élasticité de différents matériaux (métaux, composites, céramiques, polymères, verre, matériaux poreux, dépôts...) [Gadaud, 2004 ; Gadaud, 2009 ; Radovic, 2004 ; Atri, 1999 ; Schrooten, 1999 ; Vasechko, 2016 ; Hauert, 2009] et dans une large gamme de températures [Peraud, 1997 ; Raj, 2009 ; Patel, 2018]. C'est une technique à caractère non destructif assez facile à utiliser et qui ne demande pas d'équipements coûteux. Elle possède un grand avantage lié au fait que les déformations générées lors des essais sont très faibles, ce qui engendre des niveaux de contraintes très faibles par rapport aux limites d'élasticité de la plupart des matériaux.

Peraud et al. [Peraud, 1997], Etienne et al. [Etienne, 2004] et Sanchette et al. [Sanchette, 1999] ont déterminé les modules d'Young de différents dépôts avec TEI, respectivement : SiC et NiTi ayant une épaisseur de l'ordre de $2 \mu\text{m}$, TiN d'épaisseur $0.2 \mu\text{m}$ et de AlTiN et AlCrN d'épaisseurs de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Gadaud et al. [Gadaud, 2009] ont mesuré le module de cisaillement des couches d'oxyde de nickel (NiO) ayant deux différentes épaisseurs ($40 \mu\text{m}$ et $60 \mu\text{m}$).

Grâce à son caractère non destructif et aux faibles niveaux de contraintes générées, la TEI est qualifiée comme une prometteuse alternative pour la caractérisation du comportement élastique des couches minces. De plus, donnant accès à la détermination du module d'Young et du module de cisaillement, cette technique permet de déduire le comportement élastique macroscopique des films minces.

2.6. Autres méthodes

D'autres techniques expérimentales ont été utilisées par différents chercheurs pour déterminer les constantes d'élasticité des couches minces. Sungwoo et al. [Sungwoo, 2005] ont déterminé le module d'élasticité et le coefficient de poisson d'un dépôt de silicium par la méthode de trou à une échelle microscopique. Les déformations nanométriques engendrées

par le dépôt sous différents chargements ont été mesurées par corrélation d'images obtenues par microscopie à force atomique. Cianci et al. [Cianci, 2007] ont déterminé le module d'Young d'un dépôt de nitrure de silicium obtenu par PECVD par mesure de la déflexion d'une membrane circulaire en fonction de la charge appliquée par le biais d'un profilomètre. Colombi et al. [Colombi, 2013] ont déterminé les modules d'Young d'une série de films amorphes de dioxyde de titane d'épaisseurs variantes entre 10 nm et 125 nm par extraction des fréquences de résonance de micropoutres en polymère. Apreutesei et al. [Apreutesei, 2017] ont déterminé les constantes d'élasticité des dépôts de verres métalliques à l'aide de diffusion Brillouin. Kaman [Kaman, 2014] a déterminé le module d'Young d'un film de chalcogénure en mesurant les courbes de force à l'aide d'un microscope à force atomique. Martins et al. [Martins, 2009] ont fait des micro-essais de gonflage « bulge test » pour déterminer le module d'élasticité d'un dépôt de Si_3N_4 destiné à des applications de microsysteme électromécanique (Figure I. 6).

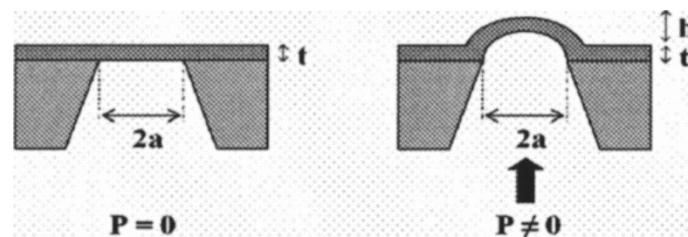


Figure I. 6 : Micro-essai de gonflage « Bulge test » [Martins, 2009].

3. Dépendance des constantes d'élasticité, de la texture et de la structure des films élaborés par pulvérisation cathodique magnétron aux paramètres de dépôt

3.1. Module d'Young

Bao et al. [Bao, 2018] ont mesuré par nanoindentation le module d'Young d'un film de SiC d'épaisseur $1.5\ \mu\text{m}$ déposé à différentes pressions par pulvérisation cathodique magnétron sur un substrat de Zircaloy-4 (alliage de zirconium) et ont remarqué que ce dernier diminue de 214 GPa à 100 GPa en augmentant la pression de 0.4 Pa à 2.4 Pa (Figure I. 7). Ait-Djafer et al. [Ait-Djafer, 2015] ont déposé des couches minces de TiAlN ayant une épaisseur de $1\ \mu\text{m}$ avec pulvérisation cathodique magnétron réactive. Par étude de l'effet de la tension de polarisation du substrat et de la pression sur le module d'Young, ils ont rapporté que ce dernier varie entre 311 GPa et 480 GPa pour des tensions de polarisation variantes entre 0 V et -60 V et entre 311 GPa et 205 GPa pour des pressions variantes entre 2 Pa et 5 Pa . Les mesures du module d'Young ont été faites par nanoindentation. Choudhary et al.

[Choudhary, 2015] ont aussi étudié l'effet de la tension de polarisation du substrat sur des dépôts de AlN élaborés par pulvérisation cathodique magnétron et ont rapporté une variation du module d'Young, mesuré par nanoindentation, entre 100 GPa et 215 GPa pour des tensions de polarisation variant entre 0 V et -100 V . Achache et al. [Achache, 2016] ont remarqué que le module d'Young des dépôts TNTZ superélastiques élaborés par pulvérisation cathodique magnétron dépend de la pression du dépôt et de la tension de polarisation du substrat. A l'aide des essais de nanoindentation, ils ont montré que le module d'Young est inversement proportionnel à la pression, il chute de 104 GPa à 89 GPa pour une pression qui varie entre 0.2 Pa et 2 Pa , et il augmente très peu de 104 GPa à 108 GPa avec la diminution de la tension de polarisation du substrat de 0 V à -200 V . En diminuant la tension de polarisation à -300 V , ils ont constaté une baisse du module d'Young à 98 GPa .

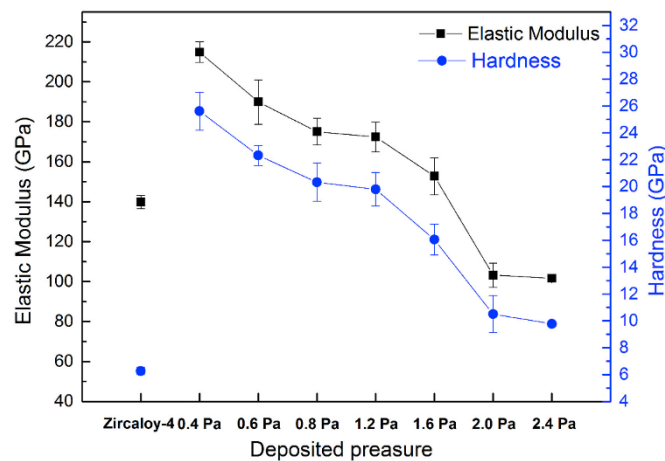


Figure I. 7 : Evolution de module d'Young et de la dureté d'un film de SiC en fonction de la pression d'élaboration [Bao, 2018].

Bramowicz et al [Bramowicz, 2016] ont déposé des revêtements d'hydroxyapatite d'une épaisseur de l'ordre de 450 nm avec pulvérisation cathodique magnétron RF à différentes températures. Ils ont remarqué que le module d'Young, mesuré par nanoindentation, passe d'une valeur de 170 GPa pour une température de dépôt de l'ordre de 400 °C à une valeur de 80 GPa pour une température de dépôt de l'ordre de 800 °C . Zhang et al [Zhang, 2017] ont étudié l'influence de la température de dépôt sur des films de CrB_2 ayant une épaisseur de l'ordre de $1 \mu\text{m}$ déposés par pulvérisation cathodique magnétron sur des substrats de Si. En variant la température du dépôt entre 100 °C et 400 °C , ils ont constaté une augmentation du module d'Young de 425 GPa à 525 GPa . Les mesures du module d'Young ont été faites par nanoindentation.

3.2. Texture des films

Les dépôts élaborés par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement texturés. Leur texture dépend des paramètres de dépôt. Achache et al. [Achache, 2016] ont constaté un changement de texture sous l'effet de changement de tension de polarisation du substrat et de la pression du dépôt (Figure I. 8).

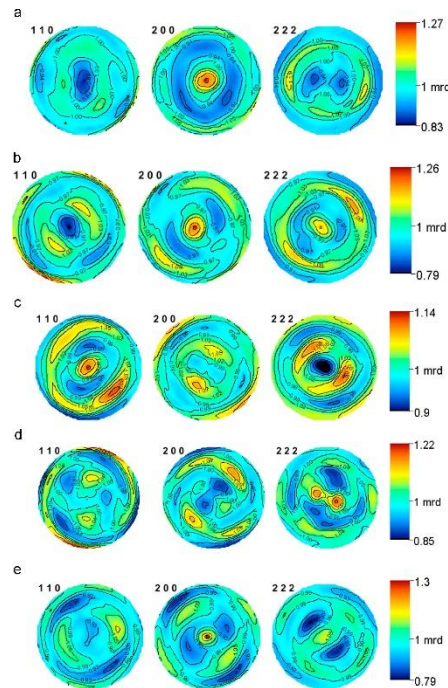


Figure I. 8 : Figures de pôles recalculées de films de TNTZ déposés avec différents paramètres : a) 0 V, 2 Pa, b) 0 V, 0.5 Pa, c) 0 V, 0.2 Pa, d) -100 V, 0.2 Pa, e) -300 V, 0.2 Pa, [Achache, 2016].

Liu et al. [Liu, 2016] ont étudié l'effet de la température du substrat sur la texture des films de Ti6Al4V déposés par pulvérisation cathodique magnétron et ont remarqué un changement de texture suite à une augmentation de la température de 100 °C à 400 °C tandis qu'à partir de 500 °C le dépôt ne présente plus de texture. Zhang et al. [Zhang, 2017] ont remarqué que la texture des dépôts de CrB₂ élaborés par pulvérisation cathodique magnétron dépend de la température du dépôt. Ils ont rapporté que les films élaborés à des températures inférieures à 300 °C ne présentent pas d'orientations préférentielles et qu'à partir de 300 °C une orientation préférentielle (001) commence à apparaître.

Zhang et al. [Zhang, 2013] ont constaté un changement de texture en fonction de l'épaisseur des dépôts de TiN élaborés par pulvérisation cathodique magnétron. Ils ont

rapporté un passage d'une texture (200) à une texture (111) en augmentant l'épaisseur du dépôt de 286 nm à 2357 nm.

Chaabani et al. [Chaabani, 2017] ont étudié l'effet de la distance entre la cible et le substrat sur la texture des dépôts de titanate de baryum de strontium (BaSrTiO_3) et ont remarqué un passage d'une texture (111) vers une texture (100) en augmentant cette distance de 5 à 10 cm.

3.3. Structure des films

Les couches minces élaborées par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement polycristallines et composées de différentes phases. Ait-Djafer et al. [Ait-Djafer, 2015] ont rapporté la présence de différentes phases au sein de films de TiAlN. Ils ont remarqué aussi que l'apparition d'une phase et la disparition d'une autre est fonction de la pression et de la tension de polarisation du substrat (Figure I. 9). Liu et al. [Liu, 2018] ont remarqué la présence des deux phases α et β de titane dans les films de Ti-17. Ils ont constaté aussi que l'évolution des phases au sein de leurs dépôts dépend de la température du substrat (Figure I. 10).

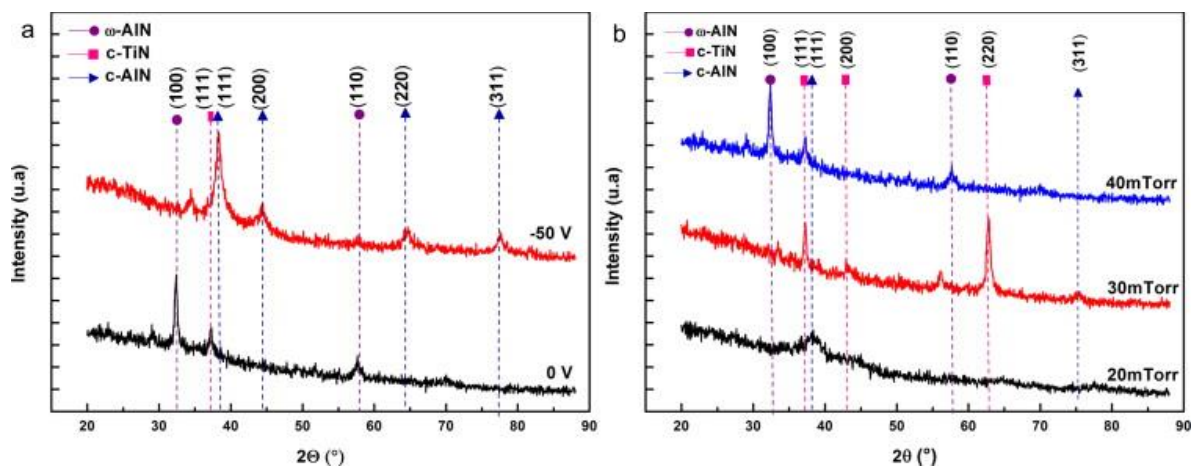


Figure I. 9 : Diffractogrames de rayons X de films de TiAlN élaborés avec : a) différentes tensions de polarisation, b) différentes pressions [Ait-Djafer, 2015].

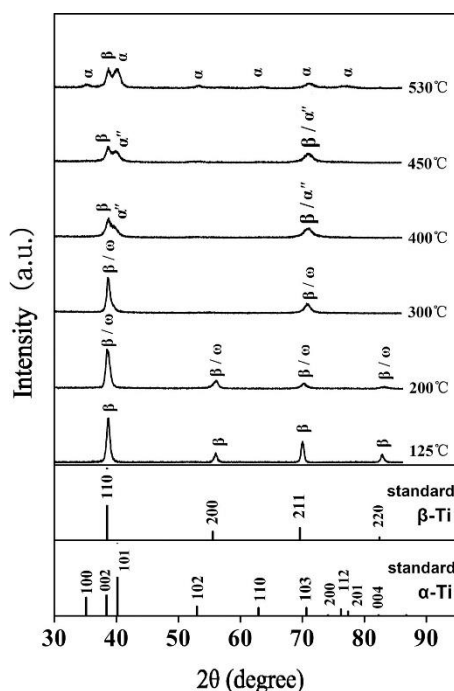


Figure I. 10 : Diffractogrammes de couches minces de Ti-17 déposées à différentes températures [Liu, 2018].

Etant donné que la pulvérisation cathodique magnétron est une méthode d'élaboration hors équilibre, elle favorise la formation des phases métastables : Ti_{β} dans des dépôts de Ti-17 [Liu, 2018], Ta_{β} dans des films de tantale [Javed, 2010] et W_{β} dans des couches de tungstène [Shen, 2000], [Girault, 2013] et [Slim, 2017].

3.4. Morphologie

En variant la pression de dépôt entre 0.1 Pa et 1.6 Pa, Bao et al. [Bao, 2018] ont remarqué que les couches de SiC déposées à une pression inférieure à 0.3 Pa sont fissurées et se détachent du substrat. A partir d'une pression de 0.4 Pa, les dépôts sont denses et commencent à avoir une croissance colonnaire à partir d'une pression de 0.8 Pa. Achache et al. [Achache, 2016] ont déposé des films de TNTZ avec différentes pressions. Ils ont remarqué qu'en déposant avec une pression variante entre 0.5 Pa et 2 Pa les couches élaborées représentent une croissance colonnaire. En diminuant la pression à 0.2 Pa, ils ont obtenu des couches denses. De plus en variant la tension de polarisation entre -100 V et -300 V tout en gardant la pression à 0.2 Pa, ils ont constaté l'apparition des cratères au niveau de la surface du dépôt. Zhang et al. [Zhang, 2017] ont étudié l'effet de la température sur la morphologie des dépôts de CrB_2 . Ils ont remarqué que les films déposés à $100^{\circ}C$

montrent des structures fines et denses et qu'au-delà de 100°C et jusqu'à 400°C les couches déposées montrent une croissance colonnaire.

D'après cette courte synthèse de la bibliographie, on peut constater que les couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement polycristallines, texturées et composées de différentes phases ce qui leur confère un comportement élastique anisotrope. De plus leurs propriétés élastiques, leurs orientations cristallographiques, leurs morphologies et leurs structures dépendent principalement des paramètres de dépôt. Donc, afin de contrôler le comportement élastique des films élaborés par pulvérisation cathodique magnétron, leurs constantes d'élasticité doivent être évaluées.

4. Méthodologie de mesure des constantes d'élasticité

D'après la section précédente, on peut conclure qu'une caractérisation macroscopique des constantes d'élasticité des dépôts élaborés par pulvérisation cathodique magnétron est insuffisante pour prédire son comportement élastique. En conséquence, une caractérisation des constantes d'élasticité des films minces à l'échelle cristalline est nécessaire car elle permettra par exemples : une meilleure prédiction du comportement élastique des films minces, le calcul de leurs constantes d'élasticité radiocristallographiques (CER) et de suite l'évaluation des contraintes résiduelles au sein des couches élaborées.

Hayakawa et al. [Hayakawa, 1985] ont déterminé les constantes d'élasticité à l'échelle cristalline d'un alliage de Fe-31Ni. D'abord ils ont déterminé le module d'Young de leur alliage à l'aide d'un essai de flexion quatre points, puis ils ont déterminé les CER à l'aide de mesures de diffraction des rayons X (DRX) sous chargement imposé (les chargements ont été appliqués par flexion quatre points). A l'aide du modèle autocohérent, ils ont finalement calculé les constantes d'élasticité du cristal étudié. Gnäupel-Herold et al. [Gnäupel-Herold, 1998] ont caractérisé le comportement élastique à l'échelle cristalline de trois différents matériaux (aluminium, acier et cuivre). Pour ce faire ils ont minimisé par moindres carrés une fonction définie par la différence entre les CER calculées à l'aide du modèle autocohérent et les CER mesurées expérimentalement à l'aide de diffraction de neutrons sous chargement imposé appliqué par traction et compression uniaxiale. Fréour et al. [Fréour, 2005] ont déterminé les constantes d'élasticité monocristalline de la phase Ti_β contenue dans un matériau polycristallin biphasé ($Ti_\alpha + Ti_\beta$). Ils ont déterminé les constantes d'élasticité macroscopiques du polycristal puis à l'aide des essais de DRX sous chargement imposé

(flexion) ils ont déterminé les CER de la phase $Ti\beta$. Finalement, à l'aide du modèle de Kröner modifié ils ont calculé les constantes d'élasticité du monocristal de la phase $Ti\beta$. En couplant des essais de DRX à haute énergie sous chargement imposé et une modélisation par éléments finis d'un polycristal de titane ($\beta 21s$), Efstathiou et al. [Efstathiou, 2010] ont déterminé les constantes d'élasticité du monocristal étudié en minimisant l'écart entre les résultats obtenus expérimentalement et les résultats calculés par le modèle éléments finis virtuel du polycristal. Dans leur étude, ils ont pris en compte la texture présentée par le matériau en calculant les fonctions de distribution d'orientations (FDO). Faurie et al. [Faurie, 2005], Renault et al. [Renault, 2003] et Martinschitz et al. [Martinschitz, 2009] ont déterminé les constantes d'élasticité à l'échelle cristalline de différents dépôts ayant une texture de fibre. Pour ce faire Faurie et al. [Faurie, 2005] ont fait des essais de diffraction des rayons X par rayonnement synchrotron sous chargement imposé tandis que Renault et al. [Renault, 2003] et Martinschitz et al. [Martinschitz, 2009] ont utilisé de la diffraction des rayons X sous chargement imposé. La majorité de ces auteurs ont eu recours à des modèles de transition d'échelles (Voigt, Reuss, autocohérent ...) pour relier la déformation mesurée par diffraction et la contrainte macroscopique appliquée au matériau étudié.

Le but de cette thèse est de développer une méthodologie permettant de caractériser le comportement élastique des couches minces à l'échelle cristalline (Figure I. 11). Pour la caractérisation élastique macroscopique des dépôts élaborés, notre choix s'est reposé sur la Technique d'Excitation Impulsionnelle étant donné les avantages qu'elle présente par rapport aux autres techniques (Section 2.5). Quant à la caractérisation mésoscopique on a choisi d'effectuer des essais de diffraction des rayons X sous chargement imposé. Grâce à son caractère sélectif la DRX permettra l'étude de l'élasticité des différentes phases incluses dans nos dépôts.

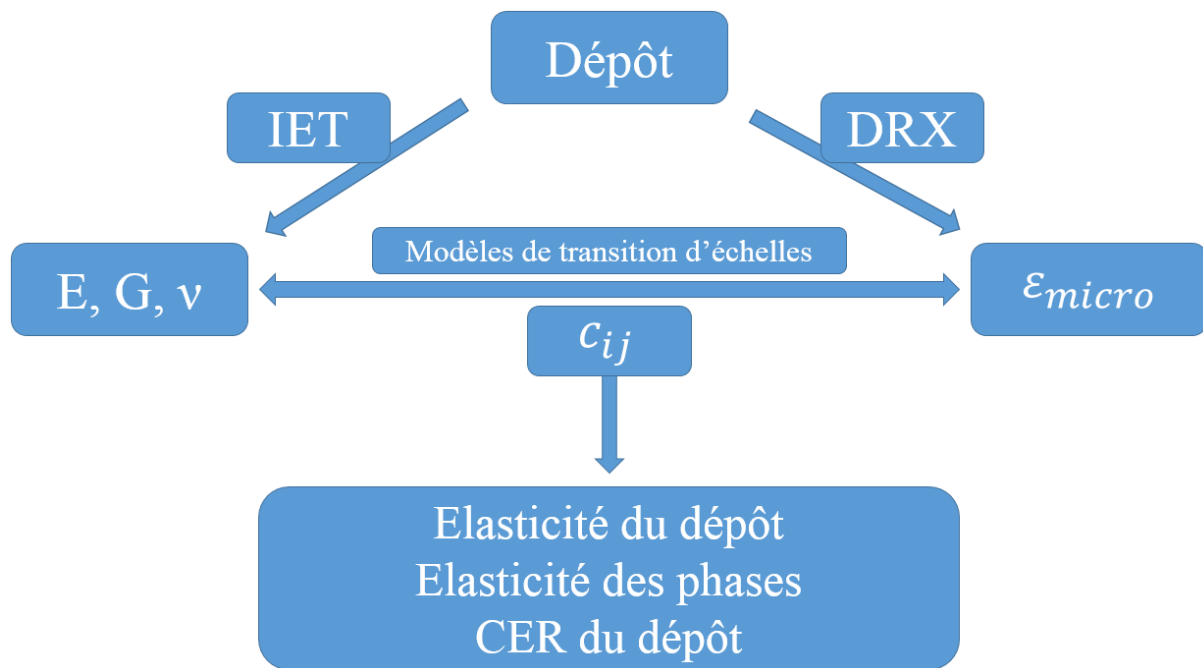


Figure I. 11 : Schématisation de la méthodologie adoptée pour la caractérisation du comportement élastique des revêtements.

5. Conclusions

Dans ce premier chapitre, nous avons brièvement introduit quelques généralités sur l'élasticité et souligné son intérêt pour l'ingénierie. Les tenseurs de rigidité et de souplesse ont été présentés dans le cas d'un matériau quelconque puis quelques autres cas de matériaux à symétries particulières ont été illustrés.

Les méthodes expérimentales les plus utilisées pour déterminer les constantes d'élasticité des matériaux ont été présentées. Les problèmes rencontrés dans le cas des couches minces ont été abordés. Plusieurs études (Section 3) ont montré que le comportement élastique des revêtements dépend des paramètres de dépôt. De plus, un dépôt est généralement polycristallin, texturé et composé de différentes phases ce qui lui confère un comportement élastique anisotrope. En conséquence, une caractérisation macroscopique de ces constantes d'élasticité n'est pas suffisante pour prédire son comportement élastique.

Afin de répondre à cette insuffisance une caractérisation du comportement élastique des couches minces à l'échelle cristalline sera faite durant ce travail. Pour ce faire, deux choix ont été faits. La Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI) sera utilisée pour la caractérisation élastique macroscopique et la Diffraction des Rayons X (DRX) sous chargement imposé sera utilisée pour la caractérisation mésoscopique.

Chapitre II

**Détermination du module d'Young des revêtements en utilisant la
Technique d'Excitation Impulsionnelle : Etude des modèles et des
incertitudes de mesures**

1. Introduction

La Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI) est une technique non destructive, précise, facile à utiliser pour déterminer les constantes d'élasticité de divers matériaux [Radovic, 2004 ; Gadaud, 2004 ; Gadaud, 2009 ; Atri, 1999] et qui génère de très faibles niveaux de contraintes. Ces avantages font qu'elle est utilisée comme une nouvelle alternative pour déterminer le module d'Young des couches minces. Le premier modèle mécanique permettant de déterminer le module d'Young de revêtements par TEI a été conçu par Berry [Berry, 1975]. Puis d'autres modèles ont été développés en se basant sur différentes théories [Mazot, 1998 ; Gadaud, 2004 ; Lopez, 2014]. A notre connaissance non seulement aucune étude n'a été faite pour éclaircir la différence qui existe entre les modèles et définir leurs domaines de validité afin de guider le choix des utilisateurs mais aussi aucune étude d'incertitude conforme aux recommandations de la norme ISO du Guide pour l'Expression de l'Incertainitude de Mesure [JCGM 100, 2008] n'existe dans la littérature. En particulier, il serait intéressant d'évaluer l'incertitude de mesure conformément aux pratiques actuelles [JCGM 100, 2008].

En vue de guider notre choix de modèle pour déduire les constantes d'élasticité d'un revêtement, nous procéderons de la manière suivante : Premièrement, une comparaison sera faite entre les modèles analytiques de la littérature et un modèle éléments finis (MEF) qui sera développé dans ce deuxième chapitre. Cette comparaison permettra d'identifier le modèle le plus fiable parmi les modèles existants dans la littérature. Deuxièmement, une étude des erreurs systématiques des différents modèles sera faite et ceci en prenant comme référence le MEF. Enfin, une méthodologie d'évaluation des incertitudes de mesure a été développée en prenant comme exemple illustratif un dépôt d'aluminium pur élaboré par pulvérisation cathodique magnétron.

2. Bases théoriques

En se basant sur la théorie des vibrations des poutres classiques d'Euler-Bernoulli qui ne prend pas en compte les effets de cisaillement et d'inertie, l'équation du mouvement d'une poutre soumise à des vibrations en flexion s'écrit comme suit [Rao, 2006] :

$$\rho S \frac{\partial^2 U(x, t)}{\partial t^2} + \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left(EI \frac{\partial^2 U(x, t)}{\partial x^2} \right) = 0 \quad (\text{II. 1})$$

Avec ρ la masse volumique, $U(x, t)$ le déplacement d'un point quelconque appartenant à la structure excitée en fonction de sa position et du temps (Figure II. 1), E le module d'Young, I le moment quadratique par rapport à l'axe z de la section droite et S l'aire de la section.

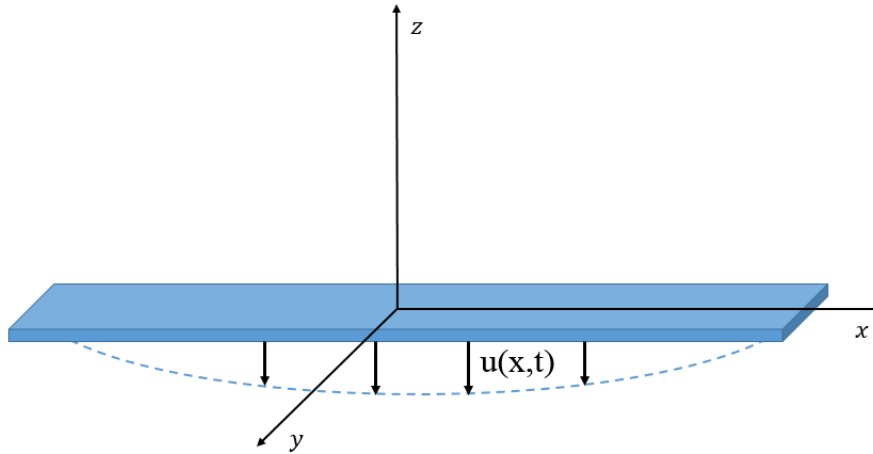


Figure II. 1 : Poutre en flexion.

La résolution de cette équation différentielle (équation II. 1) permet de déterminer les fréquences de résonance f_n de la structure excitée. Dans le cas de la TEI, les conditions aux limites « libre-libre » sont généralement adoptées. Une solution analytique de l'équation du mouvement peut être déterminée [Rao, 2006] :

$$f \approx \frac{X_n^2}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{E \cdot I}{\rho \cdot S}} \quad (\text{II. 2})$$

Avec l la longueur de l'échantillon, n l'ordre du mode de vibration, et X_n la fréquence adimensionnelle qui dépend des conditions aux limites et de l'ordre du mode de vibration.

Dans le cas d'une poutre de section rectangulaire, le module d'Young peut être déterminé à partir de la formule suivante [ASTM E1876, 2015] :

$$E = k_1 f^2 \rho \frac{l^4}{h^2} T_f \quad (\text{II. 3})$$

$$k_1 \approx 0.9465.$$

Avec E le module d'Young, f la fréquence fondamentale de résonance de flexion (par la suite nous utiliserons uniquement la fréquence fondamentale), ρ la masse volumique, l la

longueur de la poutre, h son épaisseur et T_f un facteur de correction introduit pour corriger les effets d'inertie et de cisaillement non pris en compte par la théorie d'Euler-Bernoulli.

Avec

$$T_f = 1 + 6.585(1 + 0.0752\nu + 0.8109\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^2 - 0.868 \left(\frac{h}{l}\right)^4 - \left[\frac{8.340(1 + 0.2023\nu + 2.173\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^4}{1 + 6.338(1 + 0.1408\nu + 1.536\nu^2) \left(\frac{h}{l}\right)^2} \right] \quad (\text{II. 4})$$

Dans le cas où le rapport des dimensions $\frac{l}{h} \geq 20$, le facteur de correction géométrique est simplifié :

$$T_f = 1 + K_2 \left(\frac{h}{l}\right)^2 \quad (\text{II. 5})$$

Avec $K_2 = 6.585$.

3. Modèles analytiques pour déterminer le module d'Young des revêtements par TEI

Le principe de la mesure est de faire deux mesures de fréquence : une première du substrat nu sans revêtement et une deuxième du substrat revêtu. Puis à l'aide d'un modèle mécanique qui fait intervenir le rapport des deux fréquences, le module d'Young du substrat, la densité du substrat et du dépôt et leurs dimensions on peut remonter au module d'Young de la couche déposée. Les modèles mécaniques existants dans la littérature se basent sur deux différentes théories : modèles basés sur la rigidité en flexion d'une poutre composite et modèles basés sur la théorie classique des poutres stratifiées.

3.1. Modèles basés sur la rigidité en flexion d'une poutre revêtue

La rigidité en flexion d'une poutre composite peut être exprimée comme la somme des rigidités en flexion de chaque matériau [Gere, 2003] :

$$E_t I_t = E_s I_s + E_d I_d \quad (\text{II. 6})$$

Avec E le module d'Young et I le moment quadratique de la section droite. Les indices t , s et d correspondent respectivement au composite (dépôt + substrat), au substrat et au dépôt. L'équation II. 6 suppose une adhérence parfaite du revêtement permettant une continuité des déformations entre le substrat et le revêtement.

La masse volumique multipliée par unité de surface d'une poutre composite peut être exprimée à l'aide de l'équation II. 7 :

$$\rho_t S_t = \rho_s S_s + \rho_d S_d \quad (\text{II. 7})$$

Avec ρ la masse volumique et S l'aire de la section.

En substituant les équations II. 6 et II. 7 dans l'équation II. 2, on obtient la fréquence de résonance de la poutre composite f_t :

$$f_t = \frac{X_1^2}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{E_t I_t}{\rho_t S_t}} \quad (\text{II. 8})$$

Avec $X_1 \approx 4.73004$.

3.1.1. Modèle de Lopez

Lopez a développé un modèle analytique qui permet de déterminer le module d'Young d'un film déposé sur une poutre de section rectangulaire. Les moments quadratiques des sections du substrat et du dépôt représentés par la figure II. 2 ont été respectivement calculés comme suit :

$$I_s = \frac{bh_s^3}{12} \quad (\text{II. 9})$$

$$I_d = \frac{bh_d h_s^2}{4} + \frac{bh_s h_d^2}{2} + \frac{bh_d^3}{3} \quad (\text{II. 10})$$

Avec b la largeur de la section, h_s l'épaisseur du substrat et h_d l'épaisseur du dépôt.

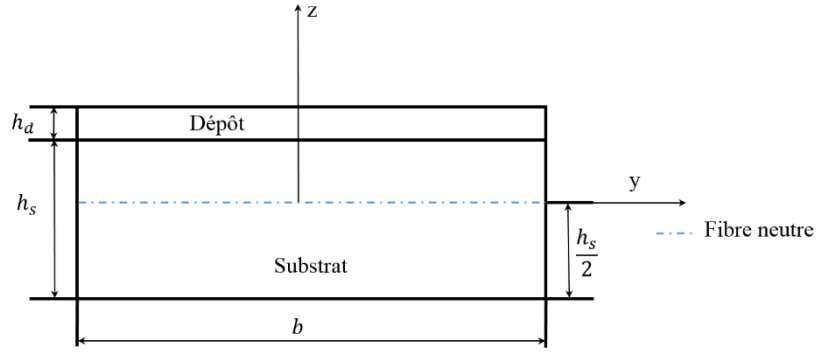


Figure II. 2 : représentation schématique des sections du substrat et du dépôt

En remplaçant I_s et I_d par leurs expressions respectives dans l'équation II. 8, on aura l'expression analytique développée par Lopez exprimant le rapport des fréquences du substrat et du substrat revêtu R_f [François, 2001 ; Mazot, 1998] :

$$R_f^2 = \frac{1 + R_E(3R_h + 6R_h^2 + 4R_h^3)}{1 + R_h R_\rho} \quad (\text{II. 11})$$

Avec :

$$R_h = \frac{h_d}{h_s}$$

$$R_\rho = \frac{\rho_d}{\rho_s}$$

$$R_f = \frac{f_t}{f_s}$$

$$R_E = \frac{E_d}{E_s}$$

Le module d'Young peut être déterminé à partir de l'équation (II. 11) :

$$E_c = \frac{E_s}{3R_h + 6R_h^2 + 4R_h^3} [R_f^2(1 + R_h R_\rho) - 1] \quad (\text{II. 12})$$

Ce modèle ne prend pas en compte le décalage de la fibre neutre après dépôt. Plus l'épaisseur du dépôt et le rapport des modules R_E augmentent plus l'erreur commise par le modèle à cause de cette simplification devient importante.

3.1.2. Modèle de Pautrot

Contrairement au modèle de Lopez, le modèle de Pautrot prend en compte le décalage de la fibre neutre. Les moments quadratiques des sections du substrat et du dépôt seront exprimés en fonction de la distance e représentée sur la figure II. 3. Celle-ci peut être déterminée à partir de l'équation d'équilibre sur la section de l'éprouvette.

$$\int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{-h_s+e}^e \sigma_s dS_s + \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_e^{e+h_d} \sigma_d dS_d = 0 \quad (\text{II. 13})$$

$$\int_{-h_s+e}^e E_s z dz + \int_e^{e+h_d} E_d z dz = 0 \quad (\text{II. 14})$$

$$e = \frac{E_s h_s^2 - E_d h_d^2}{2E_s h_s + 2E_d h_d} \quad (\text{II. 15})$$

$$I_s = \frac{bh_s^3}{12} + bh_s \left(\frac{h_s}{2} - e \right)^2 \quad (\text{II. 16})$$

$$I_d = \frac{bh_d^3}{12} + bh_d \left(e + \frac{h_d}{2} \right)^2 \quad (\text{II. 17})$$

En substituant les équations II. 16 et II. 17 dans l'équation II. 8 on obtient l'expression analytique développée par Pautrot exprimant le rapport des fréquences du substrat nu et du substrat revêtu [Gadaud, 2004 ; François, 2001 ; Mazot, 1998] :

$$R_f^2 = \frac{1 + R_h^3 R_E + \frac{3R_h R_E (1 + R_h)^2}{1 + R_h R_E}}{1 + R_h R_\rho} \quad (\text{II. 18})$$

A partir de l'équation II. 18, le module d'Young peut être déterminé à partir de l'équation du second degré suivante :

$$AR_E^2 + BR_E + C = 0 \quad (\text{II. 19})$$

Avec :

$$A = R_h^4 \quad (\text{II. 20})$$

$$B = 4R_h^3 + (6 - R_\rho R_f^2)R_h^2 + (4 - R_f^2)R_h \quad (\text{II. 21})$$

$$C = 1 - R_f^2(1 + R_\rho R_h) \quad (\text{II. 22})$$

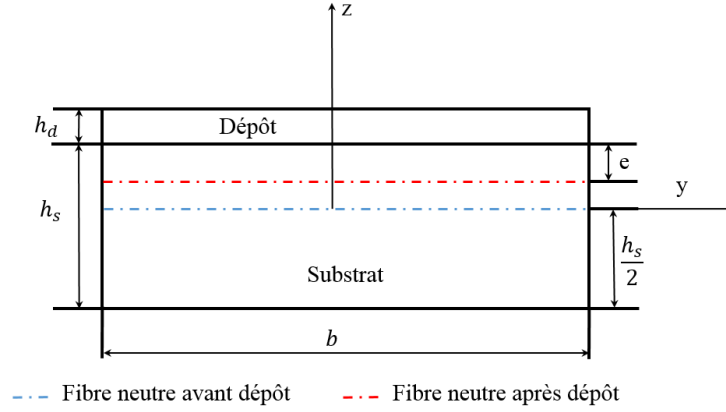


Figure II. 3 : Représentation schématique du décalage de la fibre neutre.

3.1.3. Modèle de Berry

Berry est, à notre connaissance, le premier à avoir essayé de déterminer le module d'Young des revêtements en utilisant la méthode vibratoire [Berry, 1975]. Il a développé une expression simplifiée qui peut être retrouvée à l'aide d'un développement limité du premier ordre des modèles de Lopez et de Pautrot [Berry, 1975 ; Mazot, 1998] :

$$R_f^2 = 1 + R_h[3R_E - R_\rho] \quad (\text{II. 23})$$

$$E_d = \frac{E_s}{3} \left[R_\rho + \frac{R_f^2 - 1}{R_h} \right] \quad (\text{II. 24})$$

Le modèle de Berry suppose que l'épaisseur du dépôt est négligeable devant celle du substrat.

3.2. Modèle basé sur la théorie classique des poutres stratifiées (CLBT)

Le modèle est basé sur la théorie classique des poutres stratifiées (CLBT : Classical Laminated Beam Theory), qui suppose que la poutre est symétrique [Lopez, 2014]. Cette hypothèse n'est pas respectée dans la plupart des cas où le film est déposé d'un seul côté du substrat. Cependant, il peut être utilisé comme approximation dans le cas d'une poutre revêtue

d'un seul côté. Par ailleurs, plus le rapport des modules et le rapport des épaisseurs augmentent plus l'erreur commise par ce modèle à cause de cette hypothèse augmente. Dans le cas d'une poutre soumise à des conditions aux limites « libre-libre », la fréquence fondamentale de la poutre stratifiée est exprimée comme suit [Lopez, 2014] :

$$f_t = \frac{3.561}{l^2} \sqrt{\frac{1}{\alpha (\rho_s h_s + \rho_d h_d)}} \quad (\text{II. 25})$$

Le rapport des fréquences s'écrit comme suit [Lopez, 2014] :

$$R_f^2 = 11.37 \frac{\rho_s}{h_s^2 \alpha (\rho_s h_s + \rho_d h_d) E_s} \quad (\text{II. 26})$$

Dans le cas d'une monocouche (substrat + dépôt) [Lopez, 2014] :

$$\alpha = \frac{\frac{H_1 E_s}{3(1 - \nu_s^2)} + \frac{H_2 E_d}{3(1 - \nu_d^2)}}{\left[\frac{H_1 E_s}{3(1 - \nu_s^2)} + \frac{H_2 E_d}{3(1 - \nu_d^2)} \right]^2 + \left[\frac{H_1 \nu_s E_s}{3(1 - \nu_s^2)} + \frac{H_2 \nu_d E_d}{3(1 - \nu_d^2)} \right]^2} \quad (\text{II. 27})$$

$$H_1 = \frac{(h_s + h_d)^3}{4} - \frac{3(h_s + h_d)^2 h_d}{4} + \frac{3(h_s + h_d) h_d^2}{2} - h_d^3 \quad (\text{II. 28})$$

$$H_2 = \frac{3(h_s + h_d)^2 h_d}{4} - \frac{3(h_s + h_d) h_d^2}{2} + h_d^3 \quad (\text{II. 29})$$

3.3. Problématique de différence entre les modèles

Dans la section précédente, les modèles développés pour déterminer le module d'Young d'un revêtement en utilisant la TEI ont été présentés. Peraud et al. [Peraud, 1997] et Etienne et al. [Etienne, 2004] ont respectivement utilisé les modèles de Berry et de Pautrot pour déterminer le module d'Young de dépôts ayant respectivement des épaisseurs de $2\mu\text{m}$ et $0.2\mu\text{m}$. Il a été rapporté par Mazot et Pautrot [Mazot, 1998] que les modules d'Young calculés à l'aide des modèles de Berry et Lopez commencent à diverger à partir d'un rapport d'épaisseur R_h de l'ordre de 0.1. La différence entre les modèles devient aussi remarquable dans le cas des rapports de modules et de rapports de densités élevés. Lopez-Puerto et al. [Lopez, 2014], Peraud et al. [Peraud, 1997], et Etienne et al. [Etienne, 2004] ont utilisé

différents modèles pour déterminer les modules d'Young des dépôts respectifs de Au/Al, SiC/NiTi et TiN. La variété des choix faits par les auteurs et le manque d'information sur le domaine de validité de chaque modèle ne permettent pas d'avoir une vue globale de la technique. Afin d'identifier le modèle le plus adapté, une comparaison paramétrique entre les expressions analytiques et un Modèle Eléments Finis (MEF) sera faite dans la section suivante.

4. Comparaison des modèles analytiques avec un modèle éléments finis MEF

Afin d'identifier le modèle le plus adapté, nous faisons une comparaison paramétrique entre les modèles analytiques proposés dans la littérature et le modèle MEF pour quatre différents rapports de R_E , R_h et R_ρ . Quatre combinaisons de matériaux différents ont été choisies dans le but d'avoir des rapports de R_E qui permettent d'avoir un grand et un faible décalage de la fibre neutre. Les rapports correspondent à des matériaux réels cités dans les tableaux II. 1 et II. 2.

Tableau II. 1 : Propriétés des matériaux utilisés pour la comparaison.

| Matériau | Masse volumique (kg/m^3) | Module d'Young (GPa) |
|-----------|---------------------------------|-------------------------|
| Aluminium | 2700 | 68 |
| Tungstène | 19300 | 400 |
| AISI304 | 8000 | 193 |
| Silicium | 2330 | 112.4 |
| Kapton | 1350 | 3.64 |

Tableau II. 2 : Rapports utilisés pour la comparaison.

| Dépôt/substrat | R_ρ | R_E |
|----------------|----------|-------|
| Al/W | 0.14 | 0.17 |
| W/AISI304 | 2.4 | 2.1 |
| W/Si | 8.3 | 3.56 |
| Al/Kapton | 2 | 18.7 |

Le modèle MEF a été développé à l'aide du logiciel de simulation numérique ABAQUS 6.12-2. Le modèle géométrique est composé de deux parties : le substrat et le dépôt. Le substrat est une poutre de section rectangulaire avec une longueur $l = 70mm$, une largeur $b = 7mm$ et une épaisseur $h_s = 0.5mm$. Le dépôt a une longueur et une largeur égales à celles du substrat et son épaisseur a été variée entre 0 et $0.25mm$ en vue d'avoir un rapport R_h qui varie entre 0 et 0.5. Afin d'assembler les deux parties (substrat + dépôt) la fonction Tie d'ABAQUS a été utilisée. Les conditions aux limites « libre-libre » ont été appliquées à la poutre composite (substrat + dépôt). Le modèle géométrique a été maillé en utilisant l'élément quadratique C3D20. Le solveur Lanczos du module ABAQUS\Implicit a été utilisé pour extraire les fréquences de résonance de la poutre composite.

L'un des éléments clefs de la modélisation par la méthode des éléments finis est la taille des éléments utilisés pour la discrétisation du problème. Une étude de convergence a été faite en testant plusieurs tailles d'éléments et l'élément de dimensions ($0.35 \times 0.35 \times 0.25 mm^3$) a été choisi.

La figure II. 4 représente l'évolution de R_f en fonction de R_h , calculée à l'aide de différents modèles (Berry, Lopez, CLBT, Pautrot et MEF) en prenant quatre valeurs différentes de R_E et R_ρ (Tableaux II. 1 et II. 2). On remarque que le modèle le plus en accord avec les résultats obtenus par éléments finis est celui de Pautrot. L'accord entre ces deux modèles permet de confirmer la validité de l'hypothèse du décalage de la fibre neutre après dépôt sur laquelle est fondé ce modèle et de négliger au moins dans le cas de la présente étude les effets de cisaillement et d'inertie (qui sont pris en compte par le MEF). Il est aussi intéressant de noter que sur les figures II. 4c et II. 4d, dans le cas des modèles de Pautrot et

MEF, le rapport des fréquences R_f est quasiment constant en fonction du rapport des épaisseurs R_h ce qui signifie que pour ces deux configurations la mesure du module d'Young du revêtement est peu influencée par l'épaisseur du dépôt.

A partir de la figure II. 4, on peut aussi remarquer une divergence entre les autres modèles : Berry, Lopez et CLBT. La différence des résultats obtenus par ces modèles est due aux différentes hypothèses sur lesquelles ils se basent. Pour de faibles rapports de R_E et R_ρ , figure II. 4a, le modèle de Lopez est le plus proche du modèle de Pautrot et du MEF, tandis que pour les autres configurations le modèle CLBT est le plus proche.

L'étude paramétrique effectuée dans cette section a permis d'identifier le modèle analytique le plus fiable : le modèle de Pautrot. On constate aussi que l'utilisation des autres modèles dans quelques configurations est possible. Afin de définir les domaines de validité de chaque modèle, nous étudierons et analyserons les erreurs systématiques relatives aux modèles dans la section suivante.

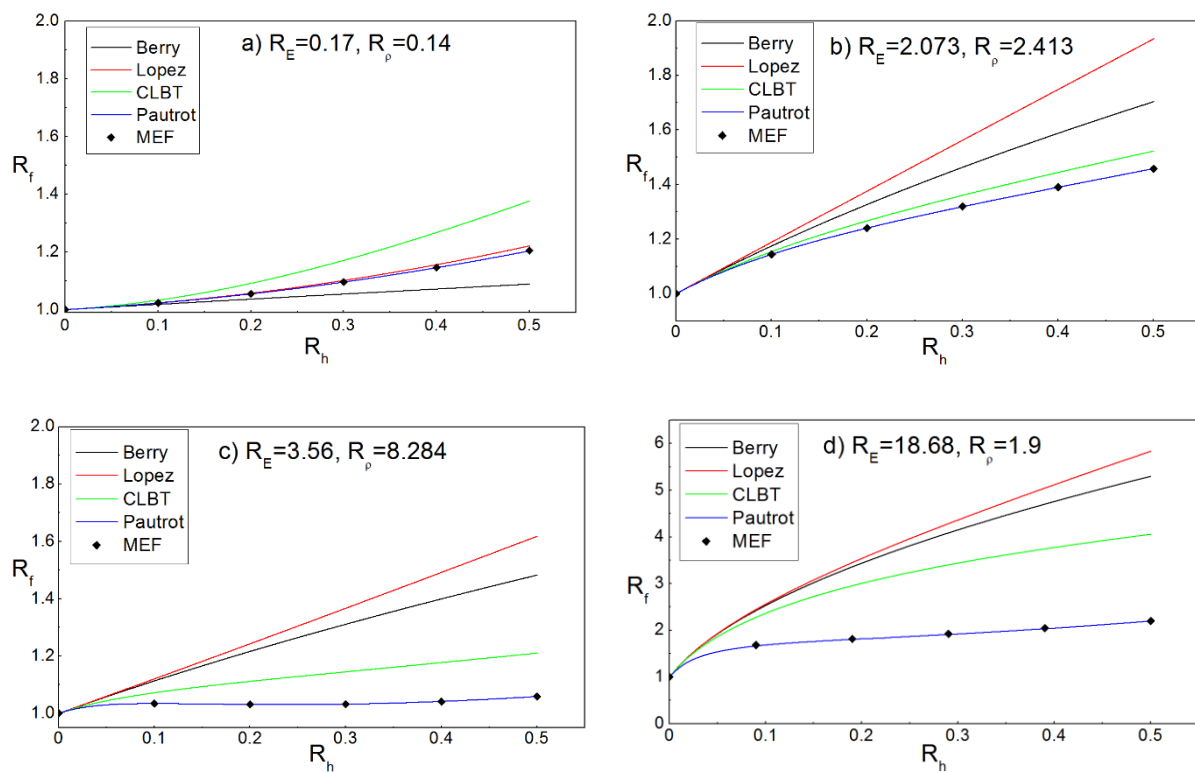


Figure II. 4 : Comparaison paramétrique entre les modèles analytiques et le MEF : a) $R_E = 0.17, R_\rho = 0.14$, b) $R_E = 2.073, R_\rho = 2.413$, c) $R_E = 3.56, R_\rho = 8.284$ et d) $R_E = 18.68, R_\rho = 1.9$

5. Erreurs systématiques relatives à chaque modèle

En métrologie, la justesse est définie comme l'accord entre une valeur mesurée (par exemple une moyenne sur un nombre infini de mesures) et une valeur de référence comme définie dans le vocabulaire international de métrologie [JCGM200, 2012]. Dans le cas des revêtements, la traçabilité aux normes internationales du module d'Young ne peut pas être établie et aucun matériau de référence certifié n'est disponible. Par conséquent, une étude de justesse conforme aux normes internationales est difficile à effectuer. Afin de pouvoir évaluer les erreurs systématiques (de justesse) de chaque modèle, le MEF développé dans la section précédente sera arbitrairement utilisé comme référence.

Une série de simulations numériques a été effectuée en variant le rapport d'épaisseurs R_h entre 0.006 et 0.1, le rapport des modules d'Young R_E entre 0.25 et 8 et le rapport des densités R_ρ entre 0.25 et 16. Les erreurs systématiques des modèles estimées à l'aide de cette série de simulations sont présentées sur les figures II. 5, II. 7 et II. 8. Le terme ΔE_d présenté sur ces figures correspond à la différence entre le modèle analysé sur la figure et le MEF pris comme référence.

La figure II. 5 représente l'évolution de l'erreur systématique du modèle de Lopez en fonction des rapports R_E et R_h . La zone colorée en gris représente une erreur supérieure à 10%. La zone ayant la plus faible erreur, entre 1% et 2%, est située dans un rectangle correspondant à un rapport de modules égal à 1 et un rapport d'épaisseurs égal à 0.02. D'après les calculs, on a aussi remarqué que le modèle de Lopez ne dépend pas du rapport des densités R_ρ ce qui permet de dire que l'erreur de justesse du modèle de Lopez est directement liée au rapport des modules R_E et au rapport des épaisseurs R_h . La figure II. 6 représente l'évolution de la distance normalisée $\frac{e}{h_s}$ en fonction des rapports R_E et R_h . Sur la figure II. 6, on peut remarquer que plus les rapports R_E et R_h augmentent, plus la distance $\frac{e}{h_s}$ s'éloigne de 0.5. Or dans le cas du modèle de Lopez $\frac{e}{h_s}$ est supposé égale à 0.5. Donc, l'augmentation de l'erreur du modèle de Lopez peut être expliquée par l'éloignement de $\frac{e}{h_s}$ de la valeur 0.5. Par exemple sur la figure II. 6, on peut voir que pour des rapports $R_E = 8$ et $R_h = 0.1$ on a la valeur de $\frac{e}{h_s}$ la plus éloigné de 0.5, et de même on a la plus grande erreur sur la figure II. 5 qui correspond à ce jeu de valeurs.

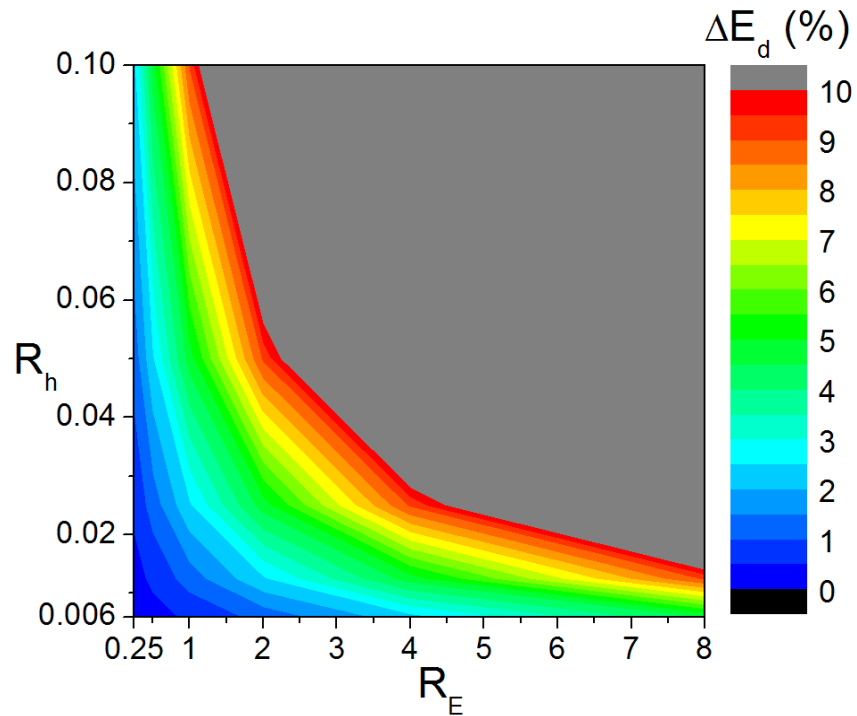


Figure II. 5 : Erreurs systématiques du modèle de Lopez.

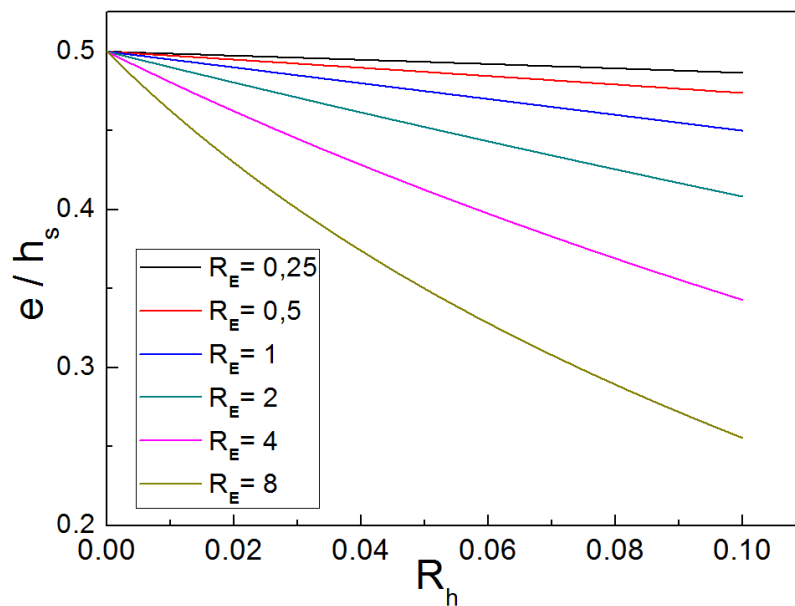
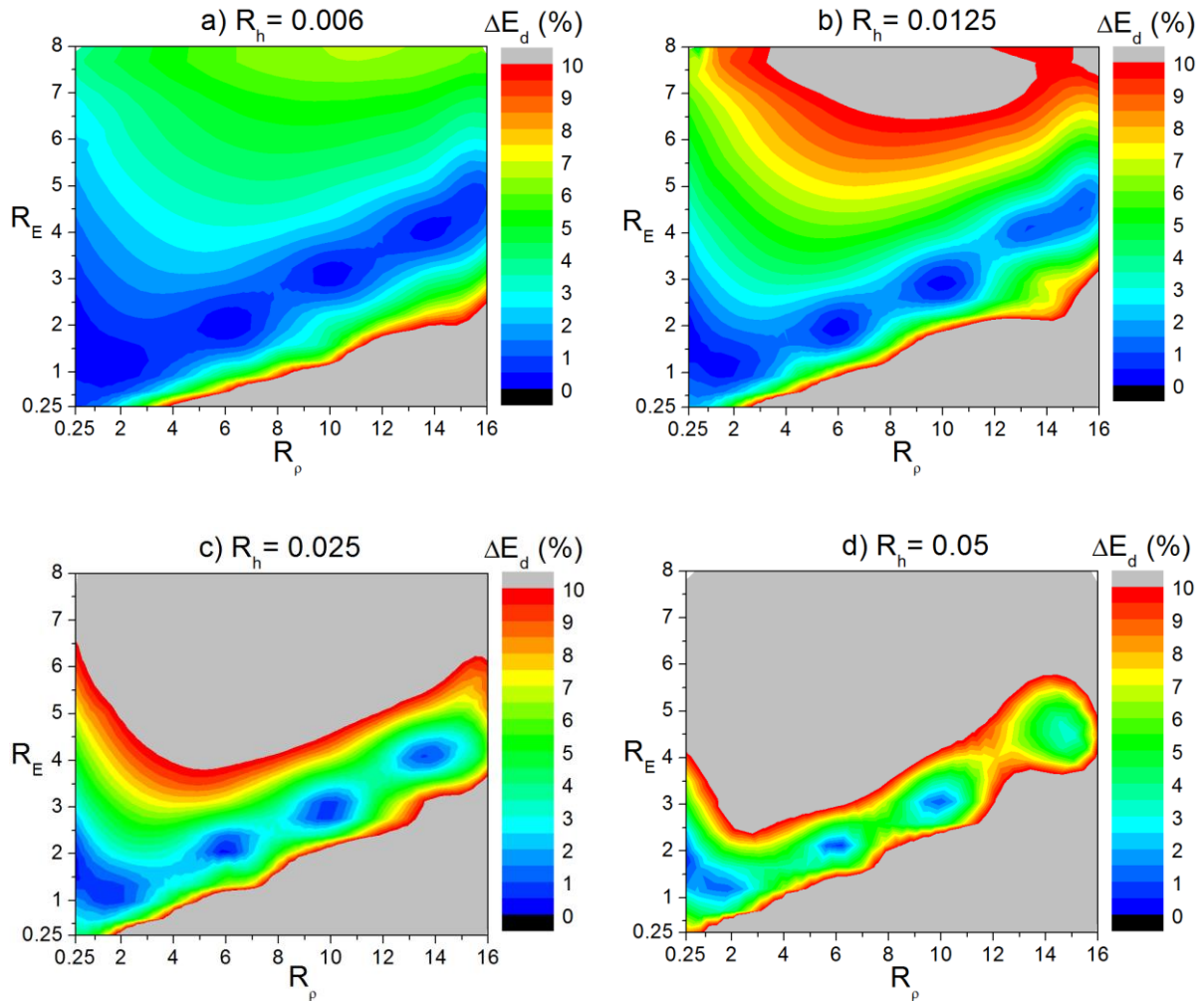


Figure II. 6 : Evolution de la distance normalisée $\frac{e}{h_s}$ en fonction des rapports des modules R_E et des épaisseurs R_h .

L'évolution de l'erreur systématique du modèle de Berry en fonction de R_E , R_ρ et R_h est représentée sur la figure II. 7. Contrairement au modèle de Lopez, l'erreur dépend des trois rapports R_ρ , R_E et R_h . A partir de la figure II. 7 on peut constater que pour des rapports de modules d'Young et des rapports de densités donnés, une augmentation du rapport des

épaisseurs conduit à une augmentation de l'erreur systématique. On peut aussi remarquer qu'une augmentation simultanée des rapports R_E et R_ρ n'entraîne pas forcément une augmentation de l'erreur systématique. Donc, il est intéressant de souligner la possibilité de l'existence d'une compensation de l'erreur systématique suite à l'augmentation parallèle de ces deux rapports. Cependant, il est nécessaire de faire attention aux rapports R_ρ , R_E et R_h avant de choisir le modèle de Berry.



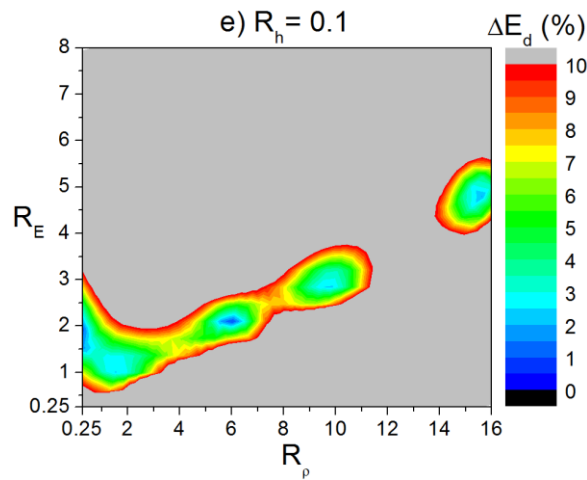


Figure II. 7 : Erreurs systématiques du modèle de Berry : a) $R_h = 0.006$, b) $R_h = 0.0125$, c) $R_h = 0.025$, d) $R_h = 0.05$ et e) $R_h = 0.1$.

La figure II. 8 représente l'évolution de l'erreur systématique du modèle CLBT en fonction des rapports R_h et R_E . Comme le modèle de Lopez, le modèle CLBT ne dépend pas du rapport des densités R_ρ . A partir de la figure II. 8, on peut remarquer que la zone d'erreur optimale ($\approx 1\%$) est centrée autour d'un rapport R_E égal à 1 (quelle que soit la valeur de R_h variée entre 0.006 et 0.10). Ceci est peut être due à l'hypothèse de symétrie sur laquelle se base ce modèle.

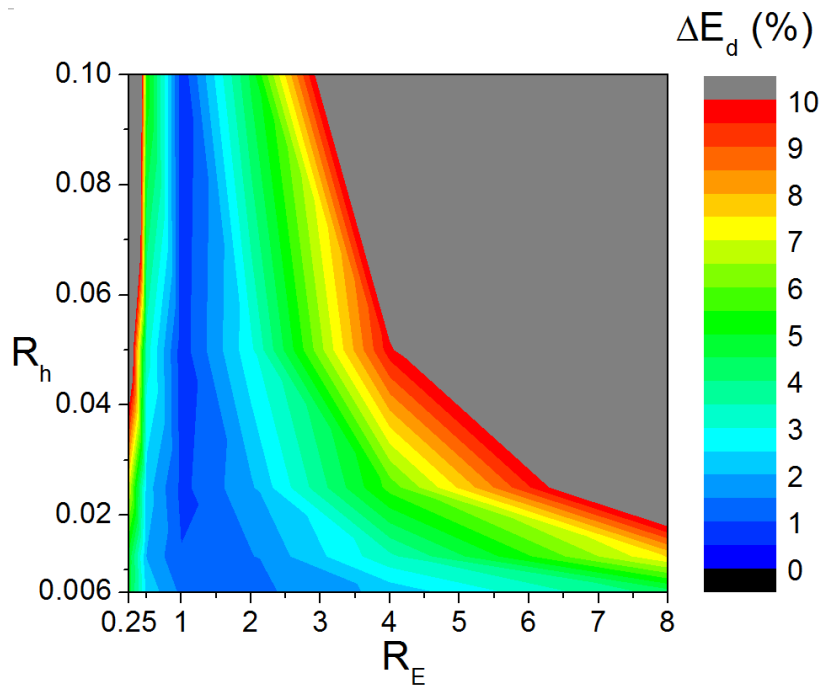


Figure II. 8 : Erreurs systématiques du modèle CLBT.

6. Elaboration des éprouvettes

6.1. Technique de dépôt

La technique de dépôt utilisée durant cette thèse est la pulvérisation cathodique magnétron. Elle fait partie de la famille des dépôts physiques en phase vapeur (PVD), qui regroupe principalement l'évaporation et la pulvérisation cathodique sous toutes ses formes. Le phénomène de pulvérisation cathodique a été observé pour la première fois en 1852 par Grove [Grove, 1852] et proposé par Wright [Wright, 1877] pour l'élaboration de dépôts métalliques. Cette méthode d'élaboration de couches minces est intéressante car elle permet d'obtenir par voie sèche tous types de matériaux sur n'importe quel substrat isolant ou conducteur. Elle peut être utilisée aussi bien pour déposer des métaux purs que des architectures multicouches, des alliages métalliques et des céramiques. En jouant sur les conditions d'élaboration, des matériaux avec des propriétés variées peuvent être déposés.

6.1.1. Pulvérisation cathodique magnétron

La pulvérisation cathodique magnétron est une technique d'élaboration de couches minces sous basse pression. Avant la phase de dépôt, l'enceinte est mise sous vide à l'aide d'une pompe afin de la vider de toute espèce pouvant réagir avec les matières pulvérisées et former des composants non souhaités. Un gaz inerte, généralement de l'argon, est introduit dans l'enceinte puis, à l'aide d'une différence de potentiel créée entre la cathode (la cible) et l'anode (les parois de l'enceinte qui sont reliés à la masse), un plasma partiellement ionisé composé d'électrons, d'ions et d'espèces neutres est formé entre les deux électrodes. Sous l'effet d'un champ électrique local, les ions Ar^+ créés dans la décharge sont accélérés vers la cible polarisée négativement pour entrer en collision avec sa surface (Figure II. 9).

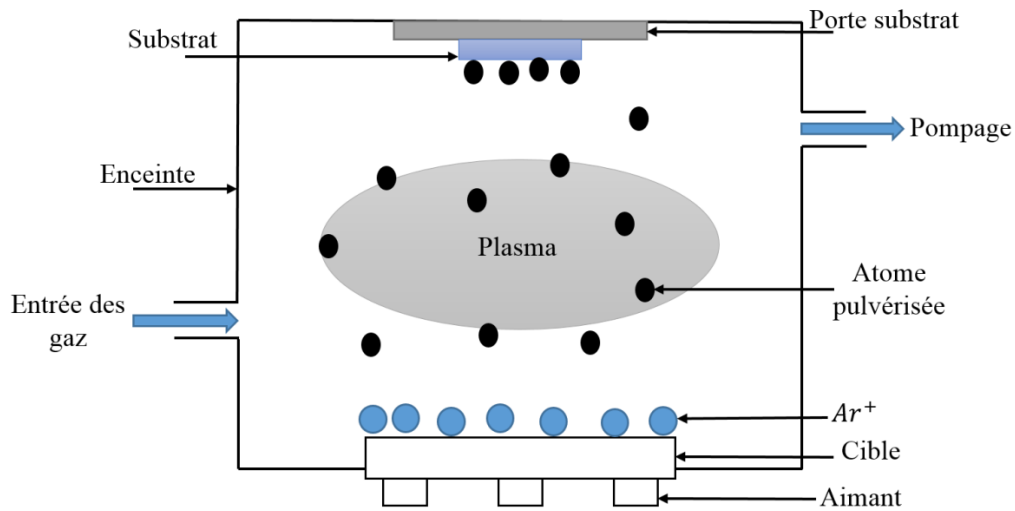


Figure II. 9 : Schématisation de la pulvérisation cathodique magnétron.

Suite à cette collision plusieurs mécanismes peuvent se produire [Billard, 2005] :

- La réflexion élastique de l'ion neutralisé.
- L'implantation de l'ion incident.
- L'émission d'électrons secondaires.
- L'expulsion d'un atome de la surface : c'est la pulvérisation.

Les atomes éjectés de la cible avec une énergie assez suffisante finiront par se heurter à la première surface rencontrée. La croissance d'une couche mince se fait en plusieurs étapes [Pawlowski, 2003] :

- L'arrivée ou l'adsorption des atomes (ou molécules) sur la surface du substrat.
- La diffusion en surface des espèces.
- L'interaction entre les espèces déposées et/ou celles du substrat pour la formation de liaisons stables.
- La nucléation.
- La croissance en volume.
- La diffusion des atomes en volume dans la couche et/ou dans le substrat.

La pulvérisation cathodique magnétron présente plusieurs avantages [Nouveau, 2001] :

- Possibilité de déposer de nombreux matériaux : métaux, alliages, composés réfractaires ou non, conducteurs ou diélectriques.
- Faible température de dépôt.
- Procédé de mieux en mieux contrôlé et adapté pour différentes applications : optiques, mécaniques, électriques et décoration.
- Possibilité d'obtention de matériaux de propriétés variées en jouant sur les conditions d'élaboration.

6.1.2. Conditions d'élaboration

Une couche mince d'aluminium a été déposée, à température ambiante, par pulvérisation cathodique magnétron, sur un substrat d'acier 316L. Avant la phase de pulvérisation, un vide de l'ordre de $10^{-5} Pa$ a été créé à l'intérieur de l'enceinte grâce à un système de pompage constitué d'une pompe primaire et une pompe secondaire turbomoléculaire. Après pompage, l'enceinte est remplie d'argon envoyé avec un débit constant égal à 20 *sccm* (*Sccm* : débit volumique de gaz à des conditions standard de température et de pression exprimé en cm^3/min) ce qui ramène la pression dans l'enceinte à une pression égale à 0,2 *Pa*. Une décharge d'intensité de 2.5 *A* a été appliquée, à l'aide d'un générateur continu pulsé (Advanced Energy Pinnacle), à une cible circulaire d'aluminium ayant une pureté de 99.99%, un diamètre de 200 *mm* et une épaisseur de 6 *mm*. Afin d'assurer l'homogénéité du dépôt, le porte substrat a été animé en rotation tout en fixant une distance entre les substrats et la cible de l'ordre de 11 *cm*. Les substrats ont les dimensions suivantes : une longueur $l = 70.5 mm$, une largeur $b = 15.68 mm$ et une épaisseur $h_s = 0.98 mm$. Avant d'être mis dans l'enceinte, les substrats ont été nettoyés à l'éthanol puis à l'acétone et séchés à l'air chaud. Le dépôt a une épaisseur $h_c = 6.712 \mu m$, la même longueur et la même largeur que le substrat.

7. La technique d'excitation impulsionnelle (TEI)

Le principe et les bases théoriques de la TEI ont été abordés précédemment. Dans cette section on s'attachera à présenter le dispositif expérimental et les manipulations à faire pendant la campagne d'essais, figures II. 11 et II. 12.

Afin de stabiliser la température des composants électroniques, l'appareil est allumé une demi-heure avant de commencer les expériences. Avant de lancer l'essai, l'échantillon est placé sur un support au niveau des nœuds naturels de vibration d'une poutre soumise à des conditions aux limites « libre-libre » (Figures II. 11 et II. 12). Le support doit servir à maintenir et à isoler l'échantillon des vibrations extérieures sans influencer les modes de vibration recherchés. Le matériau du support peut être rigide ou souple. Généralement deux types de supports sont utilisés :

i) une mousse avec une très faible rigidité mais avec laquelle on aura une surface de contact assez étendue entre le support et l'échantillon (Figure II. 10).

ii) des fils positionnés aux nœuds naturels de vibration (Figure II. 11).

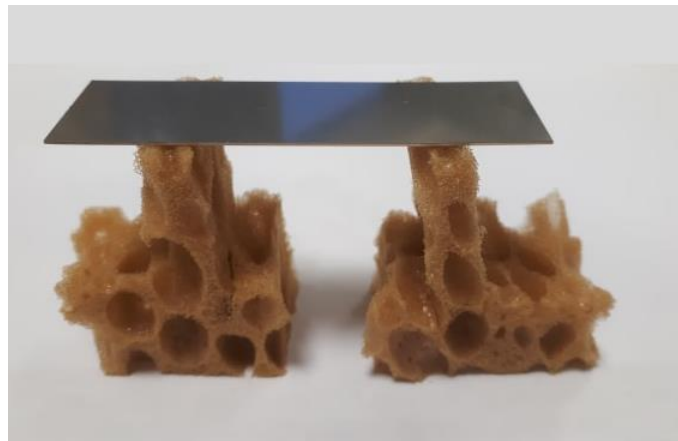


Figure II. 10 : Support en mousse.

Plus d'explications concernant la procédure peuvent être trouvées dans la bibliographie [ASTM E1876, 2015 ; Lord, 2017].

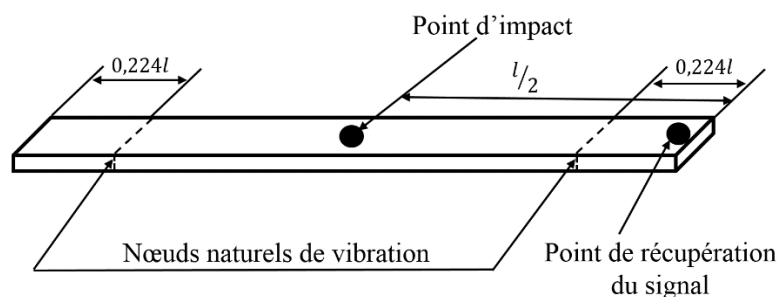


Figure II. 11 : Positionnement de l'éprouvette en mode de flexion.

Les mesures de fréquences de résonance ont été faites à l'aide d'un système d'analyse de signal professionnel RFDA (Resonance Frequency and Damping Analysis) construit par

l'entreprise IMCE (Genk, Belgique), figure II. 12. Le dispositif expérimental est équipé d'un transducteur RFDA, une unité d'excitation automatique, un microphone capable de détecter des fréquences de l'ordre de 100 kHz, un support universel et un ordinateur équipé du logiciel RFDA.

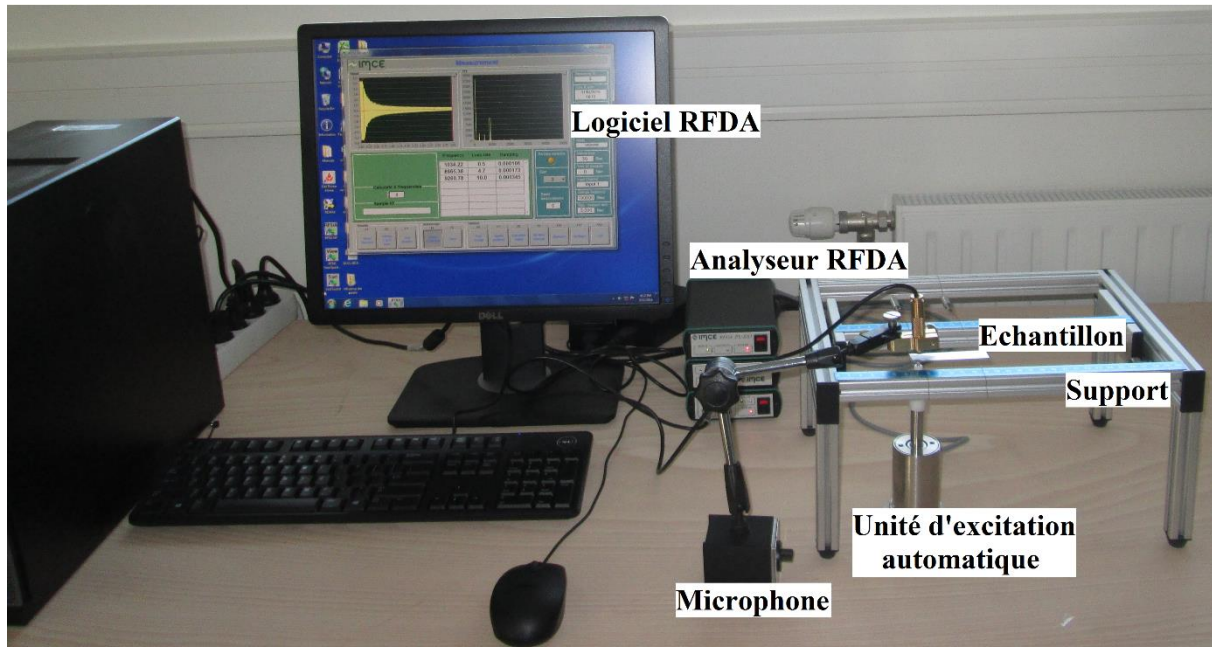


Figure II. 12 : Dispositif utilisé pour la TEI.

La figure II. 13 représente les deux fréquences fondamentales de résonance du substrat nu (acier inoxydable 316L) et du substrat revêtu (316L + dépôt d'aluminium) mesurées à l'aide du dispositif présenté sur la figure II. 12. La fréquence de résonance du substrat ($f_s = 1026.52 \text{ Hz}$) a été utilisée pour déterminer le module d'Young du substrat à l'aide de l'équation II. 3 et le rapport des deux fréquences a été utilisé pour déterminer le module d'Young du dépôt d'aluminium à l'aide des équations II. 12, II. 19, II. 24 et II. 26. Les valeurs des fréquences et des modules d'Young sont présentées dans le tableau II. 3. D'après le tableau II. 3, on peut voir que comme évoqué précédemment les modules d'Young calculés avec les différents modèles sont différents.

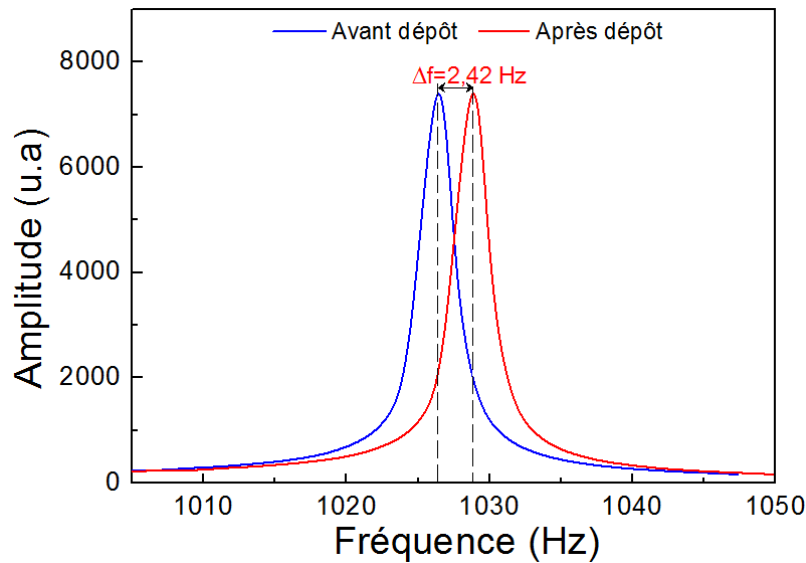


Figure II. 13 : Fréquences fondamentales de résonance avant et après dépôt.

Tableau II. 3 : Fréquences et modules d'Young.

| Fréquence avant dépôt (Hz) | Fréquence après dépôt (Hz) | Module d'Young du substrat (GPa) | Module d'Young du dépôt d'aluminium (GPa) | | | |
|----------------------------|----------------------------|----------------------------------|---|-------|---------|-------|
| | | | Lopez | Berry | Pautrot | CLBT |
| 1026.52 | 1028.94 | 198.77 | 67.48 | 68.40 | 67.73 | 65.66 |

8. Analyse d'incertitude

L'analyse d'incertitude a été effectuée en se basant sur la méthodologie référencée dans les documents de métrologie : le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) (Guide to the expression of Uncertainty in Measurement) [JCGM 100:2008] et la norme de vocabulaire international de métrologie [JCGM200, 2012]. L'incertitude-type évaluée sur une quantité x , notée $u(x)$, est calculée à partir d'une série de mesures à partir de différentes hypothèses ou à l'aide de l'équation de propagation des incertitudes.

Le mesurande dans cette étude est le module d'Young du film d'aluminium. Dans cette analyse d'incertitude nous avons négligé :

- ✓ Les incertitudes définitionnelle et instrumentale, l'incertitude définitionnelle représente la composante de l'incertitude résultant de la quantité finie de détails dans la définition d'un mesurande [JCGM200, 2012] et l'incertitude instrumentale

représente la composante de l'incertitude de mesure qui provient du système de mesure utilisé [JCGM200, 2012].

- ✓ Les fluctuations dues au procédé d'élaboration.
- ✓ Les effets de texture et tout autre effet qui peut provenir de l'anisotropie élastique.
- ✓ Les incertitudes dues au système de mesure, comme celles causées par le programme de calcul du Transformé de Fourier Rapide et de discrétisation du signal.

On peut noter que la méthodologie du GUM [JCGM 100, 2008] peut être critiquée par des experts en métrologie, cependant cette méthodologie est assez commode ce qui facilite son application par des utilisateurs non experts en métrologie et permet d'aller plus loin qu'une simple étude de répétabilité.

Afin de traiter toutes sources d'incertitudes influant sur la mesure du module d'Young du substrat et du dépôt avec TEI, deux types de composantes d'incertitudes seront analysées :

- Les composantes d'incertitudes qui apparaissent dans les expressions analytiques et qui peuvent être calculées avec l'équation de propagation d'incertitude, comme dans l'étude faite par Bullough [Bullough, 2000].

- Les composantes qui n'apparaissent pas explicitement dans les expressions analytiques et qui sont généralement liées à l'appareil et à la technique de mesure.

Dans cette étude, l'incertitude liée à la fréquence sera quantifiée expérimentalement en étudiant sa répétabilité et d'autres facteurs qui seront présentés dans la section suivante. Il s'agit toujours de l'incertitude-type, correspondante à la valeur de l'écart-type de la distribution des valeurs. Cette distribution peut être observée sur une série de mesure, ou bien supposée (uniforme, triangulaire...) lorsqu'on ne dispose que d'un intervalle plausible de variation de la grandeur.

8.1. Evaluation de l'incertitude liée à la fréquence

8.1.1. Répétabilité

Le dispositif expérimental représenté sur la figure II. 12 a été utilisé pour déterminer les quatre premières fréquences de résonance du substrat de 316L dont les dimensions ont été données dans la section 6. Les fils de nylon fournis avec le système ont été utilisés comme support. Afin d'exciter correctement les modes désirés, les fils ont été positionnés au niveau des nœuds naturels de vibration de chacun des quatre modes [Lord, 2007]. Le microphone a été placé à une distance de 5 mm de l'éprouvette. Un angle de 0° a été gardé entre les fils et les lignes nodales de vibrations naturelles de l'échantillon. Chaque mesure a été répétée une trentaine de fois. La valeur moyenne des fréquences mesurées pour chaque mode de vibration et leurs incertitudes de répétabilité sont présentées dans le tableau II. 4. L'incertitude u_{rep} a été calculée en utilisant l'équation II. 30.

$$u_{rep} = \frac{\sigma_{exp}}{\sqrt{j}} \quad (\text{II. 30})$$

Avec j le nombre de mesure et σ_{exp} est l'écart type.

Tableau II. 4 : Incertitude de répétabilité correspondant aux mesures des fréquences des quatre premiers modes de vibration.

| Mode | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) | u_{rep} (Hz) |
|------|-------------------------------------|----------------|
| 1 | 1032.990 | 0.018 |
| 2 | 2852.740 | 0.048 |
| 3 | 5599.100 | 0.077 |
| 4 | 9252.200 | 0.025 |

8.1.2. Position du microphone

Afin d'étudier l'influence de la position du microphone sur la mesure de la fréquence, il a été placé à deux distances différentes de 5 mm et 10 mm par rapport à l'échantillon. L'angle

entre les lignes nodales de vibrations naturelles et les fils a été maintenu à 0°. Les valeurs moyennes des fréquences mesurées et les incertitudes correspondant aux deux positions testées sont présentées dans le tableau II. 5. Etant donné que la différence entre les deux configurations Δf_{posit} est supérieure à l'incertitude de répétabilité, l'influence de la position du microphone a été jugée comme significative et sera prise en compte dans le calcul de l'incertitude. En supposant que l'erreur causée par la position du microphone peut être représentée par une fonction de distribution uniforme, l'incertitude qui en découle peut être calculée à l'aide de l'équation II. 31.

$$u_{posit} = \frac{\Delta f_{posit}}{2\sqrt{3}} \quad (\text{II. 31})$$

Tableau II. 5 : Incertitude liée à la position du microphone.

| Mode | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) ($d = 5 \text{ mm}$) | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) ($d = 10 \text{ mm}$) | Δf_{posit} (Hz) | u_{posit} (Hz) |
|------|--|---|-------------------------|------------------|
| 1 | 1032.990 | 1033.054 | 0.064 | 0.018 |
| 2 | 2852.740 | 2852.880 | 0.140 | 0.040 |
| 3 | 5599.100 | 5599.180 | 0.080 | 0.023 |
| 4 | 9252.200 | 9252.660 | 0.460 | 0.133 |

8.1.3. Désalignement entre les nœuds de vibration naturels et les fils

Afin d'étudier l'effet du désalignement entre les lignes nodales de vibrations naturelles et les fils, un angle de 5° entre les fils et les lignes nodales a été formé volontairement tout en gardant une distance de 5mm entre le microphone et l'échantillon (Figure II. 14). Par comparaison entre les valeurs de fréquences mesurées pour un angle de 0° et un angle de 5°, l'incertitude causée par le désalignement a été jugée comme significative car la différence de fréquence mesurée entre les deux configurations est supérieure à l'incertitude de répétabilité. Les fréquences mesurées, la différence de fréquences entre les deux configurations Δf_{align} et l'incertitude correspondante au désalignement sont présentées dans le tableau II. 6. L'incertitude u_{align} a été calculée de la même manière que dans la section précédente (équation II. 32).

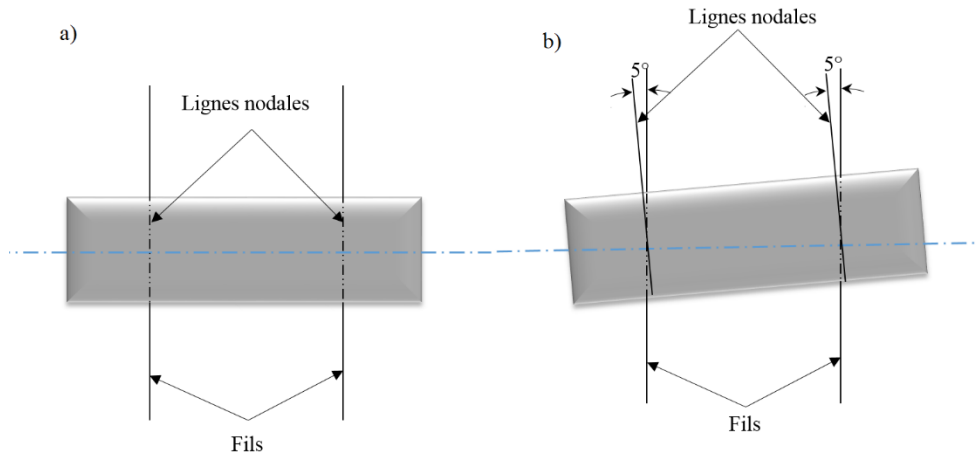


Figure II. 14 : Angle entre les fils et les lignes nodales : a) 0°, b) 5°.

$$u_{align} = \frac{\Delta f_{align}}{2\sqrt{3}} \quad (\text{II. 32})$$

En effet, un désalignement de 5° est facile à repérer et, en pratique, l'incertitude correspondante sera certainement plus faible. Ici, le désalignement a été exagéré pour le rendre détectable.

Tableau II. 6 : Incertitude de mesure due au désalignement entre les fils et les lignes nodales de vibration.

| Mode | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) ($\theta = 0^\circ$) | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) ($\theta = 5^\circ$) | Δf_{align} | u_{align} |
|------|--|--|--------------------|-------------|
| 1 | 1032.990 | 1033.160 | 0.170 | 0.049 |
| 2 | 2852.740 | 2853.100 | 0.360 | 0.104 |
| 3 | 5599.100 | 5599.700 | 0.600 | 0.173 |
| 4 | 9252.200 | 9252.600 | 0.400 | 0.115 |

8.1.4. Supports

Dans les modèles mécaniques utilisés, l'éprouvette est supposée en vibration libre (conditions aux limites « libre-libre »). Cependant, cette configuration est difficile à réaliser en pratique et plusieurs solutions ont été adoptées afin de se rapprocher le plus possible de cette configuration. Afin d'étudier l'influence du type du support utilisé, quatre supports de différentes natures ont été utilisés : des fils de nylon (support universel fourni avec l'appareil), des fils de cuivre, du caoutchouc et de la mousse. Les fréquences de résonance mesurées à l'aide des quatre supports sont présentées dans le tableau II. 7. On constate que les quatre supports testés permettent de faire résonner les modes souhaités mais qu'ils perturbent légèrement la fréquence. Les supports plans (caoutchouc, mousse) donnent systématiquement une fréquence plus élevée que les fils de nylon. Les fils de cuivre donnent également une fréquence plus élevée que les fils de nylon, sauf pour le mode 4. En l'état actuel, il n'est pas possible d'affirmer que l'un des supports se rapproche plus que les autres du mode libre-libre. Dans la suite de l'étude, on gardera les fils de nylon et on fera l'hypothèse que la condition libre-libre est située dans l'intervalle de $\pm\Delta f_{supp}$ avec une probabilité uniforme. La différence Δf_{supp} est prise comme étant le plus grand écart entre la fréquence mesurée avec le support universel et les autres fréquences. Etant donné que cette différence est supérieure à l'incertitude de répétabilité, elle sera prise en compte dans le calcul de l'incertitude de la fréquence. L'incertitude u_{supp} a été calculée de la même manière que dans les sections précédentes (équation II. 33).

$$u_{supp} = \frac{\Delta f_{supp}}{2\sqrt{3}} \quad (\text{II. 33})$$

Tableau II. 7 : Moyenne des fréquences mesurées et incertitudes liées aux différents supports.

| Mode | Valeur moyenne de la fréquence (Hz) | | | | Δf_{supp} (Hz) | u_{supp} (Hz) |
|------|-------------------------------------|-----------------|---------------------|-------------|---------------------------|-----------------|
| | Fils de nylon (Hz) | Caoutchouc (Hz) | Fils de cuivre (Hz) | Mousse (Hz) | | |
| 1 | 1032.990 | 1033.200 | 1033.100 | 1033.350 | 0.360 | 0.104 |
| 2 | 2852.740 | 2852.900 | 2852.990 | 2853.030 | 0.290 | 0.084 |
| 3 | 5599.100 | 5599.660 | 5599.500 | 5599.500 | 0.560 | 0.162 |
| 4 | 9252.200 | 9252.440 | 9252.110 | 9252.250 | 0.330 | 0.095 |

8.1.5. Incertitude liée à la fréquence

L'incertitude de la fréquence $u(f_s)$ peut être calculée en additionnant les variances, (carré des incertitudes types (équation II. 34), des quantités qui ont été évaluées dans les sections précédentes. On suppose les contributions de chaque source non corrélées entre elles. Le tableau II. 8 représente la contribution de chacune des sources d'erreur à l'incertitude de la fréquence. On peut remarquer que les plus grandes contributions sont celles dues au support et au désalignement. La contribution des deux autres sources est minime et est de l'ordre de 5% de la variance totale.

$$u(f_s) = \sqrt{u_{rep}^2 + u_{posit}^2 + u_{align}^2 + u_{supp}^2} = 0.115 \text{ Hz} \quad (\text{II. 34})$$

Tableau II. 8 : Contribution de chacune des sources d'erreur à l'incertitude de la fréquence de résonance fondamentale.

| Source d'incertitude | Contribution (%) |
|------------------------|------------------|
| Répétabilité | 2.5 |
| Position du microphone | 2.6 |
| Désalignement | 19 |
| Support | 75.9 |

8.2. Incertitudes de mesures : Module d'Young du substrat et du dépôt

Dans cette section toutes les incertitudes liées aux différentes grandeurs apparentes dans l'équation II. 3 seront explicitées. L'incertitude globale du module d'Young du substrat sera calculée à l'aide de l'équation de propagation d'incertitude donnée dans le GUM [JCGM 100, 2008] en supposant que la covariance entre les différentes quantités de l'équation II. 3 est nulle :

$$\begin{aligned}
 u(E_s)^2 = & \left(\frac{\partial E_s}{\partial k_1}\right)^2 u(k_1)^2 + \left(\frac{\partial E_s}{\partial k_2}\right)^2 u(k_2)^2 + \left(\frac{\partial E_s}{\partial f_s}\right)^2 u(f_s)^2 \\
 & + \left(\frac{\partial E_s}{\partial \rho_s}\right)^2 u(\rho_s)^2 + \left(\frac{\partial E_s}{\partial l}\right)^2 u(l)^2 + \left(\frac{\partial E_s}{\partial h_s}\right)^2 u(h_s)^2
 \end{aligned} \tag{II. 35}$$

La nullité de la covariance est garantie, ici, par l'utilisation de moyens de mesure indépendants dont les fluctuations aléatoires ne peuvent pas être corrélées physiquement (microphone pour la fréquence, pesée pour la masse volumique, mesure dimensionnelle à l'aide d'un pied à coulisse pour la longueur, la largeur et l'épaisseur du substrat et MEB pour l'épaisseur du dépôt). Cependant, dans le cas de la masse volumique, les dimensions qui ont servi pour calculer le module d'Young ont également été utilisées pour calculer la masse volumique. La covariance résultante de cette corrélation n'a pas été prise en compte. L'incertitude liée à la fréquence est donnée dans la section 8.1.5 est égale à $u(f) = 0.115 \text{ Hz}$.

8.2.1. Incertitude liée aux constantes k_1 et k_2

Les deux constantes k_1 et k_2 respectivement présentes dans les équations II. 3 et II. 5 ont été tronquées. En supposant que la valeur de k_1 est comprise entre 0.94645 et 0.94655 et que la valeur de k_2 est comprise entre 6.5845 et 6.5855. Les incertitudes liées à ces deux constantes peuvent être calculées comme suit :

$$u(k_1) = \frac{0.0001}{2\sqrt{3}} = 2.8 \times 10^{-5} \quad (\text{II. 36})$$

$$u(k_2) = \frac{0.001}{2\sqrt{3}} = 2.8 \times 10^{-4} \quad (\text{II. 37})$$

Il est à noter que les incertitudes liées aux deux constantes k_1 et k_2 n'ont pas une origine physique et qu'elles sont dues à l'obligation de tronquer les constantes à un nombre de chiffres bien définis après la virgule. L'analyse d'incertitude effectuée dans le reste de cette section montrera que l'incertitude due à ces deux constantes peut être négligée à l'égard des autres incertitudes.

8.2.2. Incertitudes liées aux dimensions

Les dimensions du substrat ont été relevées sur dix endroits différents. Sa masse a été mesurée en utilisant une balance de précision Sartorius. Sa densité a été évaluée à l'aide de sa masse et ses dimensions : on obtient $\rho_s = 7738 \text{ Kg/m}^3$.

Après dépôt, la masse du composite (substrat + dépôt) a été mesurée. L'épaisseur du dépôt a été relevée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) sur dix endroits différents. La figure II. 15 représente une image MEB de la section transversale du film d'aluminium où on peut remarquer une épaisseur régulière tout au long de la section observée. La masse du dépôt est déduite à partir de la différence de masse entre deux pesées faites avant et après dépôt. La densité du film a été calculée à l'aide des dimensions et de la masse du dépôt : $\rho_d = 2655 \text{ Kg/m}^3$.

Les incertitudes liées aux dimensions du substrat et du film ont été évaluées selon la méthode de type A d'évaluation d'incertitude en calculant l'écart type correspondant à la série de mesures effectuées [JCGM 100, 2008]. Les incertitudes correspondantes à ces dimensions sont présentées dans le tableau II. 9.

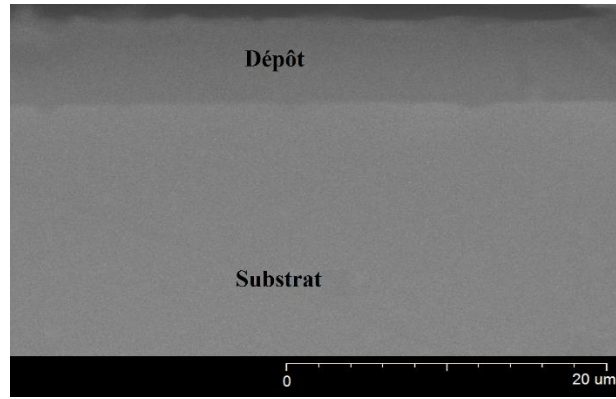


Figure II. 15 : Image MEB de la section transversale du film d'aluminium.

Tableau II. 9 : Dimensions du substrat et du film et leurs incertitudes.

| Dimensions | Moyenne (mm) | Incertitude (mm) |
|------------|--------------|------------------|
| l | 70.500 | 0.017 |
| b | 15.6800 | 0.0097 |
| h_s | 0.9800 | 0.0048 |
| h_d | 0.006712 | 0.000171 |

8.2.3. Incertitudes liées aux masses volumiques

Les incertitudes liées aux masses volumiques sont calculées en fonction des masses et des dimensions du substrat et du film. L'incertitude liée à la masse a été évaluée selon une méthode de type B d'évaluation d'incertitude en se basant sur les documents techniques de la balance Sartorius utilisée ($u(m) = 1 \text{ mg}$). Les incertitudes liées aux masses volumiques ont été calculées comme suit [JCGM 100, 2008] :

$$u(\rho_s)^2 = \left(\frac{\partial \rho_s}{\partial m_s}\right)^2 u(m_s)^2 + \left(\frac{\partial \rho_s}{\partial h_s}\right)^2 u(h_s)^2 + \left(\frac{\partial \rho_s}{\partial l}\right)^2 u(l)^2 + \left(\frac{\partial \rho_s}{\partial b}\right)^2 u(b)^2 \quad (\text{II. 38})$$

$$u(\rho_s) = 39 \text{ kg/m}^3$$

$$u(\rho_d)^2 = \left(\frac{\partial \rho_d}{\partial m_d}\right)^2 u(m_d)^2 + \left(\frac{\partial \rho_d}{\partial h_d}\right)^2 u(h_d)^2 + \left(\frac{\partial \rho_d}{\partial l}\right)^2 u(l)^2 + \left(\frac{\partial \rho_d}{\partial b}\right)^2 u(b)^2 \quad (\text{II. 39})$$

$$u(\rho_d) = 149 \text{ kg/m}^3$$

8.2.4. Incertitude sur le module d'Young du substrat

L'incertitude de mesure du module d'Young du substrat a été calculée à l'aide de l'équation II. 35. Le tableau II. 10 présente l'incertitude du module d'Young du substrat et la contribution de chacune des sources d'erreur. A partir du tableau II.10, on peut constater que les plus importantes contributions sont celles de l'épaisseur (79%) et de la masse volumique (20%). Les autres quantités peuvent être négligées. Donc pour améliorer la précision de la mesure, il est conseillé de donner plus d'importance à la mesure de l'épaisseur et de la masse volumique de l'éprouvette. L'incertitude globale est de l'ordre de 2.2 *GPa* ce qui représente 1% de la valeur du module d'Young du substrat de 316L pris comme exemple dans cette étude. Les contributions en *GPa* (tableau II. 10) sont calculées à l'aide du pourcentage des contributions de chaque erreur.

Tableau II. 10 : Incertitudes du module d'Young du substrat et contribution de chacune des sources d'erreur dans l'équation II. 35.

| Quantité | | Incertitude (GPa) | Contribution (%) |
|------------------|--------|------------------------|---------------------|
| k_1 | | $1.6 \cdot 10^{-5}$ | $7.1 \cdot 10^{-4}$ |
| k_2 | | $5.2 \cdot 10^{-11}$ | $2.4 \cdot 10^{-9}$ |
| ρ_s | | 0.44 | 20.2 |
| f_s | source | Répétabilité | $2.2 \cdot 10^{-5}$ |
| | | Position du microphone | $2.3 \cdot 10^{-5}$ |
| | | Désalignement | $1.7 \cdot 10^{-4}$ |
| | | Support | $6.7 \cdot 10^{-4}$ |
| | | Total pour f_s | $8.8 \cdot 10^{-4}$ |
| l | | 0.017 | 0.76 |
| h_s | | 1.7 | 79 |
| Total pour E_s | | 2.20 | 100 |

8.2.5. Incertitude du module d'Young du film

Dans cette section, l'incertitude de mesure du module d'Young sera calculée à l'aide de l'équation de propagation d'incertitude comme indiqué dans le GUM [JCGM 100, 2008] pour tous les modèles présentés dans ce chapitre (Berry, Lopez, Pautrot et CLB). La comparaison des incertitudes générées par chacun des modèles nous permettra de juger s'il est préférable d'utiliser un modèle plus simple (Berry ou Lopez) pour des configurations où l'erreur de justesse correspondante à ce modèle est négligeable, car il est possible qu'un modèle plus précis soit moins stable qu'un modèle simplifié et pourra générer une incertitude plus importante. Dans le calcul de l'incertitude du module d'Young du film, l'incertitude sur la fréquence sera traitée d'une manière différente. Etant donné que le même support est utilisé pour les deux mesures de la fréquence du substrat nu et du substrat avec dépôt, l'erreur qui lui correspond sera considérée comme systématique puisqu'elle provoquera le même décalage

pour les deux fréquences. Par suite, l'erreur due au support sera directement intégrée au sein de différents modèles par l'intermédiaire du rapport des fréquences R_f :

$$R_f = \frac{f_t + \Delta f_{supp}}{f_s + \Delta f_{supp}} \quad (\text{II. 40})$$

Selon l'équation II. 40, l'erreur est considérée comme additive et ne peut pas être simplifiée. Par ailleurs, le module d'Young du film peut être exprimé comme suit :

$$E_d = E_s F(f_t, f_s, h_d, h_s, \rho_d, \rho_s, \Delta f_{supp}) \quad (\text{II. 41})$$

Avec F une fonction dépendante du modèle (Berry, Lopez, Pautrot, CLBT).

Du fait que Δf_{supp} est nettement inférieur à f_s et f_t , la fonction F peut être simplifiée par un développement limité au premier ordre. Après calcul, il s'est avéré que l'erreur systématique générée par le support est de l'ordre de $5 \times 10^{-3}\%$. En se basant sur ce résultat, l'erreur due au support ne sera finalement pas prise en compte dans le calcul de l'incertitude du module d'Young du dépôt et ne sera gardée que dans le calcul de l'incertitude du module d'Young du substrat. L'incertitude du module d'Young du film et la contribution de chacune des sources d'erreurs sont représentées dans le tableau II. 11.

Dans le cas étudié dans ce chapitre, l'incertitude globale est de l'ordre de 2.4 GPa , ce qui représente 3.5% de la valeur du module d'Young du film pris comme exemple ($E_{Al} \approx 67 \text{ GPa}$). A partir du tableau II. 11, on peut remarquer que les sources d'erreur qui contribuent le plus à l'incertitude du module d'Young du film sont par ordre décroissant : la masse volumique du dépôt ρ_c ($\approx 28\%$), l'épaisseur du dépôt h_c ($\approx 21\%$), la fréquence du substrat nu f_s ($\approx 20\%$), la fréquence du substrat avec dépôt f_t ($\approx 20\%$) et le module d'Young du substrat E_s ($\approx 10\%$). Contrairement au cas du substrat, l'incertitude sur la fréquence joue un rôle non négligeable dans l'incertitude de la mesure du module d'Young du film et passe de 0.04% à 20% . Ceci peut être expliqué par la faible différence entre les deux fréquences (substrat nu et substrat revêtu) (Figure II. 13). Il est aussi intéressant de noter que l'incertitude globale générée par les différents modèles est du même ordre de grandeur, tout comme les contributions des différentes sources d'incertitude.

Chapitre II : Détermination du module d'Young en utilisant la TEI : Etude de modèles et des incertitudes de mesures

Par conséquent, cette étude nous permet de conclure qu'il est préférable d'utiliser le modèle de Pautrot dans tous les cas. En effet, sa justesse est meilleure que les autres modèles et son incertitude est similaire à celle des autres modèles.

Tableau II. 11 : Incertitude du module d'Young du dépôt et la contribution de chacune des sources d'erreur.

| Quantité | | Pautrot | | Lopez | | Berry | | CLBT | |
|------------------|------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | | GPa | % | GPa | % | GPa | % | GPa | % |
| E_s | | 0.236 | 9.90 | 0.234 | 9.90 | 0.237 | 9.90 | 0.236 | 9.90 |
| ρ_c | | 0.676 | 28.39 | 0.670 | 28.33 | 0.669 | 28.34 | 0.674 | 28.33 |
| ρ_s | | 0.0052 | 0.22 | 0.0051 | 0.22 | 0.0052 | 0.22 | 0.0052 | 0.22 |
| f_t | Répétabilité | 0.048 | 2.01 | 0.047 | 2.01 | 0.048 | 2.02 | 0.048 | 2.01 |
| | Position du microphone | 0.050 | 2.12 | 0.050 | 2.12 | 0.051 | 2.12 | 0.050 | 2.12 |
| | Désalignement | 0.368 | 15.51 | 0.365 | 15.48 | 0.370 | 15.49 | 0.3663 | 15.51 |
| | Total pour f_t | 0.467 | 19.64 | 0.463 | 19.61 | 0.469 | 19.62 | 0.464 | 19.65 |
| f_s | Répétabilité | 0.048 | 2.03 | 0.048 | 2.02 | 0.048 | 2.02 | 0.048 | 2.02 |
| | Position du microphone | 0.051 | 2.13 | 0.050 | 2.13 | 0.051 | 2.13 | 0.051 | 2.13 |
| | Désalignement | 0.371 | 15.58 | 0.367 | 15.55 | 0.371 | 15.55 | 0.370 | 15.56 |
| | Total pour f_s | 0.470 | 19.74 | 0.465 | 19.70 | 0.470 | 19.70 | 0.469 | 19.71 |
| h_d | | 0.505 | 21.20 | 0.503 | 21.31 | 0.509 | 21.30 | 0.505 | 21.20 |
| h_s | | 0.022 | 0.91 | 0.022 | 0.91 | 0.022 | 0.92 | 0.022 | 0.90 |
| Total pour E_c | | 2.38 | 100 | 2.36 | 100 | 2.39 | 100 | 2.38 | 100 |

9. Conclusions

Ce chapitre a été consacré à la mise en place de la détermination du module d'Young d'un revêtement par la Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI). En premier lieu, une étude bibliographique a permis :

- d'illustrer les modèles mécaniques de la bibliographie utilisés pour déterminer le module d'Young des films minces.
- de mettre l'accent sur le manque d'informations pour choisir un modèle particulier parmi les modèles existants.
- de constater l'inexistence d'une étude complète d'incertitude.

En deuxième lieu, une comparaison paramétrique entre un modèle éléments finis (MEF), développé dans ce chapitre, et les modèles de la littérature a permis d'identifier le modèle le plus fiable quels que soient les rapports R_E , R_h et R_ρ : le modèle de Pautrot. Les erreurs systématiques générées par les modèles à cause de différentes hypothèses ont été évaluées en prenant comme référence arbitraire le modèle MEF. Il s'est avéré que l'erreur générée par le modèle de Berry dépend des rapports R_E , R_h et R_ρ tandis que l'erreur générée par les modèles de Lopez et CLBT ne dépend que des rapports R_E et R_h .

En dernier lieu, une étude d'incertitude conforme aux recommandations de la norme ISO du Guide pour l'Expression de l'Incertainitude de Mesure a été faite. Un film d'aluminium d'épaisseur $h_d = 6.17 \mu m$ déposé par pulvérisation cathodique magnétron sur un substrat d'acier 316L a été pris comme exemple d'application. Les incertitudes sur les modules d'Young correspondant au film et au substrat sont respectivement de l'ordre de $2.4 GPa$ et $2.2 GPa$ et représentent respectivement 3.5% et 1% des valeurs mesurées. Cette étude d'incertitude a montré que l'incertitude du module d'Young du film provient principalement des mesures

- de la masse volumique du film
- de l'épaisseur du film
- de la fréquence de résonance du substrat et du composite (substrat + dépôt)

- du module d'Young du substrat

L'incertitude sur la mesure du module d'Young du substrat provient principalement de la mesure de son épaisseur et de sa masse volumique.

Les équations permettant de calculer les incertitudes des mesures du module d'Young du substrat et du film en ne prenant en compte que les sources d'erreur les plus influentes sont respectivement présentées ci-dessous :

$$u(E_s) = \left[\frac{f_s^4 k_1^2 \left(1 + \frac{h_s^2 k_2}{l^2}\right)^2 l^8 u(\rho_s)^2}{h_s^4} + u(h_s)^2 \left(\frac{2f_s^2 k_1 k_2 l^2 \rho_s}{h_s} - \frac{2f_s^2 k_1 \left(1 + \frac{h_s^2 k_2}{l^2}\right) l^4 \rho_s}{h_s^3} \right)^2 \right]^{0.5} \quad (\text{II. 42})$$

$$u(E_d) = 0.5 \left[\frac{1}{h_d^{10} h_s^2} \left[h_d^2 h_s^{10} \left[\frac{-4h_d^3}{h_s^3} + \frac{-4 + R_f^2}{h_s} + \alpha_2 + \frac{h_d^2(-6 + R_f^2 R_\rho)}{h_s^2} \right] u(e_s)^2 + \frac{\alpha_1 u(f_s)^2}{f_s^{10}} + \frac{\alpha_1 u(f_t)^2}{f_s^8} + e_s^2 h_s^{10} \left[\frac{4h_d^3}{h_s^3} - \frac{3(-4 + R_f^2)h_d}{h_s} - 4\alpha_2 - \frac{2h_d^2(-6 + R_f^2 R_\rho)}{h_s^2} + \left[\left(h_d^2 (8f_s^4 (6h_d^4 + 15h_d^3 h_s + 16h_d^2 h_s^2 + 9h_d h_s^3 + 2h_s^4) \rho_s^2 + f_t^4 h_s^2 (2h_d^2 \rho_d^2 + 3h_d h_s \rho_d \rho_s + h_s^2 \rho_s^2) - 2f_s^2 f_t^2 h_s \rho_s (5h_d^3 \rho_d + 4h_s^3 \rho_s + 4h_d^2 h_s (3\rho_d + \rho_s) + 3h_d h_s^2 (2\rho_d + 3\rho_s) \right) \right) \right] (f_s^4 h_s^6 \alpha_2 \rho_s^2)^2 \right] u(h_d)^2 + \alpha_3 \right] \right]^{0.5} \quad (\text{II. 43})$$

Avec :

$$\alpha_1 = 4E_s^2 f_t^2 h_d^4 \left[f_s^2 h_s^4 + \frac{f_s^2 h_d h_s^3 \rho_d}{\rho_s} \right] \quad (\text{II. 44})$$

$$\alpha_2 = \sqrt{\frac{h_d(h_d \rho_d + h_s \rho_s) \left(-2f_s^2(h_d^2 + 3h_d h_s + 2h_s^2)\rho_s + f_t^2 h_s(h_d \rho_d + h_s \rho_s) \right)}{h_d^2 \left(4 + R_h^2 + 6R_h - \frac{f_t^2(1 + R_h R_\rho)}{f_s^2} \right)^2 + \frac{4h_d^4 \left(-1 + \frac{f_t^2(1 + R_h R_\rho)}{f_s^2} \right)}{h_s^4} \rho_s^2}} \quad (\text{II. 45})$$

$$\alpha_3 = \frac{e_s^2 f_t^4 h_d^6 \left[\left(f_s^2 h_s^3 \rho_s + \frac{h_d(-2f_s^2(h_d^2 + 3h_d h_s + 2h_s^2)\rho_s + f_t^2 h_s(h_d \rho_d + h_s \rho_s))}{\alpha_2} \right)^2 \right] u(\rho_d)^2}{f_s^8 \rho_s^4} \quad (\text{II. 46})$$

Chapitre III

**Développement analytique et mesure expérimentale des constantes
d'élasticité macroscopiques des couches minces en utilisant la TEI**

1. Introduction

Par application du principe de Hamilton, Gadaud et al. [Gadaud, 2009] ont développé un modèle analytique qui permet de déterminer le module de cisaillement d'une couche mince en utilisant la technique d'excitation impulsionnelle (TEI). Ils ont développé leur modèle en supposant que l'épaisseur du dépôt est négligeable par rapport à l'épaisseur du substrat. Le but de ce chapitre est d'étendre leur travail en développant un modèle pour déterminer le module de cisaillement quelles que soient l'épaisseur et les propriétés mécaniques et physiques du substrat et de la couche déposée.

Le nouveau modèle a d'abord été validé par comparaison avec un modèle éléments finis (MEF) pris comme référence puis a été appliqué pour déterminer le module de cisaillement d'une couche mince de tungstène déposée par pulvérisation cathodique magnétron. La morphologie et la structure de la couche déposée ont été analysées. Les constantes d'élasticité de la couche, sa morphologie et sa structure ont été corrélées. Une comparaison entre les modules réduits déterminés par TEI et par nanoindentation (NI) a été faite.

2. Bases théoriques

L'équation du mouvement de torsion pour des poutres de section rectangulaire a été développée par Timoshenko et Goodier [Timoshenko, 1951] et Spinner et Tefft [Spinner, 1961]. L'équation qui décrit le mouvement d'une poutre de section prismatique soumise à des vibrations de torsion (Figure III. 1) s'écrit comme suit [Rao, 2006] :

$$\begin{aligned} \rho I_p \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial t^2} - \frac{\partial}{\partial x} \left(\rho I_\psi \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x \partial t} \right) - \frac{\partial}{\partial x} \left(C \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \right) \\ + \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left(E I_\psi \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x^2} \right) = 0 \end{aligned} \quad (\text{III. 1})$$

Avec ρ la masse volumique, $\theta(x, t)$ l'angle de torsion qui dépend de la position x et du temps t , $I_p = \frac{hb^3 + bh^3}{12}$ le moment polaire de la section (avec h l'épaisseur et b la largeur), C la rigidité de torsion d'une section non circulaire (équation III. 2), E le module d'Young et $I_\psi = \iint_S \Psi^2 dS$ avec $\Psi(y, z)$ une fonction décrivant le gauchissement de la section de la poutre.

La rigidité de torsion d'une section rectangulaire est définie par l'équation III. 2 :

$$C = \iint_S G \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - z \right)^2 + \left(\frac{\partial \Psi}{\partial z} + y \right)^2 \right] dS \quad (\text{III. 2})$$

Avec G le module du cisaillement.

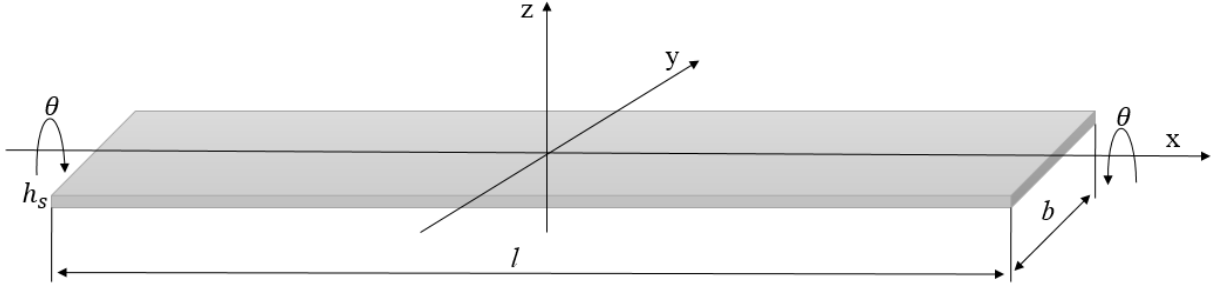


Figure III. 1 : Schématisation d'une poutre soumise à des vibrations de torsion.

2.1. Matériaux massifs

Dans le cas d'une poutre de section prismatique soumise à des conditions aux limites « libre-libre », le module de cisaillement peut être déterminé à l'aide de la relation suivante [ASTM E1876, 2015] :

$$G = 4l^2 \rho T^2 R \quad (\text{III. 3})$$

Avec T la fréquence fondamentale de résonance de torsion de la structure excitée, l sa longueur et R un facteur de correction prenant en compte le gauchissement de la section.

Avec :

$$R = \left[\frac{1 + \left(\frac{b}{h}\right)^2}{4 - 2.521 \frac{h}{b} \left(1 - \frac{1.991}{e^{\frac{\pi b}{h}} + 1}\right)} \right] \left[1 + \frac{0.00851 b^2}{l^2} \right] - 0.060 \left(\frac{b}{l}\right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{b}{h} - 1\right)^2 \quad (\text{III. 4})$$

Avec b la largeur de l'éprouvette et h son épaisseur.

2.2. Revêtements

De la même manière que dans le cas du module d'Young, Chapitre II, le principe de la mesure est de faire deux mesures de fréquence : une première pour le substrat nu et une deuxième pour le substrat revêtu. Puis, à l'aide d'un modèle mécanique qui fait intervenir le

rapport des deux fréquences, le module d'Young du substrat, la densité du substrat et du dépôt et leurs dimensions on peut remonter au module de cisaillement de la couche déposée.

En se basant sur le principe de Hamilton [Berdichevsky, 2009] qui consiste à minimiser le Lagrangien du système qui est exprimé en fonction de l'énergie potentielle et l'énergie cinétique de la structure en vibration (substrat + dépôt), Gadaud et al. [Gadaud, 2009] ont développé un modèle analytique qui permet de déterminer le module de cisaillement d'un film déposé sur une poutre de section rectangulaire (équation III. 5) :

$$(R_T)^2 \approx \frac{1 + R_G R_h \left(3 - \frac{h_s}{b\sqrt{3}}\right)}{1 + R_\rho R_h \frac{b^2 + 3h_s^2}{b^2 + h_s^2}} \quad (\text{III. 5})$$

Avec :

$$R_T = \frac{T_t}{T_s}$$

$$R_G = \frac{G_d}{G_s}$$

$$R_h = \frac{h_d}{h_s}$$

$$R_\rho = \frac{\rho_d}{\rho_s}$$

T_t : fréquence fondamentale de torsion de la poutre composite (substrat + dépôt).

T_s : fréquence fondamentale de torsion du substrat.

G : module de cisaillement.

ρ : masse volumique.

h : épaisseur de la poutre.

b : largeur de la poutre.

Les indices d et s correspondent respectivement au dépôt et au substrat.

Le modèle de Gadaud (équation III. 5) ne prend pas en compte que le décalage géométrique de la fibre neutre après dépôt (Figure III. 2). Plus le rapport des épaisseurs R_h , le rapport des densités R_ρ et les rapports des modules R_G et R_E augmentent plus l'erreur commise en utilisant ce modèle augmente à cause de cette hypothèse. Dans la section suivante, nous présentons notre développement analytique en prenant en compte le décalage de la fibre neutre d'une poutre revêtue. Le modèle développé est applicable quels que soient les rapports R_h , R_ρ , R_G et R_E .

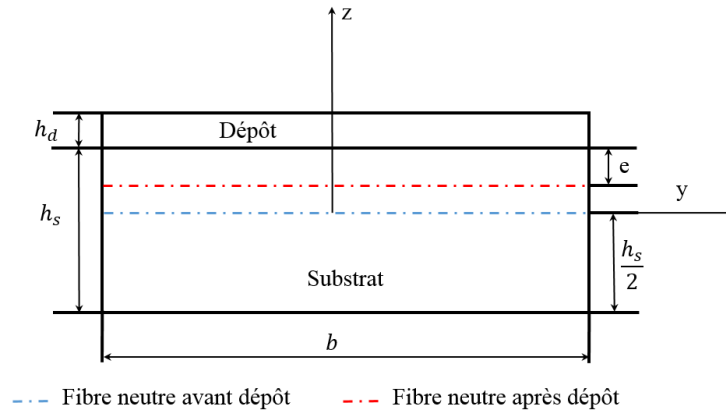


Figure III. 2 : Représentation schématique du décalage de la fibre neutre.

3. Développement d'un modèle amélioré : Prise en compte du décalage de la fibre neutre après dépôt

3.1. Poutre homogène (substrat seul)

Le déplacement d'une poutre de section rectangulaire soumise à des vibrations de torsion (Figure III. 1) peut être exprimé à l'aide des équations III. 6, III. 7 et III. 8 [Timoshenko, 1951 ; Rao, 2006].

$$u = \Psi(y, z) \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \quad (\text{III. 6})$$

$$v = -z \theta(x, t) \quad (\text{III. 7})$$

$$w = y \theta(x, t) \quad (\text{III. 8})$$

Dans le cas des poutres répondant à la condition $h_s \ll b$, la fonction Ψ qui décrit le gauchissement de la section peut être simplifiée et ne dépend plus que de la direction y . Dans

ce cas l'équation III. 6 se réécrit de la manière suivante (équation III. 9) [Timoshenko, 1951 ; Laroze, 1974] :

$$u = \Psi(y) \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} z \quad (\text{III. 9})$$

A partir des composantes de déplacement, équations III. 6, III. 7 et III. 8, les composantes de déformation peuvent être définies comme suit [Timoshenko, 1951 ; Laroze, 1974 ; Rao, 2006] :

$$\varepsilon_{xx} = z \Psi \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (\text{III. 10})$$

$$\varepsilon_{xy} = \left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right) z \frac{\partial \theta}{\partial x} \quad (\text{III. 11})$$

$$\varepsilon_{xz} = (\Psi + y) \frac{\partial \theta}{\partial x} \quad (\text{III. 12})$$

Dans le cas où $l \gg h_s$, la composante de déformation ε_{xx} peut être négligée. Par ailleurs, l'énergie cinétique π_{c_s} et l'énergie potentielle π_{p_s} de la poutre (substrat nu) sont données par les équations III. 13 et III. 14 :

$$\pi_{c_s} = \frac{1}{2} \iiint_v \rho_s \left[\left(\frac{\partial v}{\partial t} \right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial t} \right)^2 \right] dx dy dz \quad (\text{III. 13})$$

$$\pi_{p_s} = \frac{1}{2} \iiint_v G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 z^2 + (\Psi + y)^2 \right] dx dy dz \quad (\text{III. 14})$$

Le Lagrangien du système (équation III. 15) est exprimé en fonction de l'énergie cinétique (équation III. 13) et l'énergie potentielle (équation III. 14) :

$$L = \frac{1}{2} \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{\frac{-h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \int_t \left[G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 z^2 + (\Psi + y)^2 \right] - \rho_s \left[\left(\frac{\partial v}{\partial t} \right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial t} \right)^2 \right] \right] dx dy dz dt \quad (\text{III. 15})$$

Sachant que toute solution $p(x, y, z, t)$ à un système vibratoire peut être écrite à l'aide d'une fonction sinusoïdale dépendante du temps, $p(x, y, z) \sin(2\pi T_s t)$, l'intégration par rapport au temps du terme correspondant à l'énergie cinétique permet de réécrire le Lagrangien sous la forme suivante (équation III. 16) [Gadaud, 2009 ; Géraudin, 1994] :

$$L = \frac{1}{2} \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{\frac{-h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 z^2 + (\Psi + y)^2 \right] dx dy dz - \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{\frac{-h_s}{2}}^{\frac{h_s}{2}} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta^2 (y^2 + z^2) dx dy dz \quad (\text{III. 16})$$

Par intégration de l'équation (III. 16) par rapport à z on obtient l'équation (III. 17) :

$$L = \frac{1}{2} \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 \frac{h_s^3}{12} + (\Psi + y)^2 h_s \right] dx dy - \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta^2 \left(y^2 h_s + \frac{h_s^3}{12} \right) dx dy \quad (\text{III. 17})$$

Par intégration du terme correspondant à l'énergie cinétique de l'équation (III. 17) par rapport à y on obtient l'équation (III. 18) :

$$L = \frac{1}{2} \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 dx \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 \frac{h_s^3}{12} + (\Psi + y)^2 h_s \right] dy - \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta^2 \frac{b h_s}{12} (b^2 + h_s^2) dx \quad (\text{III. 18})$$

Le principe de Hamilton implique que la fonction $\Psi(y)$ doit minimiser l'énergie potentielle du système. Par ailleurs, on peut écrire que la variation de l'énergie potentielle doit être nulle (équation III. 19) :

$$\delta \pi_{p_s} = \frac{1}{2} \delta \left[\int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 dx \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 \frac{h_s^3}{12} + (\Psi + y)^2 h_s \right] dy \right] = 0 \quad (\text{III. 19})$$

A partir de l'équation III. 19 on peut écrire l'équation III. 20 qui nous permettra de déterminer la fonction $\Psi(y)$ qui décrit le gauchissement de la poutre :

$$\delta \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 \frac{h_s^3}{12} + (\Psi + y)^2 h_s \right] dy = 0 \quad (\text{III. 20})$$

Le développement de l'équation III. 20 donne l'équation III. 21 :

$$\int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \delta \left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} \right) \left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right) dy + \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \delta \Psi (\Psi + y) dy = 0 \quad (\text{III. 21})$$

Par intégration par parties de l'équation III. 21, on obtient l'équation III. 22 :

$$\left[\frac{h_s^2}{12} \delta \Psi \left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right) \right]_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} - \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \left[\frac{\partial^2 \Psi}{\partial^2 y} - (\Psi + y) \right] \delta \Psi dy = 0 \quad (\text{III. 22})$$

Le premier et le deuxième terme de l'équation III. 22 permettent respectivement d'écrire les conditions aux limites (équation III. 23) et l'équation différentielle décrivant la fonction $\Psi(y)$ (équation III. 24) :

$$\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y}\right)_{\pm \frac{b}{2}} = 1 \quad (\text{III. 23})$$

$$\frac{h_s^2}{12} \frac{\partial^2 \Psi}{\partial^2 y} = \Psi + y \quad (\text{III. 24})$$

La résolution des équations III. 23 et III. 24, donne la fonction $\Psi(y)$ (équation III. 25) :

$$\Psi(y) = -y + \frac{h_s \sinh\left(\frac{\sqrt{12}y}{h_s}\right)}{\sqrt{3} \cosh\left(\frac{\sqrt{3}b}{h_s}\right)} \quad (\text{III. 25})$$

En remplaçant $\Psi(y)$ par son expression dans l'équation III. 18 et par intégration par rapport à y on obtient l'équation III. 26 :

$$L = \frac{1}{2} \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x}\right)^2 \left[\frac{h_s^3}{3} \left[b - \frac{h_s}{\sqrt{3}} \tanh \frac{\sqrt{3}b}{h_s} \right] \right] dx - \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta^2 \frac{bh_s}{12} (b^2 + h_s^2) dx \quad (\text{III. 26})$$

Par application du principe de Hamilton au Lagrangien (équation III. 26) on obtient l'équation III. 27 à partir de laquelle on peut déterminer l'équation de mouvement d'une poutre de section rectangulaire soumise à des vibrations de torsion (équation III. 28) et l'équation III. 29 définissant les conditions aux limites :

$$\delta L = \frac{1}{2} \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x}\right)^2 \left[\frac{h_s^3}{3} \left[b - \frac{h_s}{\sqrt{3}} \tanh \frac{\sqrt{3}b}{h_s} \right] \right] dx - \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta^2 \frac{bh_s}{12} (b^2 + h_s^2) dx = 0 \quad (\text{III. 27})$$

$$G_s K_{t_1} \frac{\partial^2 \theta}{\partial^2 x} + K_{t_2} \rho_s (2\pi T_s)^2 \theta = 0 \quad (\text{III. 28})$$

$$\left(\frac{\partial\theta}{\partial x}\right)_{\pm\frac{l}{2}} = 0 \quad (\text{III. 29})$$

Avec :

$$K_{t_1} = \frac{h_s^3}{3} \left[b - \frac{h_s}{\sqrt{3}} \tanh \frac{\sqrt{3}b}{h_s} \right] \quad (\text{III. 30})$$

$$K_{t_2} = \frac{bh_s}{12} (b^2 + h_s^2) \quad (\text{III. 31})$$

La résolution des équations III. 28 et III. 29 permet de déterminer la fréquence de résonance de torsion d'une poutre homogène (substrat seul) (équation III. 32) :

$$T_s = \frac{\sqrt{K_{t_1}}}{2l\sqrt{K_{t_2}}} \sqrt{\frac{G_s}{\rho_s}} \quad (\text{III. 32})$$

3.2. Substrat revêtu (substrat + dépôt)

Afin de prendre en compte le décalage de la fibre neutre après dépôt, la distance e (Figure III. 2) sera intégrée dans la détermination de la fréquence de résonance de la poutre composite (substrat + dépôt). Le Lagrangien de la poutre revêtue à minimiser est donné par l'équation III. 33 :

$$\begin{aligned}
 L = & \frac{1}{2} \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{-h_s+e}^e G_s \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 z^2 + (\Psi + y)^2 \right] dx dy dz \\
 & + \frac{1}{2} \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_e^{e+h_d} G_d \left(\frac{\partial \theta}{\partial x} \right)^2 \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial y} - 1 \right)^2 z^2 \right. \\
 & \left. + (\Psi + y)^2 \right] dx dy dz \\
 & - \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_{-h_s+e}^e \rho_s (2\pi T_t)^2 \theta^2 (y^2 + z^2) dx dy dz \\
 & - \int_{\frac{-l}{2}}^{\frac{l}{2}} \int_{\frac{-b}{2}}^{\frac{b}{2}} \int_e^{e+h_d} \rho_d (2\pi T_t)^2 \theta^2 (y^2 + z^2) dx dy dz
 \end{aligned} \tag{III. 33}$$

En effectuant les mêmes démarches que dans le cas du substrat sans dépôt, on obtient la fréquence de résonance de la poutre revêtue (équation III. 34) :

$$T_t = \frac{0.57735}{l} \left[\frac{A \left[3b(h_s E_s + h_c E_c) C - \sqrt{3A} \tanh \left[\frac{\sqrt{3}b(h_s E_s + h_c E_c) C}{\sqrt{A}} \right] \right]}{(b(h_s E_s + h_c E_c)(h_c H_1 \rho_d + h_s H_2 \rho_s) C)} \right]^{0.5} \tag{III. 34}$$

A partir des équations III. 32 et III. 34 on peut obtenir le rapport R_T (équation III. 35) :

$$R_T = \frac{0.57735}{\sqrt{\rho_s} \left[\frac{h_s^2 \left(b - \frac{h_s \tanh \left[\frac{\sqrt{3}b}{h_s} \right]}{\sqrt{3}} \right)}{b(h_s^2 + b^2)} \right]^{0.5} \left[\frac{A(3h_s H_3 E_s b C + 3H_3 E_c b h_c C - \sqrt{3} H_4 \sqrt{A})}{[(H_3 b (h_s E_s + h_c E_c) (h_a \rho_a H_1 + h_s \rho_s H_2) C)]} \right]^{0.5}} \quad (\text{III. 35})$$

Avec :

$$A = E_c^2 h_c^5 G_c + h_s^5 E_s^2 G_s + h_s^4 E_s h_c (3E_s G_c + 2E_c G_s) + h_s E_c h_c^4 (2E_s G_c + 3E_c G_s) + 2h_s^3 h_c^2 (3E_s^2 G_c + 2E_c^2 G_s) + 2h_s^2 h_c^3 (2E_s^2 G_c + 3E_c^2 G_s)$$

$$C = \sqrt{h_c G_c + h_s G_s}$$

$$H_1 = 3h_s^4 E_s^2 + 6h_s^3 E_s^2 h_c + 2h_s h_c E_c E_s (b^2 + h_c^2) + E_c^2 h_c^2 (b^2 + h_c^2) + E_s^2 h_s^2 (b^2 + 4h_c^2)$$

$$H_2 = h_s^2 E_s^2 (h_s^2 + b^2) + 2E_c E_s h_s h_c (h_s^2 + b^2) + E_c^2 h_c^2 (4h_s^2 + b^2) + 6h_s h_c^3 E_c^2 + 3E_c^2 h_c^4$$

$$H_3 = \frac{B}{1 + e^{\sqrt{A}}}$$

$$H_4 = \frac{B}{-1 + e^{\sqrt{A}}}$$

$$B = 2\sqrt{3}b(h_s E_s + h_c E_c)C$$

3.3. Comparaison entre le modèle par éléments finis (MEF) et les modèles analytiques

Afin de vérifier la validité du modèle développé, nous faisons une comparaison paramétrique en fonction des rapports R_G , R_E , R_ρ et R_h entre le modèle développé, le modèle de Gadaud et le MEF. Quatre combinaisons de matériaux différents ont été choisies dans le but d'avoir des rapports de R_E qui permettent d'avoir un grand et un faible décalage de la

fibre neutre. Les rapports correspondent à des matériaux réels cités dans les tableaux III.1 et III.2. Le rapport R_h a été varié entre 0 et 0.5. Le MEF développé dans le chapitre précédent sera arbitrairement utilisé comme référence.

Tableau III.1 : Propriétés des matériaux utilisés pour la comparaison.

| Matériau | Masse volumique (kg/m^3) | Module de cisaillement (GPa) | Module d'Young (GPa) |
|-----------|---------------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| Aluminium | 2700 | 25 | 68 |
| Tungstène | 19300 | 156 | 400 |
| AISI304 | 8000 | 77 | 193 |
| Silicium | 2330 | 43.9 | 112.4 |
| Kapton | 1350 | 1.36 | 3.64 |

Tableau III.2 : Rapports utilisés pour la comparaison.

| Dépôt/substrat | R_ρ | R_G | R_E |
|----------------|----------|-------|-------|
| Al/W | 0.14 | 0.16 | 0.17 |
| W/AISI304 | 2.4 | 2.1 | 2.1 |
| W/Si | 8.3 | 3.56 | 3.56 |
| Al/Kapton | 2 | 18.4 | 18.7 |

La figure III. 3 représente l'évolution de R_T en fonction de R_E , R_h , R_ρ et R_G calculée à l'aide de différents modèles (Gadaud, nouveau modèle (équation III. 35) et MEF). Dans les quatre cas étudiés, un bon accord entre le MEF et la formulation développée dans ce chapitre peut être observé. En fonction des rapports, l'accord entre le MEF et le modèle de Gadaud s'étend sur un intervalle plus ou moins large. Dans le cas de la figure III. 3b, l'accord entre le MEF et le modèle de Gadaud couvre un domaine de rapport R_h allant jusqu'à 0.2 tandis que dans les autres cas la divergence entre les deux modèles commence à être notable à partir de

valeurs de R_h plus faibles (inférieures à 0.1). Sur la figure III. 3c, on remarque une légère différence entre le nouveau modèle et le MEF. Cette différence peut être attribuée au fait que le MEF est un modèle 3D qui prend en compte tous les effets tandis que le modèle analytique développé dans ce chapitre est un modèle 2D, pour lequel quelques hypothèses simplificatrices ont été émises pour faciliter le calcul et pouvoir aboutir à une solution analytique.

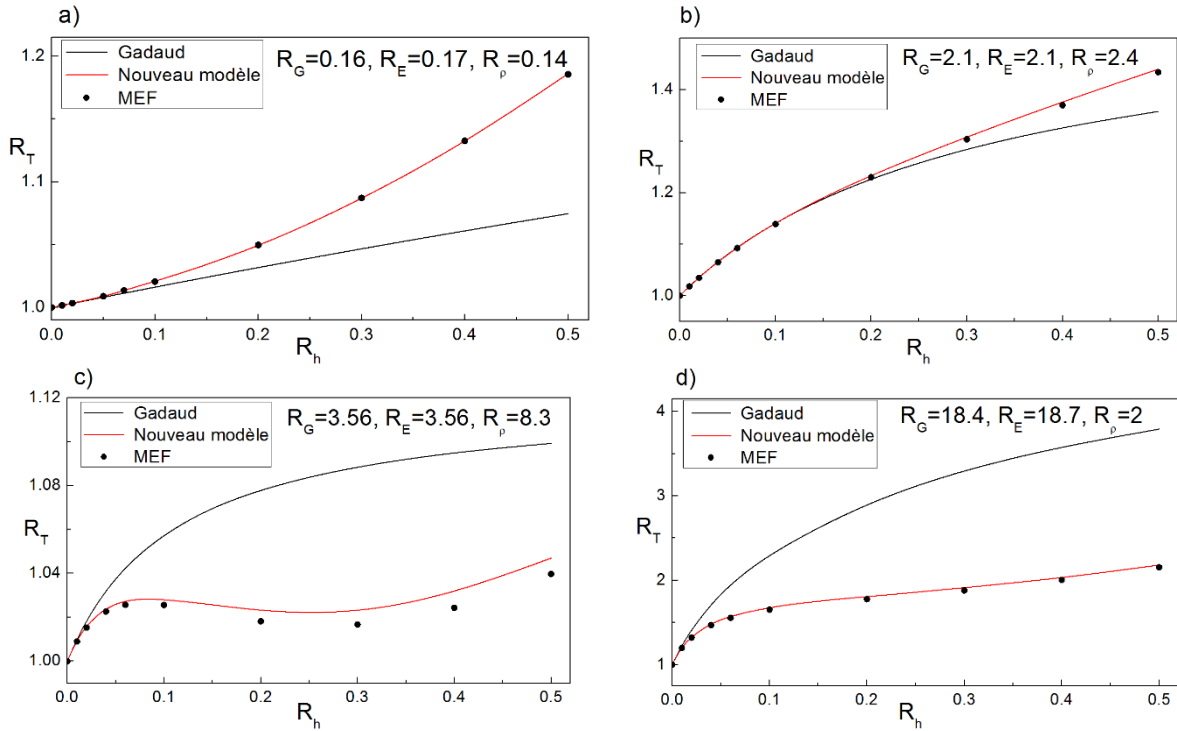


Figure III. 3 : Comparaison paramétrique entre les modèles analytiques et le MEF : a) $R_G = 0.16, R_E = 0.17, R_\rho = 0.14$, b) $R_G = 2.1, R_E = 2.1, R_\rho = 2.4$, c) $R_G = 3.56, R_E = 3.56, R_\rho = 8.3$, d) $R_G = 18.4, R_E = 18.7, R_\rho = 2$.

Dans cette section le nouveau modèle développé a été comparé avec un MEF. Un accord entre le MEF et le nouveau modèle nous a permis de le valider sur un large domaine de paramètres plausibles. Dans la section suivante, cette nouvelle formulation sera appliquée à une couche de tungstène déposée par pulvérisation cathodique magnétron.

4. Application expérimentale

4.1. Elaboration

Un réacteur ALCATEL SCM600 a été utilisé pour déposer des couches minces de tungstène à une température ambiante par pulvérisation cathodique magnétron sur des

substrats en verre et en silicium. Les substrats de verre de longueur $l = 75 \text{ mm}$, d'épaisseur $h_s = 1 \text{ mm}$ et de largeur $b = 25 \text{ mm}$ ont été utilisés pour déterminer les constantes d'élasticité de la couche mince par TEI et par nanoindentation (NI) et les substrats de silicium ont été utilisés pour l'imagerie par microscope électronique à balayage (MEB). Les substrats ont été nettoyés à l'éthanol et à l'acétone puis fixés sur un porte-substrat animé d'une rotation (11 tr/min) afin de garantir l'homogénéité du dépôt. La distance cible-substrat a été fixée à 14 cm. Avant dépôt, un vide poussé de l'ordre de 10^{-4} Pa a été créé à l'intérieur de l'enceinte du réacteur grâce à un système de pompage et les cibles ont été décapées pendant 10 min. Un débit d'argon de 15 sccm a été envoyé dans l'enceinte ramenant la pression à 0.3 Pa et une décharge de 1A a été appliquée à l'aide d'un générateur de courant continu pulsé (Advanced Energy Solvix) à une cible de tungstène circulaire (20 cm de diamètre et 6 mm d'épaisseur) ayant une pureté de l'ordre de 99.99%. Le dépôt a été réalisé pendant 5 heures sur l'une des deux faces des substrats de verre et de silicium et nous avons obtenu une couche de tungstène d'une épaisseur $h_d = 2.88 \mu\text{m}$.

4.2. Morphologie

La morphologie des revêtements en tungstène a été observée à l'aide d'un microscope électronique Hitachi S3500 SEM-FEG. La figure III. 4 montre une image de la section transversale du film de tungstène. Une épaisseur régulière peut être observée tout au long de la section. La figure III. 4 montre que la couche déposée présente une croissance colonnaire favorisant la formation de pores entre les colonnes. Cette morphologie colonnaire peut être due à la pression de travail relativement élevée [Shen, 2000] et à l'absence de l'application d'une tension de polarisation ce qui ne favorise pas l'obtention des couches parfaitement denses [Gao, 2016 ; Achache, 2016].

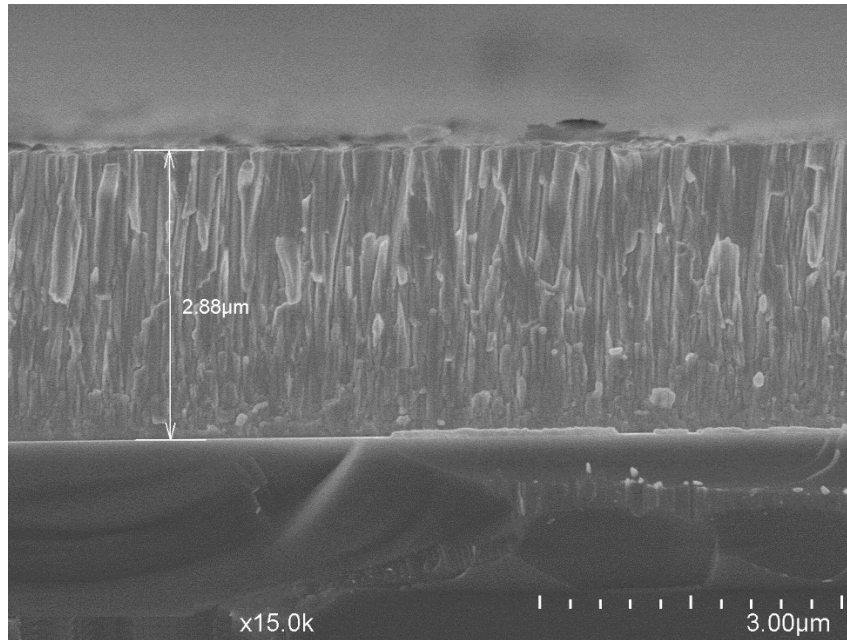


Figure III. 4 : Image de la section transversale du film de tungstène.

4.3. Analyse structurale

L'analyse structurale de la couche de tungstène déposée a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, Bruker D8 Advance (Figure III. 5), équipé d'une anticathode de cuivre délivrant un rayonnement de longueur d'onde $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$. Afin de déterminer la structure du film de tungstène, des acquisitions sous différents angles d'inclinaison Ψ ont été réalisées dans le but de faire diffracter la plupart des plans cristallographiques.

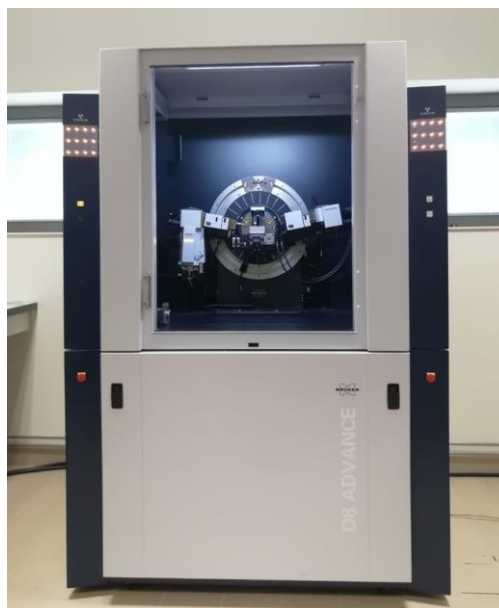


Figure III. 5 : diffractomètre à rayons X, Bruker D8 Advance.

La figure III. 6 présente les diffractogrammes acquis à différents angles d'inclinaison Ψ . Les analyses de diffraction par rayons X révèlent la présence de deux phases : une phase stable de structure cubique centré W_α et une phase métastable de structure cubique W_β . A partir de la figure III. 6, on remarque que certains plans ne diffractent pas suivant tous les angles d'inclinaison. Ceci nous permet de confirmer que notre dépôt est texturé. Les aspects textures seront abordés dans le chapitre IV.

La présence de la phase W_β a déjà été observée sur des films de tungstène purs déposés par différentes techniques hors équilibre [Shen, 2000 ; Girault, 2013 ; Djaziri, 2014 ; Villain, 2003; Salamon, 2013]. Sa formation peut être favorisée par la présence de petites quantités d'oxygène [Weerasekera, 1994 ; Shen, 2001 ; Keefe, 1996 ; Shen, 2000 ; Girault, 2013]. Srivastava et al [Srivastava, 1988] ont aussi noté que la présence du carbone dans les films de tungstène favorise la formation de la phase W_β . Ceci a été aussi observé par Girault et al [Girault, 2013] pour des quantités de carbone de l'ordre de 3% at. D'autres auteurs [Chen, 2009; Kiss, 1998] ont mentionné que l'oxygène n'est pas la cause principale de la formation de la phase W_β . Salamon et al [Salamon, 2013] ont remarqué que la formation de la phase métastable W_β dépend de la pression du gaz de pulvérisation et de la puissance appliquée sur la cible, plus la puissance est faible et la pression du gaz pulvérisateur est élevée plus on favorise la formation de la phase W_β .

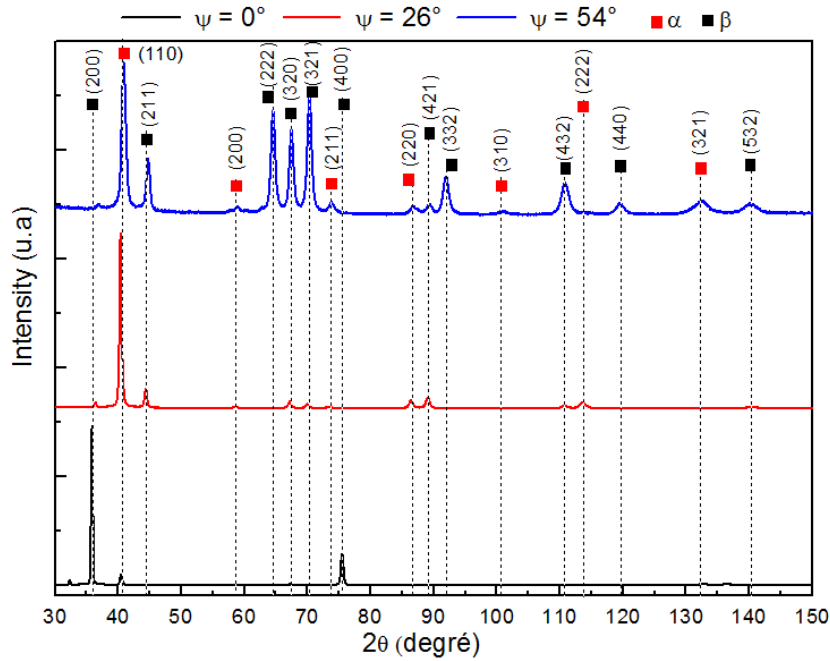


Figure III. 6 : Diffractogrammes du dépôt de tungstène acquis à différents angles d'inclinaison Ψ .

4.4. Constantes d'élasticité

4.4.1. Caractérisation

Le module réduit a été obtenu à l'aide d'un nanoindenteur XP, MTS Systems Corporation. Le nanoindenteur est équipé d'un système CSM (Continuous Stiffness Measurement) permettant de mesurer en continu la raideur de contact en fonction de la profondeur de pénétration. Une pointe Berkovich de module d'élasticité $E_{ind} = 1016$ GPa et de coefficient de Poisson $\nu_{ind} = 0.07$ a été utilisée pour les mesures. Avant essai, la pointe a été calibrée à l'aide d'un échantillon dont on connaît les constantes d'élasticité (la silice fondue dans le cadre de cette thèse). La moyenne de dix indents a été utilisée pour déterminer le module réduit du dépôt de tungstène. Les essais ont été réalisés sous profondeur de pénétration contrôlée. Afin de limiter l'effet du substrat, les essais ont été réalisés à une profondeur de pénétration inférieure à 10% de l'épaisseur de la couche déposée [Buckle, 1960].

En supposant que la courbe de décharge (Figure III. 7) est dominée par l'élasticité du matériau, le module réduit de contact E_c^* entre le matériau testé et l'indenteur peut être déterminé à l'aide de l'équation (III. 36) [Doerner, 1986 ; Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] :

$$E_c^* = \frac{1}{\beta} \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad (\text{III. 36})$$

Avec S la raideur de contact, β un facteur de correction dépendant de la forme de l'indenteur, $\beta = 1$ dans le cas d'un indenteur avec une géométrie axisymétrique, et A_c l'aire de contact sous charge projetée.

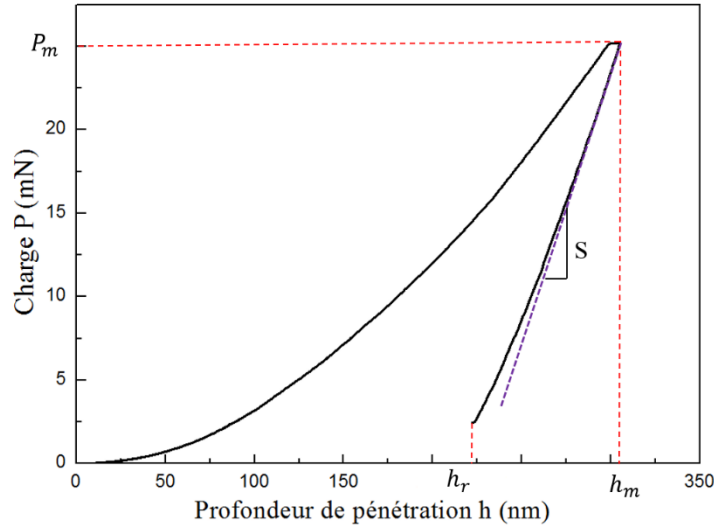


Figure III. 7 : Présentation de la courbe de charge-décharge d'un essai de NI fait sur le dépôt de tungstène d'épaisseur $2.88 \mu m$, P_m : charge maximale, h_m : profondeur de pénétration maximale, h_r : profondeur de pénétration finale après décharge, S : raideur de contact.

Etant donné que le module d'élasticité réduit de contact est une contribution de l'élasticité de l'indenteur et du matériau testé, le module d'Young du matériau testé E peut être déduit à partir de l'équation III. 37 [Doerner, 1986 ; Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} = \frac{1}{E_c^*} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \quad (\text{III. 37})$$

Avec E^* est le module réduit du matériau indenté, E_{ind} est le module d'élasticité de la pointe et ν et ν_{ind} sont respectivement le coefficient de Poisson du matériau testé et le coefficient de Poisson de la pointe.

La détermination du module réduit du matériau testé nécessite la connaissance de la charge P , des propriétés élastiques de la pointe, de l'aire de contact projetée A_c et de la

raideur de contact S . En effet, les propriétés élastiques de la pointe sont connues et la charge est mesurée directement au cours de l'essai. Il reste donc à déterminer S et A_c .

La raideur de contact peut être déterminée à partir de la courbe de décharge ou directement au cours de l'essai à l'aide du module CSM permettant la mesure de la raideur de contact en continu en fonction de la profondeur de pénétration. Quant à l'aire de contact sous charge projetée A_c elle peut être déterminée par plusieurs approches. Parmi les approches les plus répandues pour la détermination de A_c , on peut citer : la méthode de Doerner et Nix [Doerner, 1986] apparue en 1986 et qui a été ensuite améliorée par Oliver et Pharr [Oliver, 1992], la méthode de Loubet [Loubet, 1993 ; Hochstetter, 1999] et la méthode de Field et Swain.

Doerner et Nix [Doerner, 1986] supposent que la courbe de décharge est linéaire. En revanche, par expérimentation sur différents matériaux Oliver et Pharr [Oliver, 1992] ont montré que les courbes de décharge sont rarement linéaires. Ils proposent alors de modéliser la courbe de décharge par une loi puissance (équation III. 38) [Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] :

$$P = \alpha(h - h_r)^m \quad (\text{III. 38})$$

Où h est la profondeur d'indentation, h_r est la profondeur d'indentation résiduelle après décharge et α et m sont des coefficients à déterminer en fonction du matériau indenté [Oliver-2004].

A partir de l'équation III. 38, on peut déduire la raideur de contact par une simple dérivation de la charge P par rapport à la profondeur de pénétration h . Ce qui permet d'écrire l'équation III. 39 :

$$S = \frac{dP}{dh} = \alpha m(h - h_r)^{m-1} \quad (\text{III. 39})$$

Selon l'approche d'Oliver et Pharr [Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] la profondeur de pénétration de l'indenteur est définie comme la somme de la hauteur de contact h_c et la hauteur causée par la déflexion élastique du matériau h_s (Figure III. 8).

$$h = h_c + h_s \quad (\text{III. 40})$$

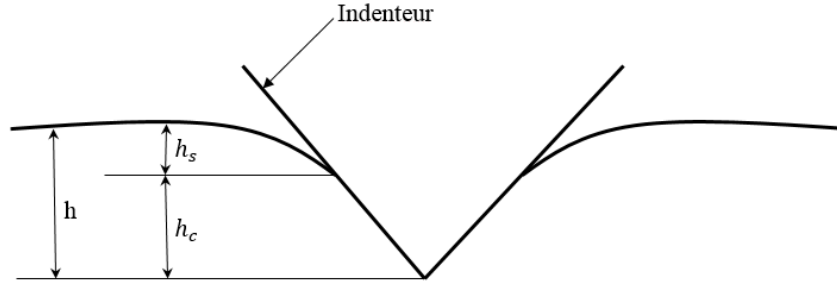


Figure III. 8 : Présentation schématique de la hauteur de contact selon la méthode d'Oliver et Pharr.

En supposant que la déflexion autour de l'indenteur est purement élastique, Oliver et Pharr [Oliver, 1992, Oliver, 2004] se basent sur les équations de Sneddon [Sneddon, 1965] pour déterminer l'enfoncement h_s . Il est donné par l'équation (III. 41) :

$$h_s = \epsilon \frac{P}{S} \quad (\text{III. 41})$$

Avec ϵ un paramètre lié à la géométrie de la pointe, égal à 0.72 dans le cas d'une pointe de forme conique.

A partir des équations III. 40 et III. 41 on peut obtenir l'expression de hauteur de contact h_c [Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] :

$$h_c = h - \epsilon \frac{P}{S} \quad (\text{III. 42})$$

Connaissant la hauteur de contact h_c , Oliver et Pharr ont développé une relation (équation III. 43) permettant de déterminer l'aire de contact sous charge projetée [Oliver, 1992 ; Oliver, 2004] :

$$A_c = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + \dots + C_8 h_c^{\frac{1}{128}} \quad (\text{III. 43})$$

Où C_0 représente le coefficient reliant A_c à h_c dans le cas d'une pointe Berkovich parfaite. Les autres coefficients sont introduits pour tenir compte de l'imperfection de la pointe. Ils sont généralement déterminés par le biais d'un test de NI sur un matériau homogène dont les propriétés élastiques sont bien connues (la silice fondue dans le cadre de ce travail).

Le module d'Young et le module de cisaillement des films de tungstène ont été déterminés par TEI. Les mesures de fréquences de résonance ont été faites à l'aide du système d'analyse de signal RFDA présenté au chapitre II, figure II.12.

4.4.2. Résultats

Les fréquences de résonance de flexion et de torsion des substrats de verre avant et après dépôt et les constantes d'élasticité des substrats et du film de tungstène déposé sont respectivement présentées dans les tableaux III. 3 et III. 4. Les deux tableaux présentent des valeurs mesurées sur deux dépôts de tungstène élaborés avec les mêmes paramètres (section 4.1). Le module de cisaillement a été déterminé à l'aide du nouveau modèle (équation III. 35) et le module d'Young à l'aide du modèle de Pautrot [Mazot, 1998 ; Pautrot, 1993]. Comme démontré dans le chapitre II, il est recommandé d'utiliser le modèle de Pautrot pour déterminer le module d'Young des dépôts [Slim, 2017]. Le coefficient de Poisson a été calculé en supposant que le comportement élastique du substrat et du dépôt de tungstène est isotrope.

Tableau III. 3 : Fréquences de résonance de flexion et de torsion des substrats de verre avant et après dépôt du film de tungstène.

| Echantillon | Fréquence de résonance de flexion (Hz) | | Fréquence de résonance de torsion (Hz) | |
|-------------|---|-------------|---|-------------|
| | Avant dépôt | Après dépôt | Avant dépôt | Après dépôt |
| 1 | 990.300 | 1000.110 | 1832.520 | 1845.410 |
| 2 | 942.690 | 952.500 | 1745.350 | 1758.150 |

Tableau III. 4 : Constantes d'élasticité des substrats de verre et du dépôt de tungstène mesurées par TEI.

| Echantillon | E_s (GPa) | G_s (GPa) | ν_s | E_d (GPa) | G_d (GPa) | ν_d |
|-------------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|
| 1 | 69.84 | 29.430 | 0.186 | 347.5 | 127.0 | 0.368 |
| 2 | 70.07 | 29.510 | 0.187 | 349.3 | 127.3 | 0.371 |

Les constantes d'élasticité des substrats de verre (Tableau III. 4) mesurées par TEI sont en accord avec les valeurs de la bibliographie [Gadaud, 2009 ; Rouxel, 2007]. Les valeurs du module d'Young du film de tungstène sont en accord avec les valeurs de la bibliographie qui s'étalent sur un intervalle allant de 330 à 500 GPa [Faurie, 2004 ; Moon, 2009 ; Harry, 1998 ; Rouzaud, 1995]. Une baisse du module d'Young et du module de cisaillement du film par rapport à ceux du matériau massif a été observée. La diminution des deux modules du dépôt de tungstène peut être due à la présence de pores au sein de la couche déposée. Cette hypothèse sera investiguée plus tard dans ce chapitre.

Une légère augmentation du coefficient de Poisson d'un film de tungstène déposé par pulvérisation par faisceau d'ions par rapport au tungstène massif a été constatée par Faurie et al [Faurie, 2004], $\nu = 0.309 \pm 0.01$ au lieu de $\nu = 0.28$. Le coefficient de Poisson mesuré par TEI (Tableau III. 4) est différent de celui trouvé dans la littérature [Faurie, 2004]. Ce désaccord peut être dû à la différence des procédés d'élaboration ou à la présence de la phase W_β dans notre dépôt.

Etant donné que l'incertitude est supérieure à la différence entre les constantes d'élasticité des substrats de verre et du film de tungstène mesurés par TEI (Tableaux III. 4, III. 5 et III. 6), les variations observées sur les valeurs peuvent être attribuées essentiellement aux erreurs de mesures.

- Analyse d'incertitude

L'analyse d'incertitude des modules d'Young des substrats et des dépôts et du module de cisaillement du substrat a été faite suivant la méthodologie explicitée dans le chapitre II. Dans le cas du module de cisaillement du film l'incertitude a été calculée par la méthode de Monte Carlo en générant une dispersion aléatoire sur les valeurs expérimentales. L'incertitude correspondante aux constantes d'élasticité du substrat et du dépôt est présentée respectivement dans les tableaux III. 5 et III. 6.

Tableau III. 5 : Incertitude des modules d'Young des substrats de verre mesurés par TEI.

| Echantillon | $u(E_s)$ | | $u(G_s)$ | | $u(\nu_s)$ | |
|-------------|----------|------|----------|------|------------|------|
| | GPa | % | GPa | % | | % |
| 1 | 0.16 | 0.23 | 0.060 | 0.20 | 0.004 | 2.15 |
| 2 | 0.16 | 0.23 | 0.070 | 0.24 | 0.004 | 2.14 |

Tableau III. 6 : Incertitude des modules d'Young du dépôt de tungstène mesurés par TEI et NI.

| Echantillon | $u(E_d)$ | | | | $u(G_d)$ | | $u(\nu_d)$ | |
|-------------|----------|------|-----|------|----------|------|------------|------|
| | TEI | | NI | | TEI | | TEI | |
| | GPa | % | GPa | % | GPa | % | | % |
| 1 | 3.7 | 1.06 | 7.0 | 2.18 | 1.1 | 0.90 | 0.020 | 5.43 |
| 2 | 3.7 | 1.07 | - | - | 1.1 | 0.90 | 0.020 | 5.39 |

Les tableaux III. 7 et III. 8, représentent respectivement les contributions de chacune des sources d'erreur sur les modules d'Young du substrat et du film. En comparant les tableaux III. 7 et III. 8 avec les tableaux II. 10 et II. 11, on peut voir que les sources d'erreur les plus influents sur la mesure des modules d'Young (E_s et E_d) sont les mêmes que celles identifiées dans le chapitre II. Cependant, dans ce chapitre nous avons fait plus attention à la mesure de l'épaisseur de la couche déposée ce qui nous a donné une contribution inférieure de l'épaisseur sur l'incertitude du module d'Young du dépôt. En comparant les deux analyses d'incertitudes sur le module d'Young (l'aluminium dans le chapitre II et le tungstène dans ce chapitre, qui ont des raideurs très différentes), on peut confirmer que les facteurs les plus influents sur la mesure restent les mêmes.

Tableau III. 7 : Contribution de chacune des sources d'erreur dans l'incertitude du module d'Young du substrat de verre.

| Quantité | Contribution (%) |
|----------|----------------------|
| k_1 | 0.017 |
| k_2 | $5.22 \cdot 10^{-8}$ |
| ρ_s | 20.07 |
| F_s | 1.041 |
| l | 5.46 |
| h_s | 73.41 |

Tableau III. 8 : Contribution de chacune des sources d'erreur dans l'incertitude du module d'Young de dépôt de tungstène.

| Quantité | Contribution (%) |
|----------|------------------|
| E_s | 4.62 |
| ρ_d | 30.76 |
| ρ_s | 0.264 |
| F_t | 28.62 |
| F_s | 29.195 |
| h_d | 6.36 |
| h_s | 0.1816 |

Les tableaux III. 9 et III. 10, représentent respectivement les contributions de chacune des sources d'erreur sur les modules de cisaillement du substrat et du film. Dans le cas du module de cisaillement du substrat (Tableau III. 9), ce sont les mesures de l'épaisseur du substrat et sa masse volumique qui influent le plus sur la mesure, semblablement au cas du module d'Young. Le tableau III. 10 montre que les sources d'erreur les plus influentes sur la mesure du module de cisaillement du dépôt sont : la masse volumique du dépôt, les fréquences du substrat et du dépôt+substrat, le module de cisaillement du substrat et l'épaisseur du dépôt. Ce sont les mêmes facteurs qui ont la plus grande influence sur la mesure du module d'Young du dépôt.

Tableau III. 9 : Contribution de chacune des sources d'erreur dans l'incertitude du module de cisaillement du substrat de verre.

| Quantité | Contribution (%) |
|----------|------------------|
| ρ_s | 21.13 |
| T_s | 0.32 |
| h_s | 75.39 |
| b | 1.72 |
| l | 1.44 |

Tableau III. 10 : Contribution de chacune des sources d'erreur dans l'incertitude du module de cisaillement du dépôt de tungstène.

| Quantité | Contribution (%) |
|----------|----------------------|
| b | $9.13 \cdot 10^{-3}$ |
| E_d | 0.239 |
| E_s | 0.0496 |
| T_s | 18.7 |
| T_t | 18.5 |
| h_d | 10.8 |
| h_s | 1.89 |
| l | $8 \cdot 10^{-11}$ |
| ρ_d | 34.9 |
| ρ_s | 3.21 |
| G_s | 11.6 |

- Comparaison entre NI et TEI

Afin de comparer les deux techniques (TEI et NI), une comparaison entre les modules réduits déterminés à l'aide des deux techniques sera faite. En effet, la NI ne permet pas de séparer module d'Young et coefficient de Poisson.

Les modules réduits du dépôt de tungstène mesurés par les deux techniques sont présentés dans le tableau III. 11. Le module réduit mesuré par TEI a été calculé à l'aide de l'équation III. 37 en fonction de E_d et ν_d obtenus par TEI. Le module d'Young du film de tungstène obtenu par NI peut être calculé à l'aide du module réduit mesuré par NI (Tableau III. 11) et du coefficient de Poisson obtenu par TEI (Tableau III. 4). On obtient alors un module d'Young de 318.7 GPa par NI et de 347.5 GPa par TEI.

Tableau III. 11 : Module réduit du dépôt de tungstène mesuré par TEI et NI.

| Echantillon | Module réduit E^* (GPa) | | incertitude $u(E^*)$ (GPa) | |
|-------------|---------------------------|-------|----------------------------|-----|
| | TEI | NI | TEI | NI |
| 1 | 401.9 | 368.7 | 8.1 | 7.3 |
| 2 | 405.1 | — | 8.2 | — |

La différence entre les modules réduits du film de tungstène mesurés par TEI et NI est supérieure à l'incertitude des mesures (Tableau III. 11). La variation observée entre les valeurs peut être due au fait que les deux modules mesurés par TEI et NI ne sont pas équivalents, car le module mesuré par NI est un mélange du module parallèle et du module perpendiculaire à la surface du film tandis que le module mesuré par TEI est celui qui est dans la direction parallèle à la surface du dépôt. Cet argument n'est toutefois valable que si le matériau déposé présente une certaine anisotropie liée à sa texture cristalline. Dans notre cas, le W_α est isotrope mais la question se pose pour le W_β . Ces questions de texture et d'anisotropie seront analysées plus en détail au chapitre IV. On peut aussi noter que la présence de pores dans le film peut perturber les mesures par NI et que le volume analysé par TEI est différent de celui analysé par NI. En outre, bien que les essais de nanoindentation ont été faits à une profondeur de pénétration contrôlée, inférieure à 10% de l'épaisseur de la couche déposée, les résultats issus de l'essai restent toujours influencés par l'interaction élastique entre le substrat et le dépôt.

- Influence de la porosité

Afin de vérifier que la baisse du module d'Young est due à la présence de pores, le taux de porosité au sein des films de tungstène a été estimé à l'aide de l'équation III. 44 et le module d'Young correspondant a été calculé à l'aide de l'équation III. 45 [Duckworth, 1953 ; Spriggs, 1961 ; Luo, 1999].

$$p = 1 - \frac{\text{densité du film déposé}}{\text{densité du matériau massif (sans pores)}} \quad (\text{III. 44})$$

$$E = E_0 e^{-kp} \quad (\text{III. 45})$$

Avec E_0 le module du matériau massif (sans porosité), E le module d'Young avec porosité, k une constante égale à 7 et p la fraction volumique de porosité.

Le tableau III. 12 montre les taux de porosité dans les couches déposées calculés à l'aide de l'équation III. 44 ainsi que leurs incertitudes. La masse volumique des couches a été calculée à partir de la masse du dépôt et de ses dimensions. La masse volumique du tungstène massif utilisé dans le calcul du taux de porosité est $\rho = 19250 \text{ kg/m}^3$ [Lassner, 1998]. Le module d'Young utilisé dans l'équation III. 45 est $E_0 = 400 \text{ GPa}$ [Lassner, 1998]. Les modules d'Young théoriques de la couche de tungstène calculés à l'aide de l'équation III. 45 et leurs incertitudes sont présentés dans le tableau III. 13. La différence observée entre les valeurs des modules d'Young calculés à l'aide de l'équation III. 45 et les modules d'Young mesurés avec TEI peut être due à l'incertitude de mesure (Tableaux III. 6 et III. 13).

Tableau III. 12 : La densité et le taux de porosité dans les couches déposées, estimé à l'aide de l'équation (III. 44), et leurs incertitudes.

| Echantillon | $\rho_d \text{ (kg/m}^3\text{)}$ | $P \text{ (\%)}$ | $u(\rho_d) \text{ (kg/m}^3\text{)}$ | $u(P) \text{ (\%)}$ |
|-------------|----------------------------------|------------------|-------------------------------------|---------------------|
| 1 | 18960 | 1.506 | 208 | 1.081 |
| 2 | 19051 | 1.033 | 208.6 | 1.083 |

Tableau III. 13 : Module d'Young théorique calculé à l'aide de l'équation III. 44 du film de tungstène.

| Echantillon | Porosité (%) | E (GPa) | Incertitude (GPa) |
|-------------|--------------|--------------------|-------------------|
| | | Equation (III. 45) | |
| 1 | 1.506 | 359.96 | 27.22 |
| 2 | 1.033 | 372.077 | 28.224 |

Les modules théoriques calculés en fonction de la porosité (Tableau III. 13) ont été estimés à l'aide d'un modèle empirique (équation III. 45) qui dépend d'une constante k dont l'origine reste toujours discutable. Anya et Roberts [Anya, 1997] ont mentionné que la constante k est égale à 7 indépendamment du matériau, tandis que Spriggs [Spriggs, 1961] a trouvé que le paramètre k varie en fonction du procédé d'élaboration, du type du matériau, de la technique de mesure utilisée et du taux de porosité. Pour trois procédés d'élaboration différents, Spriggs [Spriggs, 1961] a trouvé que pour l'alumine le paramètre k varie entre 1.6 et 4.35. Luo et Stevens [Luo, 1999] ont trouvé que le paramètre k est égal à 3.69 pour un matériau céramique, la zircone 3Y-TZP. Donc, k est un facteur qui dépend de plusieurs paramètres et qui est généralement déterminé à partir des essais expérimentaux [Spriggs, 1961 ; Luo, 1999]. Nemat-Nasser et Hori [Nemat-Nasser, 1993] ont montré qu'avec un développement en série de Taylor du premier ordre sur différents modèles micromécaniques, ils obtiennent les mêmes relations pour le module d'Young et le coefficient de Poisson (équations III. 46 et III. 47) pour de faibles taux de porosité de forme sphérique. Les relations de Nemat-Nasser et Hori ont été développées en se basant sur des modèles micromécaniques théoriques et ne dépendent pas de facteurs identifiables à partir d'essais expérimentaux. Cependant, elles ne sont valables que pour de faibles taux de porosité de forme sphérique. Dans la suite de cette thèse les deux relations de Nemat-Nasser et Hori seront utilisées pour estimer le module d'Young et le coefficient de Poisson en fonction du taux de porosité mesuré.

$$E = E_0(1 - 3p) \quad (\text{III. 46})$$

$$\nu = \nu_0 \left(1 - \left(3 - \frac{1}{\nu_0} \right) p \right) \quad (\text{III. 47})$$

Tableau III. 14 : Module d'Young et coefficient de Poisson calculés à l'aide des équations (III. 46) et (III. 47).

| Echantillon | E (GPa) | ν | $u(E)$ (GPa) | $u(\nu)$ |
|-------------|-----------|---------|--------------|----------|
| 1 | 381.93 | 0.28241 | 12.97 | 0.00172 |
| 2 | 387.6 | 0.2816 | 12.9 | 0.00173 |

Le tableau III. 14 présente les valeurs des modules d'Young et des coefficients de Poisson estimés à l'aide des relations de Nemat-Nasser et Hori (équations III. 46 et III. 47), avec $\nu_0 = 0.28$, $E_0 = 400$ GPa et les taux de porosité présentés dans le tableau III. 13. On peut remarquer que les valeurs de E et de ν calculées (Tableau III. 14) sont différentes des valeurs mesurées par TEI (Tableau III. 4). Par conséquent, en se basant sur la relation de Nemat-Nasser et Hori, la baisse du module d'Young ne peut pas être attribuée qu'à la présence de pores dans le dépôt. L'influence de la présence de la phase W_β sera investiguée dans le chapitre suivant.

5. Conclusions

Ce chapitre a été dédié au développement d'une nouvelle formulation qui permet de déterminer le module de cisaillement d'un revêtement quels que soient les rapports R_h , R_E , R_G et R_ρ . Le nouveau modèle analytique développé a été validé par comparaison avec un MEF pris comme référence.

Une couche mince de tungstène d'une épaisseur $h_d = 2.88\mu m$ a été déposée par pulvérisation cathodique magnétron. Une croissance colonnaire du film a été observée ce qui lui confère une masse volumique inférieure à celle du matériau massif. L'analyse de la structure du dépôt de tungstène par diffraction des rayons X révèle la présence de deux phases : une phase stable de structure cubique centrée W_α et une phase métastable de structure cubique W_β . La formation de la phase W_β peut être attribuée non seulement à la présence d'oxygène ou du carbone dans la couche mais aussi au caractère hors-équilibre du procédé d'élaboration.

Les constantes d'élasticité de la couche de tungstène déposée ont été déterminées en utilisant la technique d'excitation impulsionnelle. Le module d'Young a été calculé à l'aide du modèle de Pautrot, le module de cisaillement à l'aide de la nouvelle relation développée

dans ce chapitre (équation III. 35) et le coefficient de Poisson en supposant que le comportement élastique du dépôt est isotrope. Le module d'Young réduit a été aussi obtenu par nanoindentation. Les constantes d'élasticité des substrats de verre et de la couche de tungstène obtenues par TEI sont en accord avec les valeurs de la bibliographie. Une baisse du module d'Young et du module de cisaillement du film de tungstène par rapport à ceux du matériau massif a été observée. Selon les calculs faits à l'aide du modèle de Nemat-Nasser et Hori, la baisse du module d'Young ne peut pas être attribuée uniquement à la diminution de la masse volumique du dépôt comparé à la masse volumique du matériau massif. La présence de la phase W_β peut également avoir une influence sur les constantes d'élasticité du dépôt. Son influence sera étudiée dans le chapitre IV.

Une étude d'incertitude sur le module d'Young du dépôt de tungstène a montré que les facteurs influents sur la mesure sont les mêmes que dans le cas du dépôt d'aluminium, présenté dans le chapitre II, même si les deux dépôts (aluminium et tungstène) ont des rigidités très différentes.

L'étude d'incertitude faite sur le module de cisaillement du film a montré que l'erreur provient principalement des mesures :

- de la masse volumique du film.
- de la fréquence du substrat.
- de la fréquence du dépôt+substrat.
- de la mesure du module de cisaillement du substrat.
- de la mesure de l'épaisseur du dépôt.

Comme dans le cas de la mesure du module d'Young du substrat, l'épaisseur et la masse volumique sont les facteurs les plus influents sur la mesure du module de cisaillement du substrat.

Au cours de ce chapitre les constantes d'élasticité macroscopiques d'un dépôt de tungstène, de 2.88 micromètres d'épaisseur, constitué de deux phases ont été déterminées à l'aide de la TEI. Au niveau de ce chapitre une première étape de la méthodologie a été atteinte. Dans le chapitre qui suit une deuxième étape sera abordée et portera sur la

détermination des constantes d'élasticité du cristal d'une phase incluse dans un dépôt multiphasé et texturé en utilisant les résultats des chapitres II et III.

Chapitre IV

Détermination des constantes d'élasticité cristalline d'une phase incluse dans un film texturé et multiphasé

1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter la deuxième étape de la méthodologie développée durant ce travail. Cette étape permettra de déterminer les constantes d'élasticité mésoscopiques, à l'échelle du cristal, d'une phase incluse dans une couche mince texturée et multiphasée. Des études antérieures ont été faites pour déterminer les constantes d'élasticité mésoscopiques des films minces [Faurie, 2006]. En revanche, à notre connaissance, aucune étude n'a été faite sur des dépôts multiphasés. De plus, la plupart des études négligent la texture.

Dans cette partie, une complémentarité entre outils expérimentaux et modélisations est nécessaire pour aboutir aux objectifs visés, par approche inverse. Pour ceci, nous commencerons par une brève introduction sur la diffraction des rayons X. Ensuite, nous introduirons les différentes notions et modèles de transition d'échelles qui permettent de relier les quantités mésoscopiques mesurées par diffraction des rayons X aux quantités macroscopiques. Puis, nous formulerons le tenseur de rigidité effectif et la déformation mesurée par diffraction des rayons X d'un matériau multiphasé dans le cadre du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby [Eshelby, 1975].

Bien que le modèle autocohérent ait été formulé pour calculer les constantes d'élasticité macroscopiques d'un polycristal massif, il est utilisé dans le cadre de cette thèse pour déterminer les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase métastable W_β incluse dans un film de tungstène texturé et biphasé ($W_\alpha + W_\beta$). En effet le modèle autocohérent nous permettra d'exprimer les modules d'Young et de cisaillement, qui seront déterminés par la Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI), en fonction des constantes d'élasticité mésoscopiques des deux phases W_α et W_β . Ceci nous donnera deux équations indépendantes, or le tenseur de rigidité mésoscopique de la phase W_β est défini par trois coefficients indépendants. Donc si on veut déterminer les constantes d'élasticité du cristal de la phase W_β , il nous faut au moins une équation supplémentaire. Pour ceci on aura recours à la mesure des constantes d'élasticité radiocristallographiques (CER), par diffraction des rayons X sous chargement imposé, qui seront eux-mêmes exprimées à l'aide du modèle autocohérent en fonction des constantes d'élasticité mésoscopiques des deux phases W_α et W_β . Ces mesures permettront d'avoir autant d'équations supplémentaires que de plans cristallins utilisés pour la mesure des CER. Enfin à l'aide des équations obtenues définissant les modules d'Young et du

cisaillement et les CER ont peut déterminer les constantes d'élasticité de la phase W_β par approche inverse. La texture des deux phases ainsi que le taux de porosité dans le film seront pris en compte dans la modélisation. Le choix de la phase métastable W_β a été fait car les constantes d'élasticité de cette dernière ne sont pas connues dans la littérature. Ce travail nous permettra d'avoir un premier jeu de valeurs des constantes d'élasticité de la phase W_β .

2. Principe de la diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'investigation non destructive qui permet de caractériser la structure cristallographique d'un matériau cristallin. Elle consiste à irradier un volume du matériau par des rayons X ayant une longueur d'onde de l'ordre de la distance inter-atomique. Lors de l'interaction du faisceau incident avec la matière, on peut voir apparaître des pics d'intensité pour des angles de diffraction 2θ spécifiques (Figure IV. 1a). Cette augmentation brusque d'intensité se traduit par l'apparition d'une raie de diffraction sur le diffractogramme représentant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction 2θ (Figure IV. 1b).

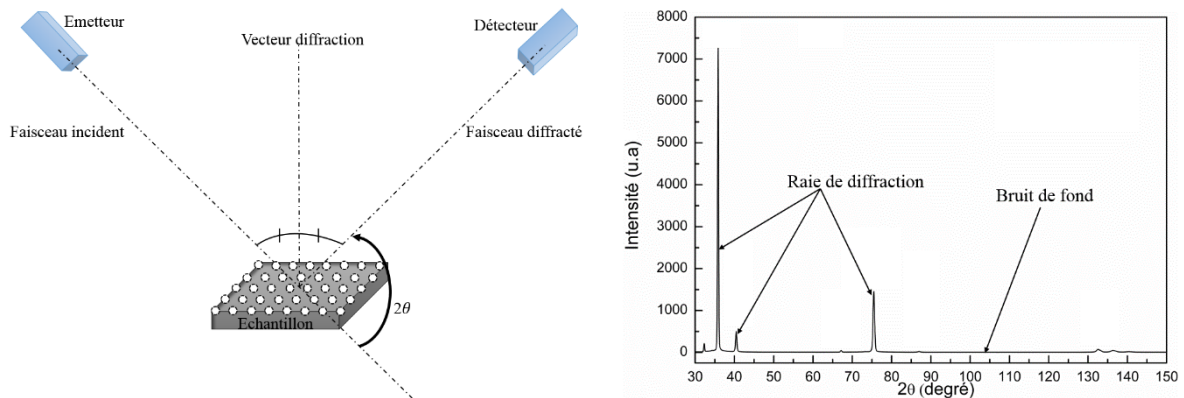


Figure IV. 1 : a) Schéma représentatif de la diffraction des rayons X, b) Diffractogramme acquis sur un dépôt de tungstène représentant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction 2θ .

La diffraction d'un faisceau incident n'aura lieu que si les deux conditions suivantes sont satisfaites :

- Le vecteur de diffraction est perpendiculaire au plan (hkl) .
- La condition de Bragg est validée.

h , k et l sont les indices de Miller du plan qui diffracte.

Le phénomène de diffraction permet de déterminer la distance interréticulaire d_{hkl} entre deux plans cristallographiques appartenant à la même famille de plans $\{hkl\}$ à l'aide de la condition de Bragg (équation IV. 1) [Schajer, 2013] :

$$2d^{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (\text{IV. 1})$$

Avec n un nombre entier naturel représentant l'ordre de diffraction, d_{hkl} la distance interréticulaire et λ la longueur d'onde du rayonnement utilisé.

3. Relation entre la diffraction et la déformation élastique

La DRX est l'un des outils les plus puissants pour caractériser le comportement élastique des matériaux cristallins. Elle repose sur l'utilisation de la structure cristallographique du matériau comme jauge de déformation. Sous l'effet d'une contrainte, le réseau cristallin se déforme ce qui engendre une variation de la distance interréticulaire et par conséquent un décalage du pic de diffraction (Figure IV. 2).

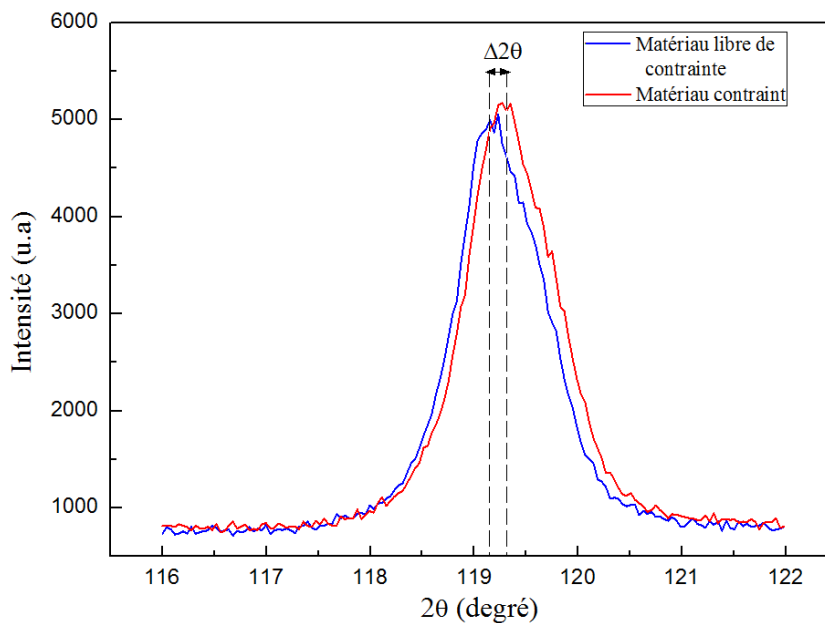


Figure IV. 2 : Représentation du décalage du pic de diffraction sous l'effet d'une contrainte.

Le décalage du pic de diffraction permet de mesurer la déformation élastique du matériau dans la direction de mesure qui est définie par la normale au plan diffractant ou par le vecteur diffraction qui est la bissectrice du faisceau incident et du faisceau diffracté (Figure IV. 3).

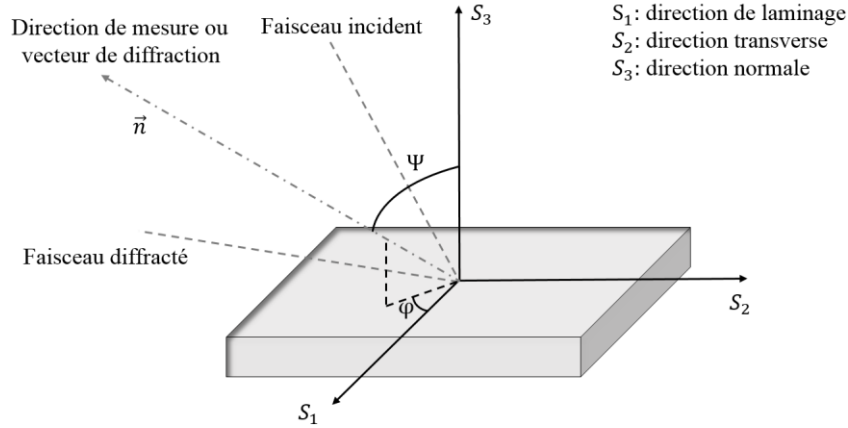


Figure IV. 3 : Définition de la direction de mesure \vec{n} par rapport au repère de l'échantillon (S_1, S_2, S_3)

Le vecteur \vec{n} définissant la direction de mesure est exprimé dans le repère de l'échantillon (S_1, S_2, S_3) à l'aide des angles φ et Ψ (Figure IV. 3) comme défini par l'équation (IV. 2). Plus de détails sur les géométries d'acquisition et les angles de diffraction peuvent être trouvés dans la bibliographie [François, 2008].

$$\vec{n} = \begin{pmatrix} \cos \varphi \sin \Psi \\ \sin \varphi \sin \Psi \\ \cos \Psi \end{pmatrix} \quad (\text{IV. 2})$$

La déformation est directement liée à la position du pic de diffraction par la relation suivante (équation IV. 3) [Badawi, 1993] :

$$\varepsilon_{(\varphi, \Psi)}^{hkl} = \ln \left(\frac{d_{\varphi \Psi}^{hkl}}{d_0^{hkl}} \right) = \ln \left(\frac{\sin \theta_0^{hkl}}{\sin \theta_{\varphi \Psi}^{hkl}} \right) \quad (\text{IV. 3})$$

Où d_0^{hkl} et θ_0^{hkl} représentent respectivement la distance interréticulaire et la position du pic de diffraction d'un matériau libre de contrainte et $d_{\varphi \Psi}^{hkl}$ et $\theta_{\varphi \Psi}^{hkl}$ sont respectivement la distance interréticulaire et la position du pic de diffraction du matériau contraint.

En exposant un matériau à un rayonnement X, seule une partie de la pièce est irradiée. Cette partie est appelée volume irradié ou volume élémentaire représentatif (VER), supposé représenter l'état mécanique macroscopique. Seule une partie de ce volume irradié va diffracter, elle est appelé le volume diffractant. Ce dernier est constitué par plusieurs domaines cohérents de diffraction (cristallites en position de diffraction) (Figure IV. 4). Il est

donc à la fois discontinu (non connexe) et varie d'une orientation à l'autre de l'échantillon. Par conséquent, la déformation mesurée par DRX ne correspond qu'à une partie du matériau. Donc elle ne donne pas directement accès à l'état mécanique macroscopique du matériau analysé. Afin de déterminer l'état mécanique macroscopique, une relation entre les différentes échelles doit être établie.

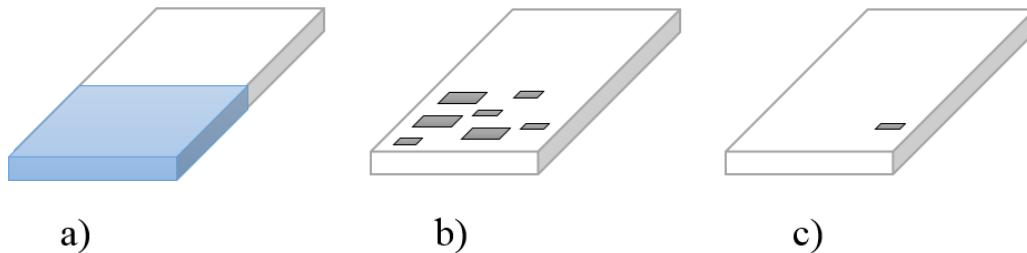


Figure IV. 4 : a) volume irradié, b) volume diffractant, c) domaine cohérent de diffraction.

4. Démarche de transition d'échelles appliquée à l'élasticité des matériaux

Le principe des modèles de transition d'échelles est de relier l'état mécanique macroscopique utile aux mécaniciens à l'état mécanique mésoscopique.

4.1. Les trois ordres d'états mécaniques

La nature sélective de la DRX présentée dans le paragraphe précédent nous amène à définir trois ordres d'états mécaniques [Macherauch, 1963] :

- L'ordre I : correspond à l'échelle macroscopique où les contraintes et les déformations sont définies continues sur des distances de l'ordre du millimètre. Il est proportionnel au volume irradié. L'état mécanique à cette échelle sera noté $\{\varepsilon^I, \sigma^I\}$.
- L'ordre II : c'est l'échelle mésoscopique qui correspond à une échelle intermédiaire entre l'échelle macroscopique et l'échelle microscopique. Les contraintes et les déformations sont définies continues sur des distances de l'ordre du micromètre. Il est proportionnel au volume diffractant. L'état mécanique à cette échelle sera noté $\{\varepsilon^{II}, \sigma^{II}\}$.
- L'ordre III : correspond à l'échelle microscopique où les contraintes et les déformations sont définies continues sur des distances de l'ordre de la distance inter-atomique. L'état mécanique à cette échelle sera noté $\{\varepsilon^{III}, \sigma^{III}\}$.

4.2. Définition du comportement élastique du matériau sur les différentes échelles

En premier lieu, nous introduirons les lois définissant le comportement élastique du matériau à chacune des échelles. En deuxième lieu, nous présenterons les lois de localisation et de concentration qui assurent le passage d'une échelle mésoscopique à une échelle macroscopique. Les états mécaniques microscopiques (d'ordre III) ne seront pas modélisés dans ce travail.

4.2.1. Comportement élastique macroscopique et mésoscopique

Nous commencerons en premier lieu par définir le comportement élastique du VER qui est supposé être assez grand pour permettre de décrire le comportement élastique macroscopique du matériau. La description est assurée par la loi de Hooke généralisée, équations IV. 4 et IV. 5 :

$$\sigma^I = C : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 4})$$

$$\varepsilon^I = S : \sigma^I \quad (\text{IV. 5})$$

σ^I et ε^I représentent respectivement la contrainte et la déformation macroscopique du matériau. C et S représentent respectivement le tenseur de rigidité et le tenseur de souplesse macroscopiques du matériau.

Le comportement élastique mésoscopique est aussi défini à l'aide de la loi de Hooke, équations IV. 6 et IV. 7 :

$$\sigma^{II}(\Omega) = c^i(\Omega) : \varepsilon^{II}(\Omega) \quad (\text{IV. 6})$$

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = s^i(\Omega) : \sigma^{II}(\Omega) \quad (\text{IV. 7})$$

$\sigma^{II}(\Omega)$ et $\varepsilon^{II}(\Omega)$ représentent respectivement la contrainte et la déformation mésoscopique. Ω représente l'orientation de chaque cristallite dans le repère de l'échantillon. $c^i(\Omega)$ et $s^i(\Omega)$ représentent le tenseur de rigidité et le tenseur de souplesse du monocristal de la phase i exprimés dans le repère de l'échantillon.

4.2.2. Passage d'une échelle mésoscopique à une échelle macroscopique : lois de localisation et de concentration

Le passage d'une échelle mésoscopique à une échelle macroscopique s'effectue à l'aide d'une relation exprimant la proportionnalité entre l'état mécanique mésoscopique et l'état mécanique macroscopique. D'après Kröner [Kröner, 1958], la contrainte mésoscopique peut être définie comme la somme de la contrainte macroscopique et un autre terme exprimant la différence entre la contrainte mésoscopique et la contrainte macroscopique (équation IV. 8). Une relation équivalente est aussi définie pour la déformation (équation IV. 9).

$$\sigma^{II}(\Omega) = \sigma^I + t(\Omega) : \sigma^I \quad (\text{IV. 8})$$

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = \varepsilon^I + u(\Omega) : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 9})$$

$t(\Omega)$ et $u(\Omega)$ sont des tenseurs d'ordre 4 appelés tenseur de polarisation.

Les équations IV. 8 et IV. 9 peuvent être écrites en termes de déformations sous la forme d'une équation dite de localisation (équation IV. 10) ou en termes de contraintes sous la forme d'une équation dite de concentration (équation IV. 12).

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = A(\Omega) : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 10})$$

$$A(\Omega) = I^{(4)} + u(\Omega) \quad (\text{IV. 11})$$

$$\sigma^{II}(\Omega) = B(\Omega) : \sigma^I \quad (\text{IV. 12})$$

$$B(\Omega) = I^{(4)} + t(\Omega) \quad (\text{IV. 13})$$

$A(\Omega)$ et $B(\Omega)$ sont des tenseurs d'ordre 4, appelés respectivement tenseur de localisation des déformations et tenseur de concentration des contraintes. $I^{(4)}$ est le tenseur identité d'ordre 4. Les tenseurs $A(\Omega)$ et $B(\Omega)$ (et donc $u(\Omega)$ et $t(\Omega)$) dépendent du modèle de transition d'échelles choisi pour la modélisation.

4.2.3. Cohérence de la contrainte et de la déformation

Pour avoir une cohérence entre la contrainte mésoscopique et la contrainte macroscopique, il faut que la contrainte macroscopique soit égale à la moyenne des

contraintes mésoscopiques dans toutes les cristallites, et de même pour la déformation macroscopique [Hill, 1967].

$$\sigma^I = \langle \sigma^{II}(\Omega) \rangle \quad (\text{IV. 14})$$

$$\varepsilon^I = \langle \varepsilon^{II}(\Omega) \rangle \quad (\text{IV. 15})$$

$\langle \rangle$ définit la moyenne sur toutes les cristallites constituant le VER.

5. Modèles de transition d'échelles

5.1. Modèle de Voigt

Voigt [Voigt, 1910] suppose que la déformation est homogène à l'échelle macroscopique (dans le VER) et égale à la déformation à l'échelle mésoscopique :

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = \varepsilon^I \quad (\text{IV. 16})$$

Ceci implique que :

$$A(\Omega) = I^{(4)} \quad (\text{IV. 17})$$

A l'aide des équations IV. 14, IV. 6 et IV. 16 on peut exprimer le tenseur de rigidité macroscopique en fonction du tenseur de rigidité du monocristal :

$$\sigma^I = \langle \sigma^{II}(\Omega) \rangle = \langle c^i(\Omega) : \varepsilon^{II}(\Omega) \rangle = \langle c^i(\Omega) \rangle : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 18})$$

$c^i(\Omega)$ représente le tenseur de rigidité du monocristal de la phase i exprimés dans le repère de l'échantillon.

Par analogie avec l'équation IV. 4 on peut écrire le tenseur de rigidité effectif C_V dans le cadre du modèle de Voigt :

$$C_V = \langle c^i(\Omega) \rangle \quad (\text{IV. 19})$$

5.2. Modèle de Reuss

Reuss [Reuss, 1929] suppose que la contrainte est homogène à l'échelle macroscopique (dans le VER) et égale à la contrainte à l'échelle mésoscopique :

$$\sigma^H(\Omega) = \sigma^I \quad (\text{IV. 20})$$

Ceci implique que :

$$B(\Omega) = I^{(4)} \quad (\text{IV. 21})$$

A l'aide des équations IV. 15, IV. 7 et IV. 20, on peut exprimer le tenseur de souplesse macroscopique en fonction du tenseur de souplesse du monocristal :

$$\varepsilon^I = \langle \varepsilon^H(\Omega) \rangle = \langle s^i(\Omega) : \sigma^H(\Omega) \rangle = \langle s^i(\Omega) \rangle : \sigma^I \quad (\text{IV. 22})$$

$s^i(\Omega)$ représente le tenseur de souplesse du monocristal de la phase i exprimés dans le repère de l'échantillon.

Par analogie avec l'équation IV. 5 on peut écrire le tenseur de souplesse effectif S_R dans le cadre du modèle de Reuss :

$$S_R = \langle s^i(\Omega) \rangle \quad (\text{IV. 23})$$

5.3. Modèle de Hill

Les modèles de Voigt et de Reuss sont basés sur deux hypothèses différentes. Celui de Voigt satisfait la condition de cohérence des déformations et ne respecte pas la cohérence des contraintes tandis que le modèle de Reuss satisfait la cohérence des contraintes et ne respecte pas la cohérence des déformations. Hill a démontré que les modèles de Voigt et de Reuss définissent les bornes supérieures et inférieures du comportement du polycristal et il a proposé de calculer le tenseur de rigidité macroscopique en faisant la moyenne des tenseurs de rigidité donnés par les modèles de Voigt et de Reuss [Hill, 1952] :

$$C_H = \frac{1}{2}(C_V + C_R) \quad (\text{IV. 24})$$

Hill a mentionné que la moyenne arithmétique ou la moyenne géométrique des tenseurs de rigidité effectifs calculés par Voigt et Reuss peuvent être adoptés comme une approximation du tenseur de rigidité macroscopique [Hill, 1952 ; Watt, 1976]. Cette approche ne satisfait ni la cohérence des déformations (compatibilité), ni celle des contraintes (équilibre mécanique).

5.4. Le modèle autocohérent de Kröner-Eshelby

Le principe de base du modèle autocohérent a été proposé par Kröner [Kröner, 1958]. Il consiste à relier l'état mécanique macroscopique à l'état mécanique mésoscopique à l'aide d'un tenseur de polarisation (équations IV. 8 et IV. 9) satisfaisant à la fois la cohérence des déformations et la cohérence des contraintes. Pour déterminer ce tenseur de polarisation, Kröner s'est basé sur les travaux effectués par Eshelby [Eshelby, 1957] pour résoudre le problème d'une inclusion plongée dans une matrice infinie et soumise à des chargements mécaniques à l'infini.

Le tenseur de polarisation déterminé par Kröner dans le cadre de ses travaux effectués pour déterminer le tenseur de rigidité effectif à partir du tenseur de rigidité du monocristal est donné par l'équation IV. 25 :

$$u(\Omega) = [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} - I \quad (\text{IV. 25})$$

Ce qui nous permet d'écrire :

$$A(\Omega) = [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \quad (\text{IV. 26})$$

P est un tenseur non symétrique du quatrième ordre, appelé tenseur de Morris [Morris, 1970]. Il dépend de la morphologie de l'inclusion et de la rigidité de la matrice. Dans le cas d'une inclusion de forme ellipsoïdale, le tenseur de Morris s'écrit sous la forme suivante [Kocks, 1998] :

$$P_{ijkl} = \frac{1}{4\pi} \int_0^\pi \sin \theta \, d\theta \int_0^{2\pi} \gamma_{ijkl} \, d\phi \quad (\text{IV. 27})$$

Avec :

$$\gamma_{ijkl} = K_{ij}^{-1}(\xi)\xi_k\xi_l \quad (\text{IV. 28})$$

$$K_{ip}(\xi) = C_{ijpl}\xi_j\xi_l \quad (\text{IV. 29})$$

$$\xi_1 = \frac{\sin \theta \cos \phi}{a_1} \quad \xi_2 = \frac{\sin \theta \sin \phi}{a_2} \quad \xi_3 = \frac{\cos \theta}{a_3} \quad (\text{IV. 30})$$

$0 < \theta < \pi$ et $0 < \phi < 2\pi$ sont les angles qui définissent la direction en coordonnées sphérique du vecteur ξ par rapport aux axes de l'ellipsoïde de longueurs $2a_1$, $2a_2$ et $2a_3$. Les trois rapports présentés par l'équation (IV. 30) décrivent la texture morphologique du matériau [Kocks, 1998].

Par substitution de l'équation IV. 26 dans l'équation IV. 10, on peut écrire la localisation de la déformation sous la forme suivante (équation IV. 31) :

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = \langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 31})$$

5.4.1. Formulation du tenseur de rigidité effectif du polycristal pour un matériau multiphasé dans le cadre du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby

Le comportement élastique macroscopique du polycristal (équation IV. 32) et mésoscopique des phases (équation IV. 33) peuvent être définis par la loi de Hooke. Afin d'alléger les équations, à partir de ce moment la déformation mésoscopique sera noté ε^i au lieu de ε^{II} . L'indice i représente la phase.

$$\sigma^I = C : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 32})$$

$$\sigma^i = c^i : \varepsilon^i \quad (\text{IV. 33})$$

Le comportement moyen d'un matériau multiphasé s'écrit de la manière suivante, équations (IV. 34) et (IV. 35) :

$$\sigma^I = \sum_{i=1}^n x_i \langle \sigma^i \rangle_{V_i} \quad (\text{IV. 34})$$

$$\varepsilon^I = \sum_{i=1}^n x_i \langle \varepsilon^i \rangle_{V_i} \quad (\text{IV. 35})$$

$\langle \sigma^i \rangle_{V_i}$ et $\langle \varepsilon^i \rangle_{V_i}$ représentent respectivement la contrainte et la déformation mésoscopiques moyennées sur le volume V_i de la phase i et x_i la fraction volumique de la phase i .

L'équation de localisation de la déformation s'écrit comme suit (équation IV. 36) :

$$\varepsilon^i(\Omega) = \langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 36})$$

A partir de l'équation IV. 34, la contrainte macroscopique peut s'écrire sous la forme suivante (équation IV. 37) :

$$\sigma^I = \sum_{i=1}^n x_i \langle c^i(\Omega) : \varepsilon^i(\Omega) \rangle_{V_i} \quad (\text{IV. 37})$$

En substituant l'équation IV. 36 dans l'équation IV. 37, on obtient l'équation IV. 38 :

$$\sigma^I = \sum_{i=1}^n x_i \langle c^i(\Omega) : [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{V_i} : \varepsilon^I \quad (\text{IV. 38})$$

Par analogie entre l'équation IV. 38 et l'équation IV. 32, on peut déduire l'expression du tenseur de rigidité effectif C du polycristal au travers d'une équation implicite qui doit être résolue par itérations (équation IV. 39) :

$$C = \sum_{i=1}^n x_i \langle c^i(\Omega) : [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{V_i} \quad (\text{IV. 39})$$

5.4.2. Formulation de la déformation obtenue en diffraction pour un matériau multiphasé dans le cadre du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby

En remplaçant la déformation macroscopique dans l'équation IV. 36, on obtient l'équation IV. 40 qui donne la déformation élastique moyenne d'une phase :

$$\varepsilon^i(\Omega) = \langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle : C^{-1} : \sigma^I \quad (\text{IV. 40})$$

Le volume qui diffracte dans un polycristal est un ensemble de cristallites ayant des orientations Ω spécifiques. La déformation mesurée par diffraction est obtenue en faisant la moyenne sur ce volume diffractant puis en projetant la déformation (équation IV. 40) dans la direction de la mesure. On obtient alors la déformation de la phase i dans la direction de mesure définie par le vecteur \vec{n} , (équation IV. 2), lui-même défini par les angles d'inclinaison Ψ et d'azimut φ (équation IV. 41) :

$$\varepsilon_{(\varphi, \Psi)}^i = \vec{n} \cdot \langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} : \sigma^I \cdot \vec{n} \quad (\text{IV. 41})$$

$\langle \rangle_{VD}$ définit la moyenne sur le volume diffractant.

6. Les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER)

La DRX nous donne accès à une grandeur mésoscopique, la déformation $\varepsilon_{(\varphi, \Psi)}$ dans la direction de la mesure, qui correspond à la moyenne des déformations des cristallites en position de diffraction. Cette grandeur expérimentale est spécifique aux cristallites contribuant à la diffraction. Par conséquent, la contrainte macroscopique ne peut pas être reliée à la déformation du volume diffractant par l'intermédiaire des constantes d'élasticité macroscopiques du matériau étudié.

Dans l'optique d'étudier les contraintes dans les matériaux polycristallins, les contraintes macroscopiques ont été reliées à la déformation élastique mesurée par diffraction à l'aide des Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) $F_{ij}(hkl, \varphi, \Psi)$ (équation IV. 42) [Hauk, 1997].

$$\varepsilon_{(\varphi, \Psi)}(hkl) = F_{ij}(hkl, \varphi, \Psi) \sigma_{ij}^I \quad (\text{IV. 42})$$

Avec h , k et l les indices de Miller, $\varepsilon_{(\varphi, \Psi)}(hkl)$ représente la déformation moyenne mesurée sur une famille de plans $\{hkl\}$ dans la direction de la mesure définie par les angles d'inclinaison Ψ et d'azimut φ et σ_{ij}^I représente la contrainte macroscopique.

[Dölle, 1979] définit les CER comme la moyenne des constantes d'élasticité des monocristaux des cristallites contribuant à la diffraction. Les CER peuvent être déterminées

expérimentalement ou à partir des constantes d'élasticité du monocristal à l'aide d'un modèle micromécanique (Voigt, Reuss, Kröner-Eshelby...). Ces modèles micromécaniques ont été appliqués pour déterminer les CER pour des matériaux isotropes et texturés [Glocker, 1938 ; Schiebold, 1938 ; Sprauel, 1989 ; Barral, 1987 ; Baczanski, 2003]. Les CER ont été aussi déterminés expérimentalement par des essais de diffraction des rayons X ou de diffraction des neutrons sous chargement imposé [Fréour, 2005 ; Gnäupel-Herold, 1998 ; Martinschitz, 2006 ; Gnäupel-Herold, 2012 ; Howard, 1999 ; Hayakawa ; 1985].

Dans le cas d'un matériau homogène et isotrope les CER peuvent s'écrire sous la forme suivante (équation IV. 43) :

$$\begin{aligned}
 F_{11} &= \frac{1}{2} S_2(hkl) \cos^2 \varphi \sin^2 \Psi + S_1(hkl) & F_{22} &= \frac{1}{2} S_2(hkl) \sin^2 \varphi \sin^2 \Psi + S_1(hkl) \\
 F_{33} &= \frac{1}{2} S_2(hkl) \cos^2 \Psi + S_1(hkl) & F_{23} &= \frac{1}{4} S_2(hkl) \sin \varphi \sin 2\Psi \\
 F_{31} &= \frac{1}{4} S_2(hkl) \cos \varphi \sin 2\Psi & F_{12} &= \frac{1}{4} S_2(hkl) \sin 2\varphi \sin^2 \Psi
 \end{aligned}
 \tag{IV. 43}$$

6.1. Méthode expérimentale de détermination des CER

Les CER d'un plan $\{hkl\}$ sont généralement déterminées à l'aide de mesures de déformations par DRX ou diffraction des neutrons sur un échantillon soumis à différents niveaux de déformations imposées. Les déformations sont habituellement appliquées à l'aide d'un dispositif de chargement qui permet de remonter facilement à la contrainte macroscopique à partir de la déformation macroscopique appliquée.

Dans le cas de l'application d'une contrainte uniaxiale σ_{11} la déformation $\varepsilon_{\varphi\Psi}$ est définie par l'équation (IV. 44) :

$$\varepsilon_{(\varphi,\Psi)} = F_{11}(\sigma_{11}^A + \sigma_{11}^R) + F_{22}\sigma_{22}^R + F_{33}\sigma_{33}^R + 2F_{12}\sigma_{12}^R + 2F_{13}\sigma_{13}^R + 2F_{23}\sigma_{23}^R
 \tag{IV. 44}$$

Où σ_{ij}^A et σ_{ij}^R représentent respectivement la contrainte appliquée et la contrainte résiduelle.

En supposant que la déformation appliquée à l'échantillon est purement élastique c'est-à-dire que le niveau des contraintes résiduelles ne change pas durant le chargement, la différence de déformation entre deux niveaux de chargement permet d'écrire la variation de la déformation en fonction des contraintes appliquées et des CER (équation IV. 45) :

$$\frac{\Delta\varepsilon_{(\varphi,\psi)}}{\Delta\sigma_{11}^A} = F_{11} \quad (\text{IV. 45})$$

La composante 11 des CER peut être déterminée à partir de l'équation IV. 45. Dans le cas d'un matériau isotrope (équation IV. 43) et pour $\varphi = 0$, $\frac{1}{2}S_2(hkl)$ est la pente et $S_1(hkl)$ est l'ordonnée à l'origine de la droite qui représente F_{11} en fonction de $\sin^2 \psi$.

7. Détermination des constantes d'élasticité d'un cristal

En fonction de la structure cristalline de la phase étudiée, la détermination des constantes d'élasticité du cristal revient, entre autres, à résoudre un nombre n d'équations supérieur ou égal au nombre des coefficients indépendants définissant le tenseur de rigidité du cristal. Pour illustrer cette idée, on prend comme exemple un matériau polycristallin ayant un comportement élastique isotrope et composé d'une phase de structure cubique. Le tenseur de rigidité mésoscopique de la phase étudiée est défini à l'aide de trois coefficients indépendants. Donc la détermination des coefficients recherchés implique la résolution d'un système de trois équations à trois inconnues. Dans ce cas trois valeurs expérimentales sont nécessaires pour alimenter les équations qui seront développées à l'aide d'un modèle de transition d'échelles. Certains auteurs se sont servis des constantes d'élasticité macroscopiques du polycristal et des CER et d'autres se sont servis des constantes d'élasticité macroscopiques du polycristal et des déformations mesurées par diffraction sous chargement imposé.

- Travaux de Hayakawa et al. [Hayakawa, 1985] : Ils ont déterminé les constantes d'élasticité du monocristal (CEM) d'un alliage de Fe-31Ni à l'aide du modèle de Kröner-Eshelby isotrope après avoir déterminé expérimentalement le module d'Young et une CER $S_1(hkl)$. Le module d'Young a été déterminé par flexion quatre points. Le même dispositif a été aussi utilisé pour réaliser des essais de diffraction sous chargement imposé pour déterminer $S_1(hkl)$. Deux niveaux de chargements différents ont été appliqués et la déformation mésoscopique a été déterminée sur cinq différentes

familles de plan. La texture du matériau a été négligée. Les auteurs ont mentionné que la qualité des résultats dépend principalement de la qualité de mesure des CER.

- Travaux de Gnaüpel-Herold et al. [Gnaüpel-Herold, 1998] : Ils ont déterminé les CEM de trois différents matériaux : acier, cuivre et aluminium. Pour ce faire, ils ont déterminé les CER, $S_1(hkl)$ et $\frac{1}{2}S_2(hkl)$ à l'aide d'essais de diffraction des neutrons sous chargement de traction et compression imposé. Puis en minimisant une fonction, qui est définie par la différence entre les CER mesurées et les CER calculées, ils ont calculé les CEM des matériaux étudiés. La texture cristallographique du matériau a été négligée.
- Travaux de Fréour et al [Fréour, 2005] : Fréour et al. ont déterminé les CEM d'une phase incluse (la phase β métastable du titane) dans un polycristal biphasé. Pour ce faire, ils ont déterminé les constantes d'élasticité macroscopiques du polycristal par le biais d'un essai de traction pour le module d'Young, et d'un essai de propagation d'ondes ultrasonores de cisaillement pour le module de cisaillement, puis les constantes d'élasticité pseudo-macroscopiques de la phase étudiée à l'aide du modèle de Kröner-Eshelby. Les CER ont été déterminées par des essais de DRX sous chargement de flexion imposé. Le modèle autocohérent de Kröner-Eshelby a été mis en place pour un polycristal biphasé et, à l'aide des données déterminées expérimentalement, les CEM de la phase β métastable du titane ont été calculées.
- Travaux d'Efstathiou et al. [Efstathiou, 2010] : Ils ont utilisé la diffraction des rayons X à haute énergie (HEDM) disponible au synchrotron (APS, Advanced Photon Source) pour déterminer les déformations mésoscopiques correspondant à différents plans cristallins appartenant à quatre grains qu'ils ont choisis. Ensuite, ils ont modélisé le comportement de ces quatre grains à l'aide d'un modèle éléments finis. Les essais de diffractions ont été faits sous chargement de traction imposé. La charge appliquée et la déformation macroscopique ont été mesurées respectivement à l'aide d'une cellule de force et des jauges de déformation. Les CEM d'un alliage de titane ont été déterminées en minimisant la différence entre les déformations mesurées expérimentalement et les déformations calculées avec le modèle éléments finis. La texture du matériau a été introduite dans le modèle éléments finis à l'aide de la fonction des distributions d'orientations (ODF). La détermination des CEM de

l'alliage de titane a ensuite permis aux auteurs de déterminer le tenseur de contraintes résiduelles dans le matériau.

- Travaux de Faurie et al [Faurie, 2006 ; Faurie, 2004] : Ils ont déterminé les CEM de deux dépôts d'or, l'un non texturé et l'autre ayant une texture de fibre de direction {111}. Afin de déterminer les CEM des deux films, ils ont effectué des essais de diffraction sous chargement de traction imposé sur un ensemble film+substrat. Les films d'or ont été déposés sur un substrat en kapton (polyimide). Le film d'or non texturé présente un comportement macroscopique isotrope tandis que le film ayant une texture de fibre présente un comportement macroscopique anisotrope. La texture et l'anisotropie du film ont été prises en compte dans la détermination des CEM. Ils ont aussi mentionné que dans le cas du film d'or non texturé, sous application d'une même charge, les plans {400} subissent une plus grande déformation que les plans {222}. La déformation est environ deux fois plus grande pour (400) que pour (222) dans les mêmes conditions de chargement. L'effet de la texture sur le module d'Young et le coefficient de Poisson a été quantifié. Des différences de 10% sur le module d'Young et 20% sur le coefficient de Poisson ont été observées entre le film d'or non texturé et le film d'or texturé [Faurie, 2006]. Ils ont aussi déterminé le coefficient de Poisson et le module d'Young d'un dépôt de tungstène non texturé en utilisant la DRX sous chargement de traction imposé [Faurie, 2004]. Borgese et al [Borgese, 2012] ont aussi utilisé la même méthode pour déterminer le coefficient de Poisson et le module d'Young d'une couche mince de TiO_2 déposée par ALD (Atomic Layer Deposition).

A partir de cette courte synthèse bibliographique, on peut remarquer que la plupart des chercheurs ont travaillé sur des dépôts monophasés et n'ont pas pris en compte la texture. Or dans la plupart des cas, les couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron sont texturées et multiphasées. Par ailleurs, la détermination des CEM nécessite à la fois des mesures macroscopiques et des mesures de CER. Dans le cas des films minces, il est difficile de faire des mesures précises par traction ou par propagation d'ultrasons ce qui rend intéressant les méthodes utilisant la TEI qui ont été développées dans les chapitres précédents. Dans ce qui suit, une méthodologie qui permet de déterminer les constantes d'élasticité du cristal d'une phase incluse dans un dépôt biphasé texturé sera présentée et appliquée pour déterminer les constantes d'élasticité du monocristal de la phase W_β métastable du tungstène.

Les constantes d'élasticité de cette phase ne sont pas connues dans la littérature ce qui motive la présente étude.

8. Elaboration et caractérisation

8.1. Elaboration

Un réacteur Plassys-MP450 a été utilisé pour déposer des couches minces de tungstène à température ambiante par pulvérisation cathodique magnétron sur des substrats en verre, en acier inoxydable (316L) et en silicium. Une cible de tungstène de forme rectangulaire ($200 * 100 * 6 \text{ mm}^3$) ayant une pureté de l'ordre de 99.95% a été utilisée. Les substrats de verre, dont les dimensions sont présentées dans le tableau IV. 4, ont été utilisés pour déterminer le module d'Young et le module de cisaillement des couches minces par TEI. Les substrats d'acier de longueur $l = 70 \text{ mm}$, d'épaisseur $h_s = 0.25 \text{ mm}$ et de largeur $b = 20 \text{ mm}$ ont été utilisés pour les essais de DRX sous chargement imposé et pour la détermination des contraintes résiduelles par la méthode de Stoney. Les substrats de silicium ont été utilisés pour l'imagerie par microscope électronique à balayage (MEB). Les substrats ont été nettoyés à l'éthanol et à l'acétone puis fixés sur un porte-substrat animé d'une rotation (3 tr/min) afin de garantir l'homogénéité du dépôt. La distance cible-substrat a été fixée à 8 cm . Un vide poussé de l'ordre de 10^{-4} Pa a tout d'abord été créé à l'intérieur de l'enceinte grâce à un système de pompage. Avant la phase de dépôt, la cible de tungstène a été décapée pour éliminer les impuretés et la contamination de surface. Les substrats ont été polarisés par un RF (radio fréquence, 13,56 MHz, une puissance appliquée de 200 W) et nettoyés par des ions d'argon pendant 10 min (débit d'argon de 25 sccm). Le dépôt a été réalisé, sans RF, sous basse pression de $0,3 \text{ Pa}$ avec un débit d'argon de 20 sccm et une décharge de 1 A , appliquée à la cible de tungstène à l'aide d'un générateur de courant continu pulsé. Le dépôt a été réalisé pendant 4 heures sur l'une des deux faces des substrats et nous avons obtenu une couche de tungstène d'une épaisseur $h_d = 2.1 \mu\text{m}$.

8.2. Morphologie

La morphologie de la couche de tungstène déposée a été observée à l'aide d'un microscope électronique Hitachi S3500 SEM-FEG. La Figure IV. 5 montre que la couche déposée présente une morphologie colonnaire. Ceci peut être dû à la pression de travail et à la non application d'une tension de polarisation (RF). L'aspect colonnaire de la couche déposée nous permet de confirmer que les revêtements déposés ne sont pas parfaitement denses.

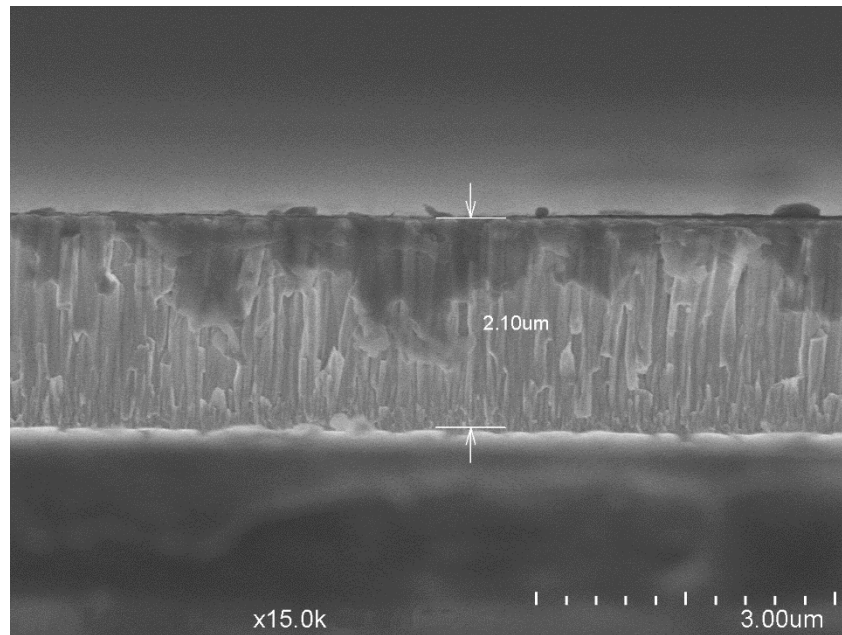


Figure IV. 5 : Image MEB de la section transversale du film de tungstène déposé.

8.3. Structure cristalline et texture des couches déposées

L'analyse de la structure cristalline et de la texture de la couche de tungstène déposée a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, Bruker D8 Advance, équipé d'une anticathode de cuivre délivrant un rayonnement de longueur d'onde $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$. Le tube de cuivre est utilisé en mode foyer ponctuel avec un collimateur de 1 mm.

Etant donné que les couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron ont généralement une orientation cristallographique non aléatoire, un protocole expérimental dont le but est de mieux faire diffracter toutes les familles des plans $\{hkl\}$ a été adopté. Il consiste à faire diffracter le matériau étudié suivant différentes directions de mesure (φ, Ψ). Les angles de mesure ont été balayés de la manière suivante :

- Un balayage en φ entre 0° et 360° .
- Un balayage en Ψ entre 0° et 60° .
- Un balayage en 2θ entre 30° et 150° .

Le pas de mesure sur les angles (φ, Ψ) a été défini en utilisant la méthode de projection à surfaces égales (equal area projection) introduite par Matthies et Wenk [Matthies, 1992 ; Kocks, 1998]. Une résolution de 10° a été définie sur les angles d'inclinaison et d'azimut.

8.3.1. Analyse structurale

La recherche des différentes phases présentes dans la couche de tungstène déposée a été faite sur la somme des diffractogrammes collectés à l'aide du protocole défini dans la section 8.3. Le diffractogramme somme est présenté sur la Figure IV. 6. Son analyse révèle la présence de deux phases : une phase stable de structure cubique centré W_α et une phase métastable de structure cubique W_β . Les facteurs favorisant la formation de la phase W_β métastable ont été évoqués dans le chapitre III.

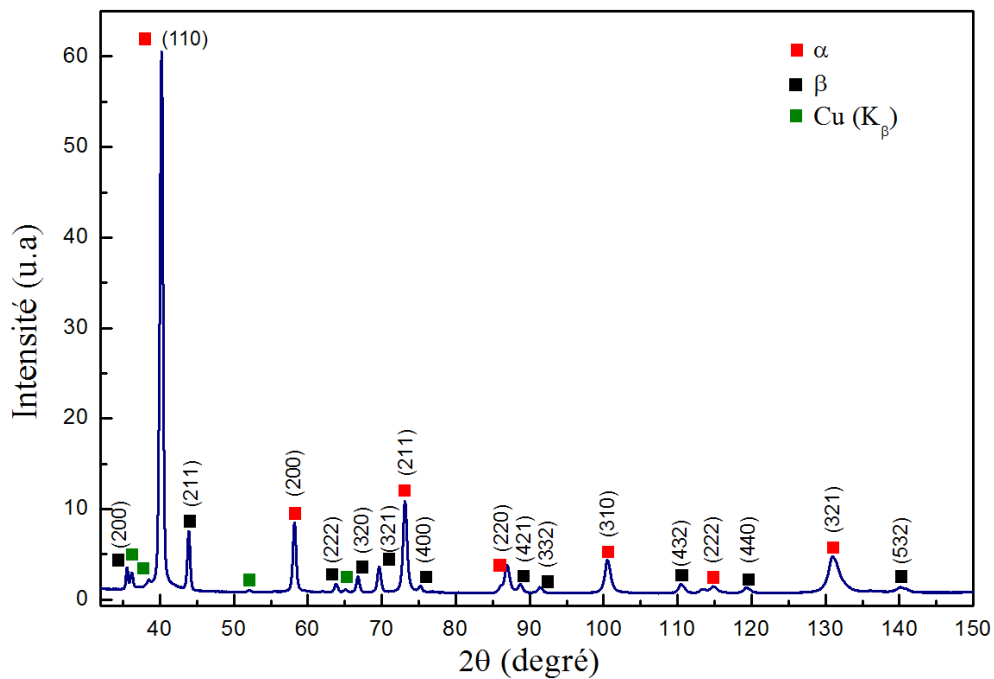


Figure IV. 6 : Somme des diffractogrammes collectés à l'aide du protocole expérimental présenté dans la section 8.3.

8.3.2. Détermination des proportions des phases

Afin de déterminer les proportions des phases W_α et W_β présentes dans le dépôt de tungstène, le diffractogramme présenté sur la Figure IV. 6 a été traité à l'aide du logiciel MAUD « Material Analysis Using Diffraction » [Lutterotti, 1999]. Ce logiciel permet de déterminer les paramètres cristallographiques, les proportions des phases, les microdéformations, les contraintes, la taille des cristallites et d'autres paramètres en simulant un diffractogramme expérimental en utilisant la méthode de Rietveld [Rietveld, 1969]. La figure IV. 7 présente le diffractogramme simulé avec MAUD et le diffractogramme expérimental du film de tungstène déposé. La texture a été introduite dans MAUD en utilisant

les fonctions standards qui définissent la texture à l'aide des angles de Roe-Matthies [Bunge, 1982]. La détermination de ces angles sera détaillée plus tard dans le texte. Les proportions volumiques des phases déterminées suite à l'affinement sont les suivantes :

- 74.4 % de phase W_α .
- 25.6 % de phase W_β .

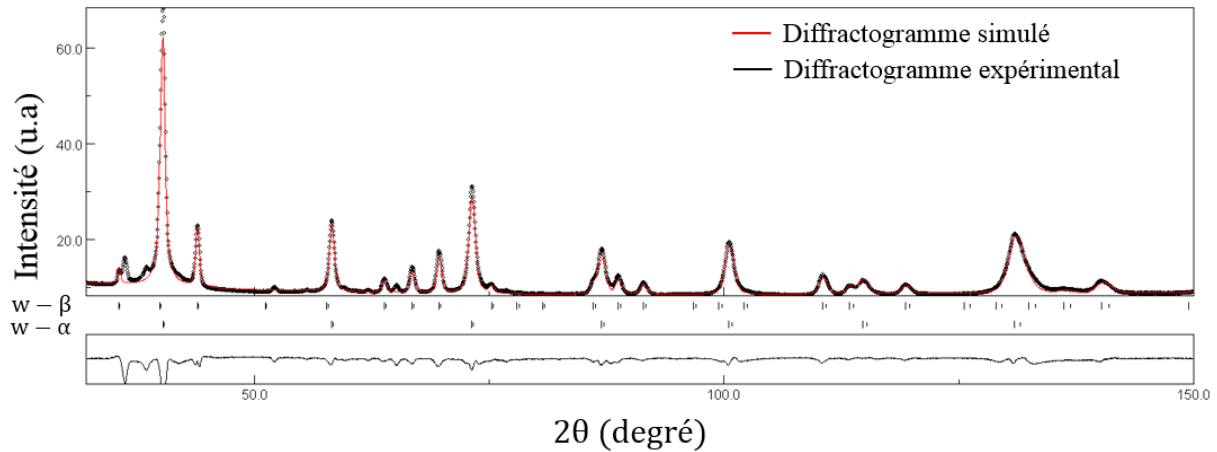


Figure IV. 7 : Ajustement du diffractogramme simulé par rapport au diffractogramme expérimental du film de tungstène déposé en utilisant MAUD.

8.3.3. Orientation cristallographique

Un matériau polycristallin est constitué de cristallites qui sont généralement réparties dans le matériau d'une façon ordonnée. Leurs orientations dépendent du procédé de fabrication et des traitements que subit la matière au cours des différentes étapes de production. L'orientation préférentielle générée suite à l'élaboration peut avoir une influence sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux.

Afin de définir l'orientation cristalline d'un matériau, deux différents repères sont attribués respectivement au cristal et à l'échantillon. La Figure IV. 8 représente le repère du cristal (Crystal C) et le repère de l'échantillon (Sample S). Les vecteurs S_1 et S_2 sont définis dans le plan du substrat et S_3 est défini d'une manière que le repère (S_1, S_2, S_3) soit un repère orthonormé direct. S_1 est choisi parallèle à la direction de la longueur du substrat. (Figure IV. 3). Les axes C_1 , C_2 et C_3 du repère du cristal sont respectivement définis par les orientations cristallographiques $[100]$, $[010]$ et $[001]$. Pour décrire une orientation cristallographique, il est nécessaire de relier le repère du cristal au repère de l'échantillon. Pour ce faire, on définit une matrice qui permet le passage du repère du cristal au repère de l'échantillon. Cette

matrice peut être définie de différentes manières [Randle, 2001 ; Kocks, 1998]. Dans ce travail les angles d'Euler selon la convention de Bunge ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) [Bunge, 1982] seront utilisés pour décrire l'orientation (Ω) des cristallites. La matrice de passage est définie par trois rotations consécutives :

- Une première rotation d'un angle φ_1 ($0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$) autour de l'axe S_3 .
- Une deuxième rotation d'un angle Φ ($0 \leq \Phi \leq \pi$) autour de l'axe S'_1 .
- Une troisième rotation d'un angle φ_2 ($0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$) autour de l'axe S''_3 .

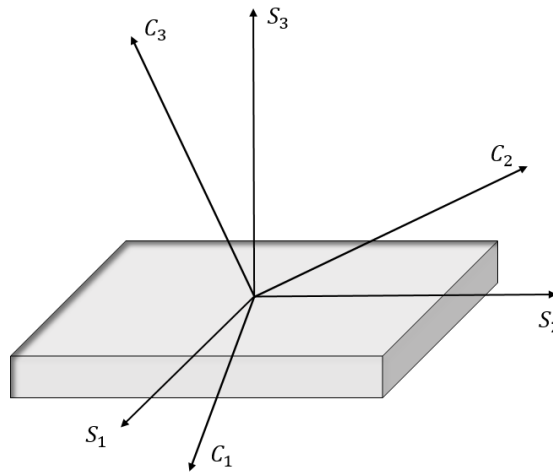


Figure IV. 8 : Repère du cristal (C_1, C_2, C_3) et repère de l'échantillon (S_1, S_2, S_3).

La matrice de passage g est définie par l'équation IV. 46 :

$$g = g_{\varphi_2} \cdot g_{\Phi} \cdot g_{\varphi_1} \quad (\text{IV. 46})$$

Avec :

$$g_{\varphi_1} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}, \quad g_{\Phi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \sin \Phi \\ 0 & -\sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}, \quad g_{\varphi_2} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

L'expression de g est définie par l'équation IV. 47 :

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix} \quad (\text{IV. 47})$$

Les angles de Bunge ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) permettant de définir l'orientation cristallographique du dépôt $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ par rapport au repère de l'échantillon peuvent être déterminés à partir des relations suivantes [Bunge, 1982] :

$$\Phi = \cos^{-1} \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{IV. 48})$$

$$\varphi_2 = \cos^{-1} \frac{k}{\sqrt{h^2 + k^2}} = \sin^{-1} \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2}} \quad (\text{IV. 49})$$

$$\varphi_1 = \sin^{-1} \left[\frac{w}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{h^2 + k^2}} \right] \quad (\text{IV. 50})$$

Dans cette section les orientations cristallographiques des deux phases W_α et W_β seront déterminées à partir des figures de pôles qui seront tracées à l'aide des diffractogrammes collectés grâce au protocole expérimental défini dans la section 8.3.

La figure IV. 9 représente les figures de pôles expérimentales des familles de plans $\{200\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β tracées en utilisant le logiciel DIFFRAC.TEXTURE. La phase W_β admet une texture de pôle $\{100\}$ et d'orientation $\langle 0\bar{1}0 \rangle$. Cependant, on remarque que la texture réelle ne correspond pas parfaitement à l'orientation idéale $\{100\}\langle 0\bar{1}0 \rangle$. On peut notamment observer sur la figure IV. 9 que les différents pôles sont légèrement décalés vers le bas. On peut aussi noter que ces pôles ne sont pas parfaitement ponctuels et s'étalent sur une dizaine de degré. Le décalage des pôles peut être dû à l'angle formé entre la normale à la surface du substrat et le flux de matière évaporée [Sohn, 1994].

La figure IV. 10 montre les figures de pôles expérimentales des familles de plans $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ de la phase W_α tracées en utilisant le logiciel DIFFRAC.TEXTURE. La phase W_α admet une texture de pôle $\{110\}$ et d'orientation $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. On peut remarquer sur la figure IV. 10 que la texture n'est pas parfaitement idéale. Semblablement au cas de la texture de la phase W_β , les pôles d'intensité sont décalés vers le bas d'un angle de l'ordre de 5° et étalés sur une dizaine de degrés. Ceci peut être dû à l'angle formé entre la normale à la surface du substrat et le flux de matière à déposer [Sohn, 1994].

Les couches déposées sur les substrats d'acier (316L) présentent la même texture que les dépôts élaborés sur les substrats en verre. Ceci permet de conclure que, dans notre cas, la

texture est davantage gouvernée par la croissance du dépôt plutôt que par une épitaxie sur le substrat.

Les équations IV. 48, IV. 49 et IV. 50 permettent de déterminer les angles qui définissent une orientation idéale. Or dans notre cas, la texture de la couche déposée n'est pas parfaite. Afin de décrire la texture de notre dépôt, on supposera que les pôles sont parfaitement concentrés et ne s'étalent pas sur quelques degrés. Ceci nous permettra de décrire la texture de chacune des phases à l'aide d'une seule orientation. Le décalage des pôles vers le bas sera pris en compte. Les angles de Bunge ont été déterminés à l'aide d'un programme Mathematica, écrit par M. François, qui permet de tracer une figure de pôles à l'aide des angles d'Euler selon la convention de Bunge.

La figure IV. 11 présente les orientations idéales $\{100\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β . Les angles utilisés sont les suivants : $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 95^\circ$, $\varphi_2 = 90^\circ$. Par comparaison avec les figures de pôles expérimentales de la phase W_β (Figure IV. 9), on remarque que les pôles d'intensité sont situés aux mêmes positions. Donc, on peut conclure que la texture de la phase W_β peut être décrite à l'aide des angles définis ci-dessus.

La figure IV. 12 représente les orientations idéales $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ de la phase W_α . Les angles utilisés sont les suivants : $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 40^\circ$. Par comparaison avec les figures de pôles expérimentales de la phase W_α présentées sur la figure IV. 10, on remarque que les pôles d'intensité sont situés aux mêmes positions. Donc, on peut conclure que la texture de la phase W_α peut être décrite à l'aide des angles définis ci-dessus.

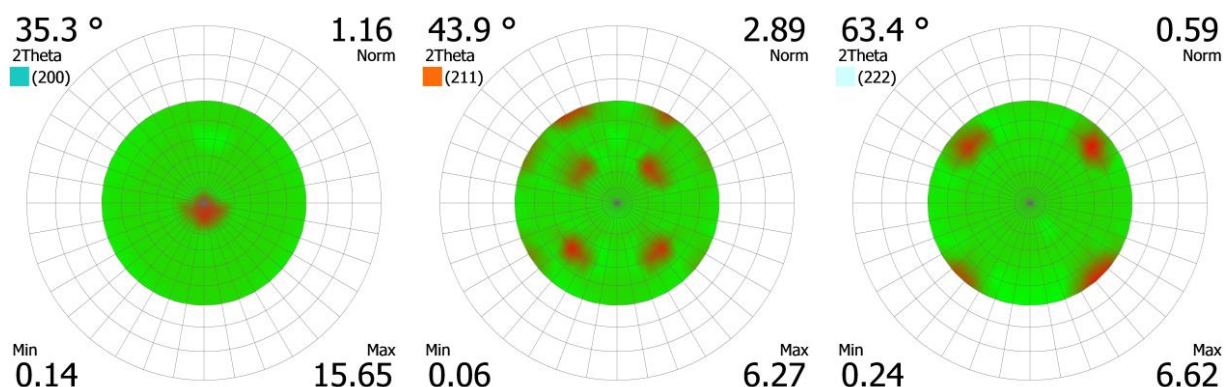


Figure IV. 9 : Figures de pôles expérimentales $\{200\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β de la couche de tungstène déposée. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

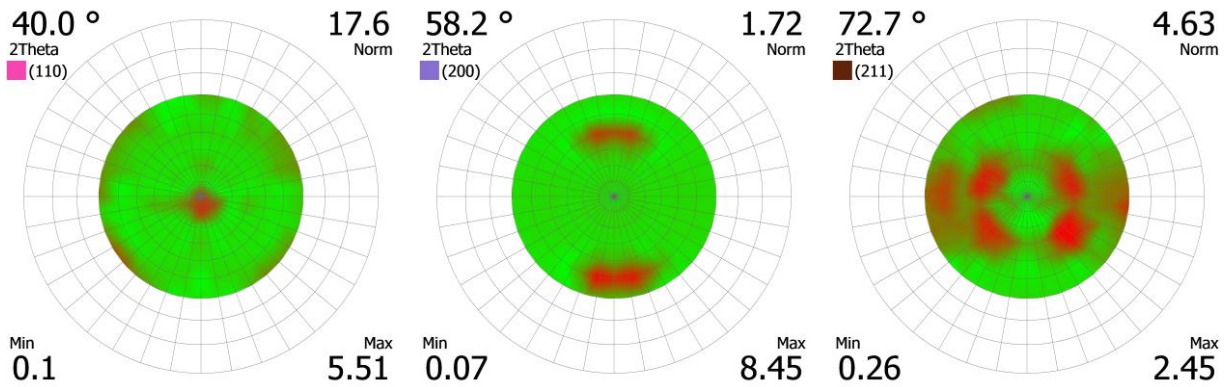


Figure IV. 10 : Figures de pôles expérimentales $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ de la phase W_α de la couche de tungstène déposée. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

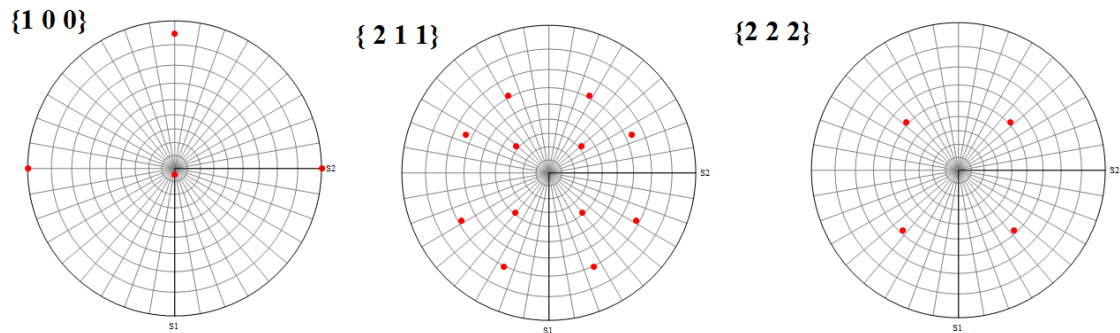


Figure IV. 11 : Présentation des figures de pôles $\{100\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β simulées à l'aide des angles $(90^\circ, 95^\circ, 90^\circ)$. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

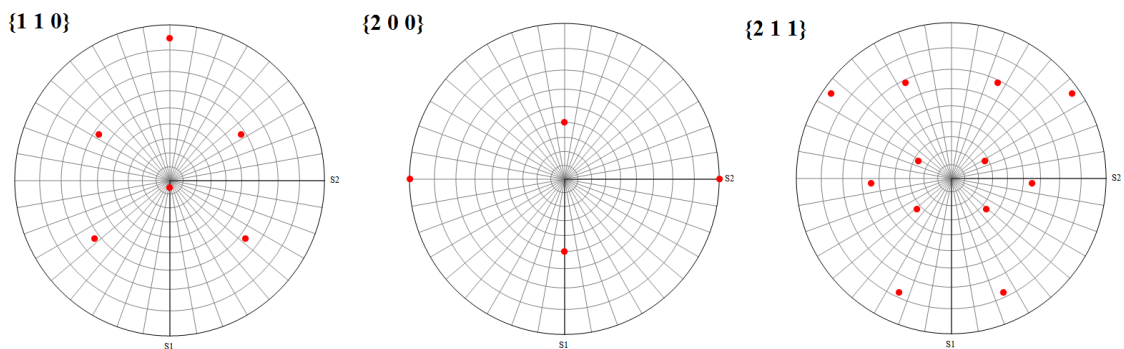


Figure IV. 12 : Présentation des figures de pôles $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ de la phase W_α simulées à l'aide des angles $(0^\circ, 90^\circ, 40^\circ)$. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

8.4. Détermination des constantes d'élasticité macroscopiques du dépôt de tungstène par TEI

Les fréquences de résonance de flexion et de torsion des substrats de verre avant et après dépôt et les constantes d'élasticité des substrats et des films de tungstène déposés ainsi que leurs incertitudes correspondantes sont respectivement présentées dans les tableaux IV. 1, IV. 2 et IV. 3. Les coefficients de Poisson du substrat et du dépôt ont été déterminés en supposant que leur comportement élastique macroscopique du substrat et du dépôt est isotrope. Les dimensions et les masses des substrats de verre et des dépôts de tungstène sont présentées dans le Tableau IV. 4.

Tableau IV. 1 : Fréquences de résonance de flexion et de torsion des substrats de verre avant et après dépôt du film de tungstène sur deux échantillons élaborés dans les mêmes conditions.

| Echantillon | Fréquence de résonance de flexion (Hz) | | Fréquence de résonance de torsion (Hz) | |
|-------------|--|-------------|--|-------------|
| | Avant dépôt | Après dépôt | Avant dépôt | Après dépôt |
| 1 | 973.0993 | 979.1500 | 1801.599 | 1810.608 |
| 2 | 957.7966 | 963.9564 | 1772.980 | 1781.863 |

Tableau IV. 2 : Constantes d'élasticité des substrats de verre et leurs incertitudes.

| Echantillon | E (GPa) | G (GPa) | ν | $u(E)$ (GPa) | $u(G)$ (GPa) | $u(\nu)$ |
|-------------|-----------|-----------|--------|--------------|--------------|----------|
| 1 | 69.66 | 29.074 | 0.1979 | 0.15 | 0.065 | 0.0037 |
| 2 | 69.77 | 29.118 | 0.1980 | 0.23 | 0.094 | 0.0055 |

Tableau IV. 3 : Constantes d'élasticité des dépôts de tungstène et leurs incertitudes.

| Echantillon | E (GPa) | G (GPa) | ν | $u(E)$ (GPa) | $u(G)$ (GPa) | $u(\nu)$ |
|-------------|-----------|-----------|-------|--------------|--------------|----------|
| 1 | 329.6 | 123.7 | 0.331 | 4.9 | 1.6 | 0.026 |
| 2 | 328.6 | 121.8 | 0.348 | 5.1 | 1.5 | 0.026 |

Tableau IV. 4 : Masses et dimensions des substrats de verre et des films de tungstène.

| | Longueur (mm) | Largeur (mm) | Epaisseur (mm) | Masse (g) |
|------------|---------------|--------------|----------------|-----------|
| Substrat 1 | 75.31 | 25.384 | 1.01 | 4.756 |
| Substrat 2 | 75.316 | 25.392 | 0.9937 | 4.681 |
| Dépôt 1 | 75.31 | 25.384 | 0.0021 | 0.076 |
| Dépôt 2 | 75.316 | 25.392 | 0.00215 | 0.0775 |

Les modules d'Young et de cisaillement mesurés avec la TEI (Tableau IV. 3) sont nettement inférieurs à ceux du matériau massif ($\sim 400 \text{ GPa}$ et $\sim 166 \text{ GPa}$) [Lassner, 1998]. Ceci peut être dû au taux de porosité présent dans le film ou à la présence de la phase W_β dans la couche déposée. Le taux de porosité, calculé à l'aide de l'équation III. 43 présentée dans le chapitre III, est présenté dans le Tableau IV. 5. La masse volumique du tungstène massif utilisée dans le calcul de la porosité est $\rho = 19250 \text{ kg/m}^3$ [Lassner, 1998]. La masse volumique du film a été calculée à l'aide de la masse et des dimensions du dépôt (Tableau IV. 4).

Tableau IV. 5 : Densité, taux de porosité des films de tungstène et leurs incertitudes.

| Echantillon | $\rho_d \text{ (kg/m}^3\text{)}$ | $P \text{ (\%)}$ | $u(\rho_d) \text{ (kg/m}^3\text{)}$ | $u(P) \text{ (\%)}$ |
|-------------|----------------------------------|------------------|-------------------------------------|---------------------|
| 1 | 18 931 | 1.7 | 308 | 1.6 |
| 2 | 18 849 | 2.1 | 300 | 1.6 |

Pour de faibles taux de porosité, Nemat-Nasser et Hori [Nemat-Nasser, 1993] ont montré qu'avec un développement en série de Taylor du premier ordre sur différents modèles micromécaniques, ils obtiennent les mêmes relations pour des porosités sphériques quel que soit le modèle (équations IV. 51 et IV. 52) :

$$E = E_0(1 - 3p) \quad (\text{IV. 51})$$

$$\nu = \nu_0 \left(1 - \left(3 - \frac{1}{\nu_0} \right) p \right) \quad (\text{IV. 52})$$

Le module d'Young et le coefficient de Poisson calculés à l'aide des équations IV. 51 et IV. 52 et leurs incertitudes sont présentés dans le Tableau IV. 6. Le coefficient de Poisson et le module d'Young du matériau massif (sans porosité) utilisés sont respectivement $E_0 = 400 \text{ GPa}$ et $\nu_0 = 0.28$ [Lassner, 1998]. Les valeurs utilisées dans le calcul correspondent à un matériau composé purement de la phase W_α .

Tableau IV. 6 : Module d'Young et coefficient de Poisson théoriques calculés à l'aide des équations IV. 51 et IV. 52.

| Echantillon | E (GPa) | ν | $u(E)$ (GPa) | $u(\nu)$ |
|-------------|-----------|--------|--------------|----------|
| 1 | 380 | 0.2827 | 19 | 0.0026 |
| 2 | 375 | 0.2833 | 19 | 0.0025 |

Le Tableau IV. 6 montre que le coefficient de Poisson et le module d'Young calculés en prenant en compte le taux de porosité sont différents du module d'élasticité et du coefficient de Poisson mesurés par la TEI (Tableau IV. 3). Par conséquent, la baisse du module d'Young de la couche de tungstène déposée ne peut pas être due seulement à la présence de pores au sein du film. Cependant, l'influence de la fraction volumique et des propriétés de la phase β sur l'évolution du module d'Young, du module de cisaillement et du coefficient de Poisson sera investiguée plus tard.

9. Détermination des constantes d'élasticité de la phase W_β

9.1. Présentation du gabarit de chargement utilisé et des états de contraintes appliquées

Sur un ensemble film-substrat, une mise en charge par un essai de traction est souvent délicate du fait de la section bien supérieure du substrat par rapport au film. Quand c'est possible, on peut réaliser une micro-éprouvette à partir d'un film auto-porté en dissolvant le substrat ou bien utiliser un substrat beaucoup plus souple que le film [Faurie, 2006 ; Faurie, 2004]. Dans notre cas, nous avons choisi de charger l'ensemble film-substrat par une flexion en déformation imposée. Le dispositif de mise en déformation est un gabarit de rayon de courbure connue, fabriqué par impression 3D. Cinq gabarits de chargement avec cinq rayons de courbure différents ont été imprimés (80 mm, 100 mm, 120 mm, 150 mm et 330 mm) (voir annexe 1).

Connaissant le rayon de courbure du gabarit de chargement, la contrainte macroscopique peut être calculée à partir de la déformation (Figure IV. 13) en appliquant les équations de compatibilité des déformations. L'échantillon est soumis à un rayon de courbure R dans le plan (x, z) . En supposant que les déformations sont homogènes le long de x et y et que le rayon de courbure est infini dans le plan (y, z) , on aura $\varepsilon_{yy} = 0$. En supposant que l'épaisseur du film est négligeable devant l'épaisseur du substrat, on peut écrire le tenseur des déformations suivant :

$$\varepsilon^I = \begin{pmatrix} \frac{h}{2R} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (\text{IV. 53})$$

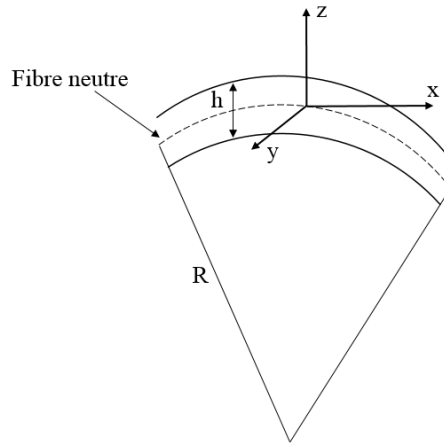


Figure IV. 13 : Rayon de courbure et système d'axes.

En considérant un état de contrainte plane ($\sigma_{zz} = 0$), la loi de Hooke isotrope donne :

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} = \frac{1}{E}(\sigma_{xx} - \nu \sigma_{yy}) \\ \varepsilon_{yy} = \frac{1}{E}(\sigma_{yy} - \nu \sigma_{xx}) = 0 \\ \varepsilon_{zz} = \frac{-\nu}{E}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \end{cases} \quad (\text{IV. 54})$$

Ce qui donne :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \frac{hE}{2R(1-\nu^2)} \\ \sigma_{yy} = \frac{\nu hE}{2R(1-\nu^2)} \end{cases} \quad (\text{IV. 55})$$

9.2. Formulation des équations de la déformation mesurée

En supposant que le tenseur de rigidité effectif du polycristal est isotrope, l'équation IV. 39 nous donne accès à deux équations indépendantes reliant le module d'Young et le module de cisaillement aux constantes d'élasticité mésoscopiques. Si l'on cherche trois inconnues comme, par exemple, les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase β à partir des mesures par la TEI (en supposant les fractions volumiques connues et les constantes d'élasticité de la phase α connues), on ne dispose pas d'assez d'équations. L'équation IV. 41 permet d'avoir plusieurs équations supplémentaires en fonction du nombre des mesures effectuées, c'est-à-dire de plans diffractant utilisés.

En imposant une déformation, l'équation IV. 41 peut être écrite comme suit :

$$\varepsilon_{(\varphi,\psi)}^i = \vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} : (\sigma_A^I + \sigma_R^I) \right) \cdot \vec{n} \quad (\text{IV. 56})$$

Où σ_A^I et σ_R^I représentent respectivement le tenseur des contraintes appliquées et le tenseur des contraintes résiduelles.

Par développement de l'équation IV. 56, on peut écrire l'équation IV. 57 :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{(\varphi,\psi)}^i &= \ln \left(\frac{\sin \theta_0^{hkl}}{\sin \theta_{\varphi\psi}^{hkl}} \right) \\ &= \vec{n} \cdot \left[\left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{\Omega i} : C^{-1} : \sigma_A^I \right) \right. \\ &\quad \left. + \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} : \sigma_R^I \right) \right] \cdot \vec{n} \end{aligned} \quad (\text{IV. 57})$$

Etant donné que dans notre cas le chargement imposé représente un état de contrainte biaxial, à partir de l'équation IV. 57, on peut écrire les équations IV. 58 et IV. 59 :

$$\begin{aligned} \ln \sin \theta_{(\varphi,\psi)}^{hkl} &= - \left\{ \left[\vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} \right) \cdot \vec{n} \right] \right. \\ &\quad \left. + \nu \left[\vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} \right) \cdot \vec{n} \right] \right\} : \sigma_{xx}^I + K \end{aligned} \quad (\text{IV. 58})$$

Avec K , une quantité qui ne dépend pas de la contrainte appliquée :

$$K = - \left[\vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} : \sigma_R^I \right) \cdot \vec{n} \right] + \ln \sin \theta_0^{hkl} \quad (\text{IV. 59})$$

L'équation IV. 58, peut aussi s'écrire de la manière suivante :

$$\ln \sin \theta_{(\varphi, \Psi)}^{hkl} = \frac{mEh}{2(1-\nu^2)} \frac{1}{R} + K \quad (\text{IV. 60})$$

Avec :

$$m = - \left\{ \left[\vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} \right) \cdot \vec{n} \right] + \nu \left[\vec{n} \cdot \left(\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} \right) \cdot \vec{n} \right] \right\} \quad (\text{IV. 61})$$

L'équation IV. 60 représente l'équation d'une droite de pente $\frac{mEh}{2(1-\nu^2)}$, qui est fonction des constantes d'élasticité macroscopiques et mésoscopiques, et d'ordonnée à l'origine K (Figure IV. 14).

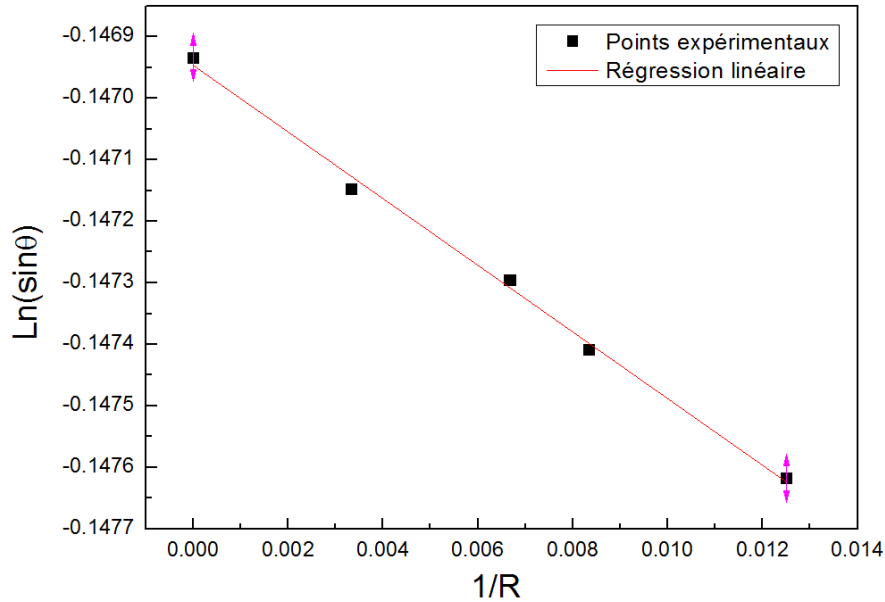


Figure IV. 14 : Exemple de mesure : évolution de $(\ln \sin \theta)$ en fonction de $\frac{1}{R}$, obtenue sur le plan (440) de la phase β pour les angles de mesure $\varphi = 0$ et $\Psi = 50$.

9.3. Mesures par DRX et résultats

Des mesures de déformation sur les plans $\{440\}_\beta$ et $\{520\}_\beta$ ont été faites à l'aide d'un diffractomètre de rayons X, Bruker D8 Advance, équipé d'une anticathode de cuivre délivrant un rayonnement de longueur d'onde $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$. Les mesures ont été faites en mode ponctuel avec un collimateur circulaire de 1 mm . L'émetteur et le détecteur des rayons X sont équipés chacun de fentes de Soller limitant la divergence axiale avec respectivement une ouverture de 5.1° et de 2.5° . Les conditions d'acquisition sont les suivantes :

- Sur le plan $\{440\}_\beta$: $116^\circ \leq 2\theta \leq 122^\circ$ avec un pas de 0.04° et avec un temps de comptage de 5 s par pas.
- Sur le plan $\{520\}_\beta$: $108.5^\circ \leq 2\theta \leq 112.5^\circ$ avec un pas de 0.04° et avec un temps de comptage de 5 s par pas.

Etant donné que le dépôt analysé admet une forte texture (Figure IV. 9 et Figure IV. 10) la méthode classique des $\sin^2\Psi$ n'est plus applicable. La méthode des blocs de texture, utilisant les orientations idéales déterminées au paragraphe 8.3.3, a été adoptée. Les angles de mesure correspondants aux pôles d'intensité ont été déterminés en se basant sur les figures de pôles (Figure IV. 15) et en utilisant les équations IV. 62 et IV. 63 :

$$\Psi = \cos^{-1} l' \quad (\text{IV. 62})$$

$$\varphi = \sin^{-1} \frac{k'}{\sqrt{h'^2 + k'^2}} \quad (\text{IV. 63})$$

Avec h' , k' et l' les composantes du vecteur perpendiculaire au plan $\{hkl\}$ normalisé et projeté dans le repère de l'échantillon [Bunge, 1982]. Les pôles d'intensité sont présentés dans le tableau IV. 7 et sur la figure IV. 15. Afin de limiter les déformations des pics, les pôles d'intensité dont l'angle d'inclinaison Ψ dépasse 75° n'ont pas été pris.

Tableau IV. 7 : Pôles d'intensité des familles des plans {440} et {520}.

| Pôles d'intensité du plan {440} | | | |
|--|--|---|--|
| $\varphi = 0^\circ$ $\Psi = 50^\circ$ | $\varphi = 180^\circ$ $\Psi = 40^\circ$ | $\varphi = 85^\circ$ $\Psi = 45.2^\circ$ | $\varphi = -85^\circ$ $\Psi = 45.2^\circ$ |
| Pôles d'intensité du plan {520} | | | |
| $\varphi = 0^\circ$ $\Psi = 26.8^\circ$ | $\varphi = 180^\circ$ $\Psi = 16.8^\circ$ | $\varphi = 0^\circ$ $\Psi = 73.2^\circ$ | $\varphi = 180^\circ$ $\Psi = 63.2^\circ$ |
| $\varphi = 88$ $\Psi = 68.3^\circ$ | $\varphi = -88$ $\Psi = 68.3^\circ$ | $\varphi = 77.7^\circ$ $\Psi = 22.3^\circ$ | $\varphi = -77.7^\circ$ $\Psi = 22.3^\circ$ |

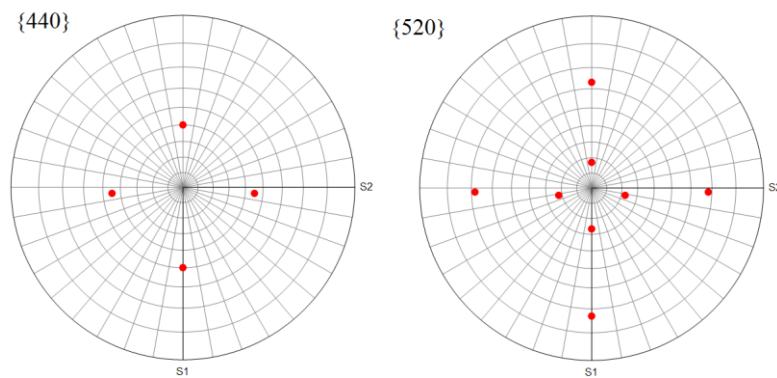


Figure IV. 15 : Pôles d'intensité des plans {440} et {520}.

Les pentes déterminées à partir des essais DRX sous chargement imposé sont présentées dans l'annexe 1. A partir de ces figures, on peut remarquer qu'il n'est pas possible d'obtenir une bonne linéarité des courbes sur certains pôles. Ceci peut être dû à une incertitude importante dans la détermination des positions des pics. Le tableau IV. 8 montre les incertitudes commises sur la détermination des positions de quelques pics données par Mathematica. On remarque aussi que sur la figure de pôles du plan (440) de la phase W_β (Figure IV. 16), les pôles d'intensité situés à $(\varphi = 85^\circ, \Psi = 45.2^\circ)$ et $(\varphi = -85^\circ, \Psi = 45.2^\circ)$ présentent une faible intensité et sont mal définis. Ceci représente une gêne dans la définition de la direction de mesure de la déformation qui doit être mesurée dans la direction présentant un maximum d'intensité. Malgré la non-linéarité de certaines courbes nous avons choisi de prendre la totalité des résultats expérimentaux afin de décrire au mieux le comportement du matériau, en faisant l'hypothèse que les écarts sont purement aléatoires (liés à la statistique de comptage) et présentent une espérance nulle. Les pentes et les incertitudes qui seront utilisées plus tard dans le calcul sont présentées dans le tableau IV. 9.

Tableau IV. 8 : Erreurs commises sur la détermination des positions 2θ des pics.

| | | | | | |
|-------------|---------------------------------------|--|--|---|---------------------------------------|
| Angles | $\varphi = 85$ $\Psi = 45.2^\circ$ | $\varphi = 0^\circ$ $\Psi = 26.8^\circ$ | $\varphi = 180^\circ$ $\Psi = 16.8^\circ$ | $\varphi = 77.7^\circ$ $\Psi = 22.3^\circ$ | $\varphi = 88$ $\Psi = 68.3^\circ$ |
| Incertitude | 0.0073° | 0.0082° | 0.0085° | 0.0072° | 0.013° |

Tableau IV. 9 : Pentés et incertitudes des différents pôles.

| Plan {440} | | | Plan {520} | | |
|----------------------------------|----------|---------|------------------------------------|----------|---------|
| Angle | m | $u(m)$ | Angle | m | $u(m)$ |
| $\varphi = 0$ $\Psi = 50$ | -0.05266 | 0.00173 | $\varphi = 0$ $\Psi = 73.2$ | -0.11165 | 0.0053 |
| | | | $\varphi = 180$ $\Psi = 63.2$ | -0.09244 | 0.01287 |
| $\varphi = 180$ $\Psi = 40$ | -0.01927 | 0.00207 | $\varphi = 0$ $\Psi = 26.8$ | -0.0088 | 0.0055 |
| | | | $\varphi = 180$ $\Psi = 16.8$ | 0.01425 | 0.00584 |
| $\varphi = 85$ $\Psi = 45.2$ | 0.01025 | 0.0052 | $\varphi = -77.7$ $\Psi = 22.3$ | 0.01814 | 0.00631 |
| | | | $\varphi = 77.7$ $\Psi = 22.3$ | 0.01701 | 0.00631 |
| $\varphi = -85$ $\Psi = 45.2$ | 0.01069 | 0.0052 | $\varphi = 88$ $\Psi = 68.3$ | -0.02297 | 0.01772 |
| | | | $\varphi = -88$ $\Psi = 68.3$ | -0.02345 | 0.01772 |

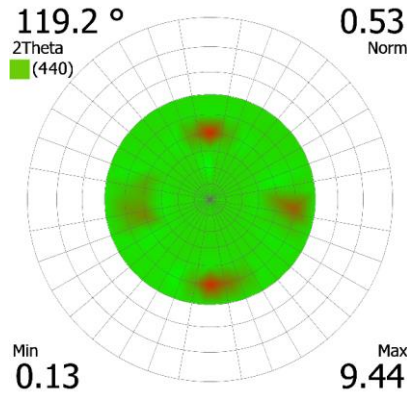


Figure IV. 16 : Figure de pôles expérimentale {440} de la phase W_β de la couche de tungstène déposée. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

9.4. Calcul des constantes d'élasticité c_{ij} de la phase W_β

En utilisant les deux équations qui découlent du tenseur de rigidité effectif définissant le module d'Young et le module de cisaillement et les pentes déterminées dans la section précédente (Tableau IV. 9), le problème de détermination des constantes d'élasticité de la phase W_β peut être formulé par la minimisation d'une fonction coût dont les paramètres à ajuster sont les c_{ij} de la phase W_β . Dans la suite de ce chapitre la convention de Cowin et Mehrabadi (CM) [Mehrabadi, 1990] sera utilisée pour contracter les indices.

La fonction à minimiser est définie par la différence entre les quantités déterminées expérimentalement et les quantités calculées analytiquement (équation IV. 64). Des coefficients de pondérations ont été utilisés pour donner le même poids relatif pour les différents termes de l'équation.

$$H(c_{ij}^\beta) = \frac{1}{3} \left[\frac{E_{TEI} - E_{calc}}{u(E_{TEI})} \right]^2 + \frac{1}{3} \left[\frac{G_{TEI} - G_{calc}}{u(G_{TEI})} \right]^2 + \frac{1}{3n} \sum_{i=1}^n \left[\frac{m_i^{DRX} - m_i^{calc}}{u(m_i^{DRX})} \right]^2 \quad (\text{IV. 64})$$

Les quantités E_{calc} et G_{calc} ont été calculées respectivement à partir des équations IV. 65 et IV. 66 :

$$E_{calc} = \frac{1}{S_{11}} \quad (\text{IV. 65})$$

$$G_{calc} = \frac{1}{2} C_{44} \quad (\text{IV. 66})$$

Etant donné que l'expression analytique du tenseur de rigidité effectif du polycristal calculé avec le modèle de Kröner-Eshelby ne peut pas être déterminée analytiquement, le calcul des constantes d'élasticité de la phase W_β a été fait par itération numérique. La figure IV. 17 représente le schéma itératif adopté. La moyenne des constantes d'élasticité de la phase W_α trouvées dans la littérature a été utilisée (Tableau IV. 10). L'orientation cristallographique du dépôt a été prise en compte à l'aide des angles de Bunge déterminés dans la section 8.3.3. Les valeurs initiales $c_{ij}^{\beta^0}$ utilisées pour débiter le calcul sont celles de la phase W_α (Tableau IV. 10).

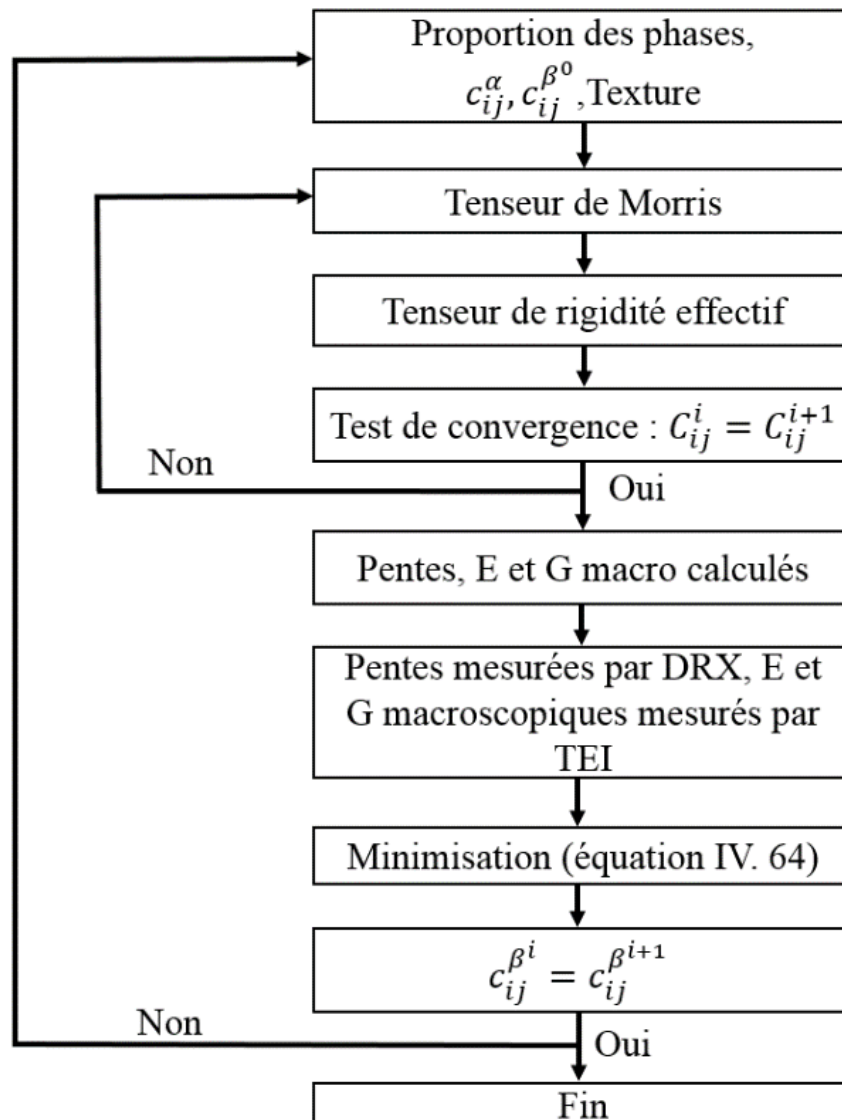


Figure IV. 17 : Schéma de l'algorithme suivi pour déterminer les constantes macroscopiques puis les c_{ij} de la phase W_β .

Tableau IV. 10 : Constantes d'élasticité de la phase W_α .

| Matériau | Paramètre de maille (Å) | c_{11} (GPa) | c_{12} (GPa) | c_{44} (GPa) | A | Référence |
|------------|-------------------------|----------------|----------------|----------------|-------|-------------------|
| W_α | | 501 | 198 | 302 | 0.997 | [Nakamura, 1990] |
| W_α | 3.183 | 521.1 | 186.3 | 301 | 0.899 | [Wei, 2014] |
| W_α | 3.190 | 520.9 | 200.2 | 282.2 | 0.88 | [Li, 2016] |
| W_α | 3.190 | 518 | 197 | 282 | 0.878 | [Samolyuk, 2013] |
| W_α | | 553 | 207 | 356 | 1.029 | [Söderlind, 1993] |
| W_α | | 529.94 | 211.19 | 278.88 | 0.875 | [Jiang, 2016] |
| W_α | | 565 | 316 | 248 | 0.996 | [Villain, 2002] |
| Moyenne | | 529.84 | 216.53 | 292.87 | 0.936 | |
| Ecart type | | 21.98 | 44.57 | 33.1 | 0.068 | |

Les valeurs des constantes d'élasticité de la phase W_β calculées sont présentées dans le tableau IV. 11. L'incertitude présentée dans le Tableau IV. 11 a été calculée par la méthode de Monte Carlo en générant une dispersion aléatoire sur les valeurs expérimentales.

Tableau IV. 11 : Constantes d'élasticité de la phase W_β et son coefficient d'anisotropie A.

| | c_{11} (GPa) | c_{12} (GPa) | c_{44} (GPa) | A |
|-------------|----------------|----------------|----------------|-------|
| Valeurs | 324.713 | 120.873 | 175.42 | 0.861 |
| Incertitude | 45.647 | 23.579 | 71.860 | 0.202 |

Avec A, le coefficient d'anisotropie de Zener [François, 2009] qui permet de quantifier l'anisotropie d'un cristal cubique. Il est défini par l'équation IV. 67 :

$$A = \frac{c_{44}}{c_{11} - c_{12}} \quad (\text{IV. 67})$$

D'après le tableau IV. 11, on remarque que le coefficient d'anisotropie de Zener de la phase W_β est égal à 0.861. Ceci permet de conclure que la phase W_β admet un comportement élastique faiblement anisotrope. Ceci est en accord avec l'hypothèse émise dans le chapitre III pour expliquer la différence entre les mesures du module d'Young faites par TEI et NI. On peut aussi constater que la phase W_β est moins rigide que la phase W_α .

Le tenseur de rigidité effectif (en GPa) du dépôt de tungstène est présenté par l'équation IV. 68. Il a été calculé à l'aide des constantes d'élasticité des phases W_β (Tableau IV. 11) et W_α (Tableau IV. 10).

$$C = \begin{pmatrix} 438.278 & 181.082 & 174.871 & 0.026 & -0.891 & -1.443 \\ 181.083 & 438.583 & 174.583 & 0.056 & 0.098 & 1.712 \\ 174.872 & 174.734 & 444.701 & -0.033 & 1.391 & 0.062 \\ 0.025 & 0.055 & -0.033 & 247.852 & 0.071 & 0.132 \\ -0.89 & 0.098 & 1.391 & 0.071 & 248.132 & 0.036 \\ -1.443 & 1.712 & 0.062 & 0.132 & 0.036 & 260.14 \end{pmatrix} \quad (\text{IV. 68})$$

Ce tenseur est également légèrement anisotrope, avec des propriétés différentes entre la direction 3 (perpendiculaire au plan du film) et les deux autres directions. On constate que $C_{11} \approx C_{22}$, que $C_{23} \approx C_{13}$ et que $C_{44} \approx C_{55}$ ce qui indique une quasi isotropie dans le plan du dépôt bien que la texture ne soit pas une texture de fibre. Afin de vérifier que les constantes d'élasticité calculées décrivent la globalité du comportement du matériau déposé, une comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats théoriques a été faite. Les figures IV. 18 et IV. 19 représentent une comparaison entre la variation de la déformation $\Delta \epsilon$ mesurée expérimentalement et la variation de la déformation $\Delta \epsilon$ calculée à l'aide de l'équation (IV. 69) :

$$\Delta \epsilon = \epsilon_{(\varphi, \psi)}^R - \epsilon_{(\varphi, \psi)}^{R=330} \quad (\text{IV. 69})$$

La variation de la déformation a été calculée par rapport au rayon $R = 330 \text{ mm}$ qui a été pris comme référence. Car, après un premier essai, on a remarqué que l'éprouvette s'est déformée d'une manière irréversible. Ainsi, nous nous sommes basés pour faire tous nos calculs sur les expériences pour lesquelles aucun changement de la courbure de l'éprouvette n'a été observé et nous avons éliminé le premier essai après lequel un changement de la courbure a été constaté. Aucune déformation macroscopique irréversible n'a été observée durant les autres essais.

Les figures IV. 18 et IV. 19 représentent une comparaison entre les valeurs de $\Delta \epsilon$ recalculées (équation IV. 69) et les valeurs expérimentales de $\Delta \epsilon$ correspondantes à différents essais. On peut constater que les valeurs expérimentales sont distribuées autour des valeurs calculées. Ceci confirme le fait que, malgré la dispersion assez forte constatée, les constantes d'élasticité déterminées permettent de décrire le comportement global de la phase W_β . Une

incohérence entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées a été remarquée dans le cas des directions ne présentant pas des courbes linéaires et en particulier à partir du chargement équivalent au rayon de courbure $R = 100 \text{ mm}$. L'incertitude des pentes calculées, présentées sur les courbes, a été évaluée par la méthode de Monte Carlo à l'aide des incertitudes sur les différentes quantités.

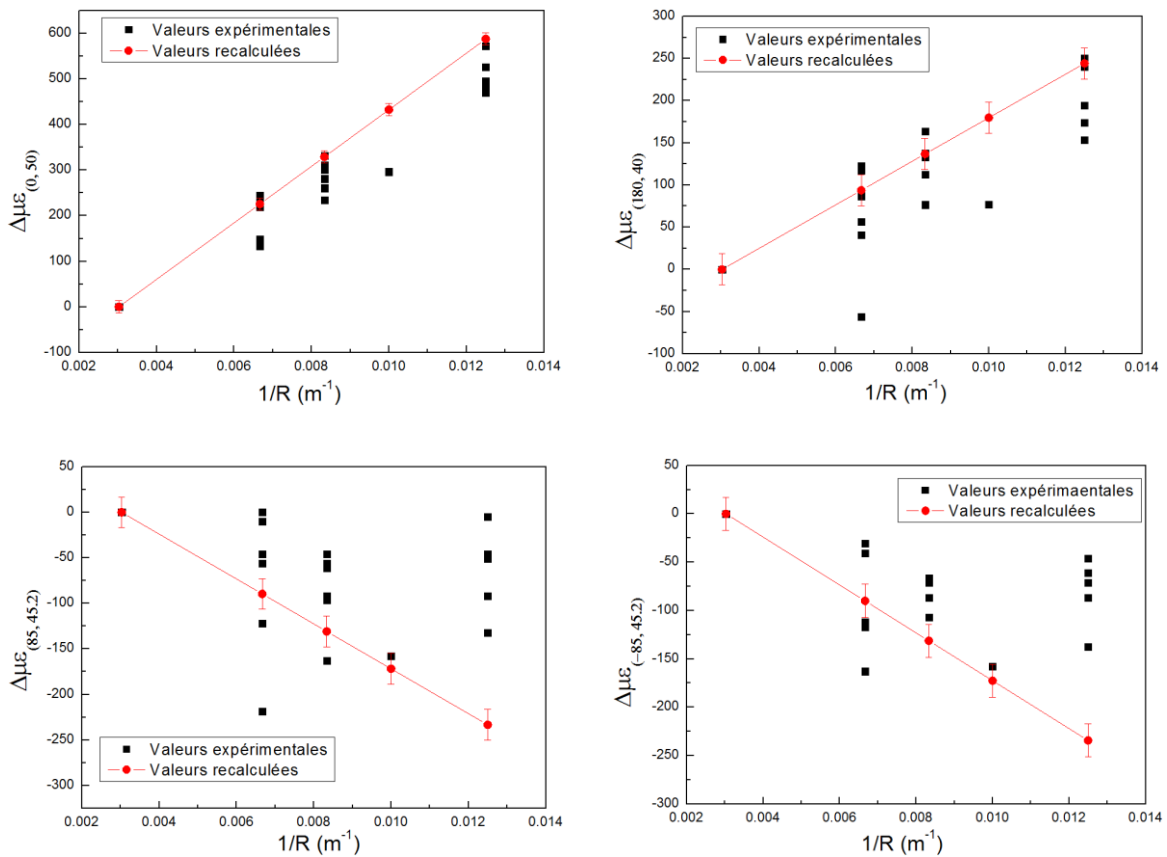
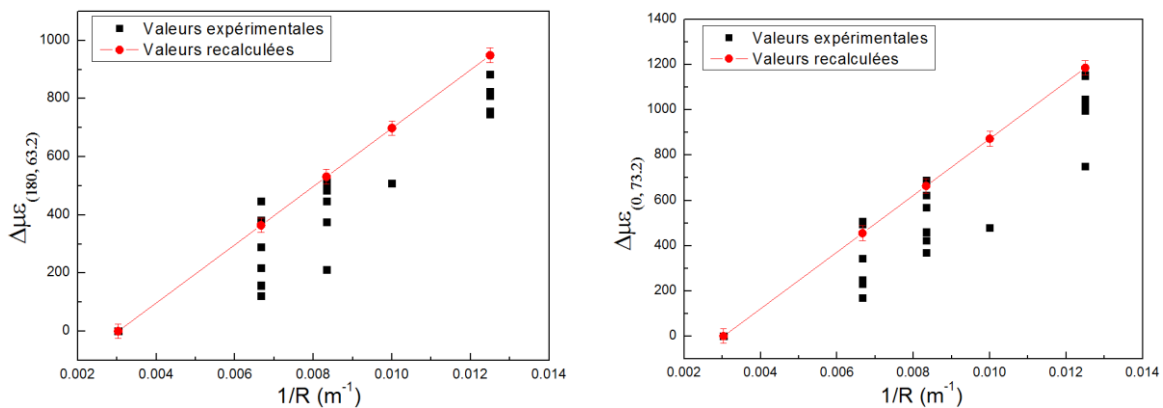


Figure IV. 18 : Valeurs expérimentales et recalculées de $\Delta\epsilon$ du plan (440) en fonction de $\frac{1}{R}$.



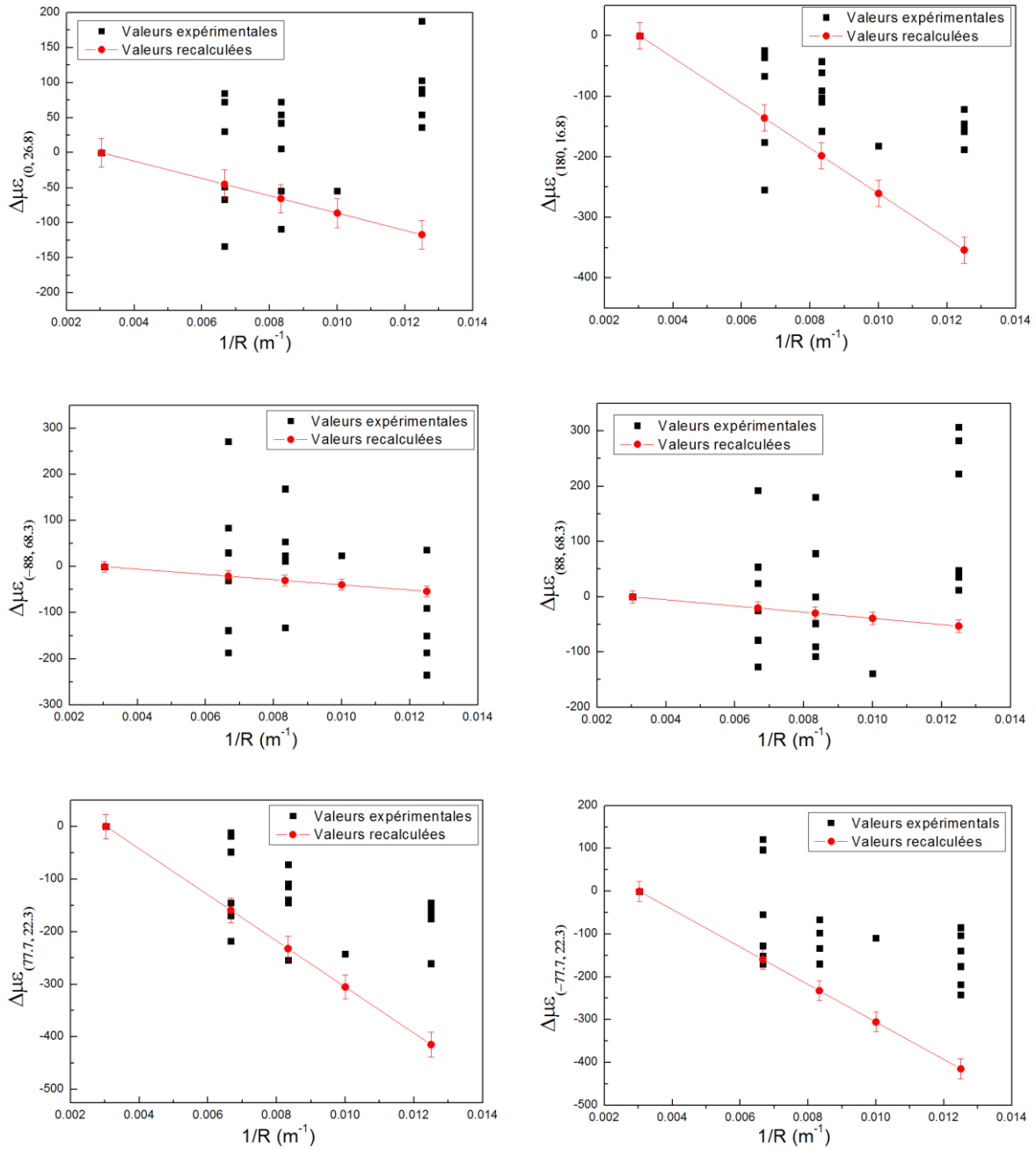


Figure IV. 19 : Valeurs expérimentales et recalculées de $\Delta\varepsilon$ du plan (520) en fonction de $\frac{1}{R}$.

Le tableau IV. 12 présente les constantes d'élasticité macroscopiques calculées à l'aide des constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_α (Tableau IV. 10) et de la phase W_β déterminées précédemment (Tableau IV. 11). On constate que les constantes d'élasticité mesurées par TEI (Tableau IV. 3) sont en accord avec les constantes d'élasticité calculées dans les différentes directions. Les modules d'Young et du cisaillement correspondent respectivement aux modules recalculés E_1 et G_{13} . La différence entre les constantes d'élasticité recalculées (Tableau IV. 12) et les constantes mesurées (Tableau IV. 3) peut être

attribuée aux incertitudes de mesure par TEI (Tableau IV. 3) ou les incertitudes du modèle micro-macro utilisant les constantes mésoscopiques obtenues par la méthode inverse (Tableau IV. 13).

Tableau IV. 12 : Modules d'Young, modules de cisaillement et coefficients de Poisson macroscopiques recalculés avec les constantes de la phase W_β calculées, E et G en GPa.

| E_1 | E_3 | ν_{12} | ν_{13} | ν_{31} | G_{12} | G_{13} |
|---------|---------|------------|------------|------------|----------|----------|
| 335.356 | 346.045 | 0.303 | 0.274 | 0.283 | 130.06 | 123.926 |

Tableau IV. 13 : Incertitudes sur les constantes d'élasticité macroscopiques calculées en GPa.

| $u(E_1)$ | $u(E_3)$ | $u(\nu_{12})$ | $u(\nu_{13})$ | $u(\nu_{31})$ | $u(G_{12})$ | $u(G_{23})$ |
|----------|----------|---------------|---------------|---------------|-------------|-------------|
| 12.451 | 19.797 | 0.024 | 0.028 | 0.016 | 9.654 | 7.466 |

10. Influence de la fraction volumique de la phase W_β et de la porosité sur les constantes d'élasticité du polycristal

Les tableaux IV. 14 et IV. 15 représentent les constantes d'élasticité dans les différentes directions d'un dépôt de tungstène, ayant la même texture (section 8.3.3) que le film présenté dans ce chapitre, en fonction de la porosité et de la fraction volumique de la phase W_β . Les tableaux IV. 16 et IV. 17 représentent les modules d'Young et de cisaillement et le coefficient de Poisson d'un dépôt de tungstène isotrope (non texturé) en fonction de la porosité et de la fraction volumique de la phase W_β . A partir du Tableau IV. 18, on remarque que la texture n'a un effet que sur le module d'Young dans la direction z et sur les modules de cisaillement dans les deux directions xy et xz . En ce qui concerne le module d'Young dans la direction x et le coefficient de Poisson, l'effet de la texture est faible devant l'incertitude. On peut aussi noter que l'effet de la phase W_β sur les modules d'Young et de cisaillement est environ 4 fois plus fort que l'effet de la porosité. La porosité, la texture et la fraction volumique de la phase W_β , n'ont pas d'effet considérable sur les coefficients de Poisson dans les différentes directions. Cependant, les calculs faits dans cette partie restent dépendants des valeurs des constantes d'élasticité de la phase W_β déterminées précédemment (Tableau IV. 11). En conclusion, c'est la fraction volumique de la phase W_β qui a l'effet le plus fort sur les modules d'Young et de cisaillement du film.

On rappelle que la proportion de phase β dans nos échantillons a été déterminée au paragraphe 8.3.2 et se monte à 25,6% (proportion volumique au sein du volume de matière solide, soit une proportion volumique de 25,2% au sein du volume total du film).

Tableau IV. 14 : Evolution des constantes d'élasticité dans les différentes directions en fonction de la proportion de phase W_β pour un matériau texturé avec un taux de porosité $P = 1.7\%$.

| | Fraction volumique de phase β | |
|----------------|-------------------------------------|---------|
| | 0 | 25% |
| $E_x (GPa)$ | 374.352 | 338.383 |
| $E_z (GPa)$ | 390.12 | 348.718 |
| $G_{xy} (GPa)$ | 150.999 | 135.151 |
| $G_{xz} (GPa)$ | 141.723 | 125.076 |
| ν_{xy} | 0.3174 | 0.3044 |
| ν_{xz} | 0.2763 | 0.2744 |
| ν_{zx} | 0.2879 | 0.2828 |

Tableau IV. 15 : Evolution des constantes d'élasticité dans les différentes directions en fonction de la proportion de phase W_β pour un matériau texturé avec un taux de porosité nul.

| | Fraction volumique de phase β | |
|----------------|-------------------------------------|---------|
| | 0 | 25% |
| $E_x (GPa)$ | 387.295 | 350.281 |
| $E_z (GPa)$ | 404.211 | 361.489 |
| $G_{xy} (GPa)$ | 156.329 | 135.666 |
| $G_{xz} (GPa)$ | 146.434 | 129.283 |
| ν_{xy} | 0.3198 | 0.3067 |
| ν_{xz} | 0.2779 | 0.2761 |
| ν_{zx} | 0.2901 | 0.2849 |

Les résultats présentés dans les Tableau IV. 16 et Tableau IV. 17 ont été calculés grâce à des simulations effectuées sur 5000 cristallites.

Tableau IV. 16 : Evolution du module d'Young, module du cisaillement et du coefficient de Poisson en fonction de la proportion de phase W_β pour un matériau non texturé avec un taux de porosité $P = 1.7\%$.

| | Fraction volumique de phase β | |
|-----------|-------------------------------------|---------|
| | 0 | 25 |
| E (GPa) | 377.393 | 334.523 |
| G (GPa) | 145.65 | 129.156 |
| ν | 0.2952 | 0.2919 |

Tableau IV. 17 : Evolution du module d'Young, module du cisaillement et du coefficient de Poisson en fonction de la proportion de phase W_β pour un matériau non texturé avec un taux de porosité nul.

| | Fraction volumique de phase β | |
|-----------|-------------------------------------|---------|
| | 0 | 25 |
| E (GPa) | 390.359 | 346.203 |
| G (GPa) | 150.44 | 133.65 |
| ν | 0.2973 | 0.2937 |

Tableau IV. 18 : Effet de la texture, de la porosité et la fraction volumique de la phase W_β sur les constantes d'élasticité du dépôt de tungstène.

| | E (GPa) | | G (GPa) | | ν | | |
|--|-----------|-------|-----------|----------|------------|------------|------------|
| Film isotrope, non poreux, 100% W_α | 390.4 | | 150.4 | | 0.297 | | |
| Effet de la texture (représentée par l'orientation de la phase W_α (section 8.3.3)) | E_x | E_z | G_{xy} | G_{xz} | ν_{xy} | ν_{xz} | ν_{zx} |
| | 3.1 | -13.9 | -5.9 | 3.9 | -0.023 | 0.02 | 0.007 |
| Effet de la porosité (1.7 %) | 13 | | 4.8 | | 0.002 | | |
| Effet de la phase W_β (25%) | 44.8 | | 16.8 | | 0.004 | | |
| Incertitude de mesure par TEI | 5.0 | | 1.6 | | 0.026 | | |

On constate, dans le tableau IV.18, que tous les phénomènes (texture, porosité, présence de la phase β) ont une influence significative sur E et G au regard de l'incertitude de mesure.

En revanche, pour le coefficient de Poisson, les effets du biphasage et de la porosité sont négligeables et l'effet de la texture est à peine significatif.

On peut noter que la morphologie colonnaire des dépôts (Figure IV. 5) est susceptible d'induire une anisotropie élastique entre le plan de la surface et la direction de croissance (texture morphologique) mais cet effet n'a pas été étudié ici. On pourrait l'étudier, par exemple, en prenant un tenseur d'Eshelby (et donc un tenseur de Morris) correspondant à une inclusion allongée dans la direction de croissance [Nemat-Nasser, 1993]. On pourrait également l'étudier en prenant un modèle mixte de Vook-Witt et de Kröner-Eshelby comme proposé par Baczmanski et al [Baczmanski, 2008].

11. Détermination des contraintes résiduelles et des positions θ_0^{hkl} de référence

En partant du fait que les termes suivants sont quasi égaux ($C_{11} \approx C_{22}$, que $C_{23} \approx C_{13}$ et que $C_{44} \approx C_{55}$), le comportement élastique macroscopique de la couche peut être supposé isotrope dans le plan du dépôt (x, y). De plus le film étant mince les composantes de contrainte suivant la direction z peuvent être considérée nulles. A partir de ces éléments, l'état de contraintes résiduelles dans les couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron peut être considéré comme suit :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy}, \sigma_{xy} \approx 0, \sigma_{iz} \approx 0 \quad (\text{IV. 70})$$

A l'aide de l'équation IV. 71 et en utilisant au moins deux directions de mesure indépendantes, on peut déterminer l'état de contraintes résiduelles dans le film ainsi que l'angle de diffraction de référence du plan utilisé.

$$\varepsilon_{(\varphi, \psi)}^i = \ln \left(\frac{\sin \theta_0^{hkl}}{\sin \theta_{\varphi\psi}^{hkl}} \right) = \vec{n} \cdot [\langle [P: (c^i(\Omega) - C) + I]^{-1} \rangle_{VD} : C^{-1} : \sigma_R^i] \cdot \vec{n} \quad (\text{IV. 71})$$

A partir des résultats expérimentaux obtenus à rayon nul, on a déterminé l'angle de diffraction de référence et les contraintes résiduelles dans la phase W_β sur les deux familles de plans $\{440\}_\beta$ et $\{520\}_\beta$. Les contraintes résiduelles et les angles de diffraction de référence θ_0^{hkl} sont présentés dans le tableau IV. 19. Tous les pôles d'intensité ont été utilisés pour déterminer σ_R et θ_0^{hkl} dans le cas des deux plans $\{440\}_\beta$ et $\{520\}_\beta$.

Tableau IV. 19 : Contraintes résiduelles et θ_0^{hkl} de référence.

| | Plan {440} _β | Plan {520} _β |
|---------------------------|-------------------------|-------------------------|
| θ_0^{hkl} | 119.348° | 110.583° |
| $\sigma_{R\beta}^I$ (MPa) | -612.515 | -565.769 |

Les contraintes résiduelles dans les couches minces peuvent être aussi mesurées à l'aide de la méthode de la courbure [Stoney, 1909]. La méthode est basée sur la mesure de la courbure du substrat avant et après dépôt. Les contraintes résiduelles σ_R^I sont déterminées à l'aide de la formule de Stoney (équation IV. 72) [Stoney, 1909] :

$$\sigma_R^I = \frac{E_s}{(1 - \nu_s)} \frac{h_s^2}{6h_f} \left(\frac{1}{R_a} - \frac{1}{R_b} \right) \quad (\text{IV. 72})$$

E_s et ν_s sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du substrat, h_s et h_f sont respectivement l'épaisseur du substrat et du dépôt et R_a et R_b sont respectivement la courbure mesurée sur le substrat après dépôt et la courbure mesurée sur le substrat avant dépôt. Les courbures du substrat avant et après dépôt ont été mesurées à l'aide d'un profilomètre Altisurf 500. La contrainte résiduelle σ_R mesurée à l'aide de la méthode de courbure est présentée dans le Tableau IV. 20.

Tableau IV. 20 : Paramètres matériau du substrat, épaisseurs du dépôt et du substrat, rayons de courbure et contraintes résiduelles dans le dépôt.

| E_s (GPa) | ν_s | h_s (mm) | h_f (μm) | R_a (mm) | R_b (mm) | σ_R^I (MPa) |
|-------------|---------|------------|-------------------------|------------|------------|--------------------|
| 193 | 0.32 | 0.25 | 2.1 | 767 | 1103 | -559.147 |

Connaissant la contrainte résiduelle macroscopique σ_R^I dans le film, la contrainte résiduelle dans la phase W_β et les proportions des phases W_α et W_β , on peut déterminer la contrainte résiduelle dans la phase W_α à l'aide de l'équation IV. 34 ($\sigma^I = x_\alpha \sigma_\alpha + x_\beta \sigma_\beta$). La moyenne de la contrainte de phase W_β mesurée sur les deux plans {440}_β et {520}_β ($\sigma_\beta = -589.142$ MPa), les proportions des phases ($x_\alpha = 0.7314$ et $x_\beta = 0.252$) et la contrainte

résiduelle dans le film σ_R^I (Tableau IV. 20) ont été utilisés dans le calcul. La contrainte résiduelle dans la phase W_α est égale à $\sigma_\alpha = -561.5$ MPa.

On peut mentionner que, en toute rigueur, la formule de Stoney n'est valable que pour un matériau isotrope macroscopiquement, mais c'est bien le cas pour nos dépôts dans le plan (l'anisotropie du module d'Young entre la direction 3 et le plan n'influe pas sur la formulation de Stoney).

12. Prédiction des constantes d'élasticité des couches minces présentées dans le chapitre III

Le protocole expérimental adopté pour déterminer la texture et les proportions des phases du dépôt consiste à balayer les angles de mesure de la manière suivante :

- Un balayage en φ entre 0° et 360° .
- Un balayage en Ψ entre 0° et 70° .
- Un balayage en 2θ entre 30° et 150° .

Les mêmes conditions expérimentales présentées dans la section 8.3 ont été utilisées. Les proportions des phases déterminées suite à l'affinement en utilisant le logiciel MAUD, comme dans la section 8.3.2, sont les suivantes :

- 81 % de la phase W_α .
- 19 % de la phase W_β .

La figure IV. 20 représente les figures de pôles expérimentales des familles de plans $\{200\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β du dépôt de tungstène tracées à l'aide du logiciel DIFFRAC.TEXTURE. Les figures de pôles montrent que la phase W_β admet une texture de fibre d'axe $\{100\}$. On peut aussi voir sur les figures de pôles $\{211\}$ et $\{222\}$ que les anneaux ne présentent pas une symétrie de révolution parfaite. La figure IV. 21 montre que la phase W_α admet une texture de fibre imparfaite d'axe $\{110\}$. Toutefois, cette texture est beaucoup plus proche d'une fibre que les films précédents. On peut constater que, sur les figures de pôles $\{110\}_\alpha$, l'anneau présent à un angle d'inclinaison de 60° a une très faible intensité. On peut remarquer aussi sur la figure de pôles $\{211\}_\alpha$ l'absence de l'anneau qui devrait être présent à un angle d'inclinaison égal à 54.74° .

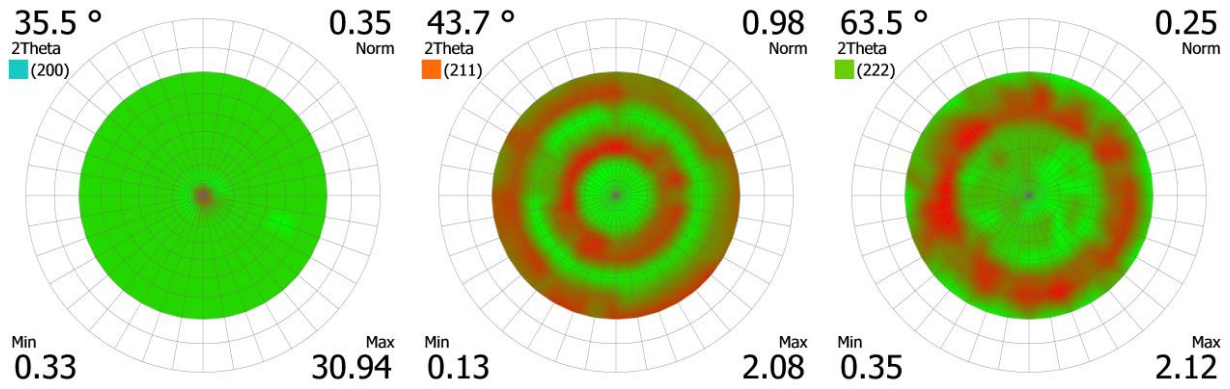


Figure IV. 20 : Figures de pôles expérimentales $\{200\}$, $\{211\}$ et $\{222\}$ de la phase W_β de la couche de tungstène déposée. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

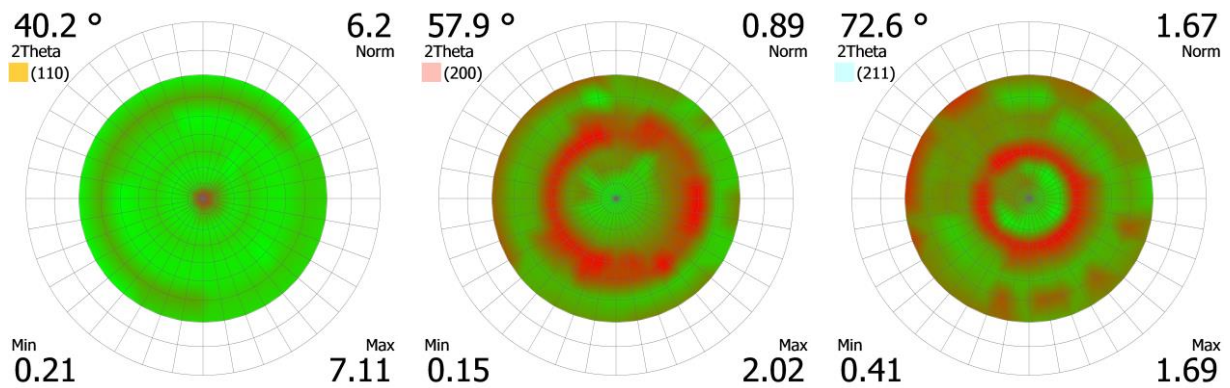


Figure IV. 21 : Figures de pôles expérimentales $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ de la phase W_α de la couche de tungstène déposée. Les figures de pôles sont présentées en projection stéréographique.

A l'aide des constantes d'élasticité de la phase W_β calculées précédemment (Tableau IV. 11) et en supposant que les deux phases admettent une texture de fibre parfaite, on a calculé le tenseur d'élasticité du matériau effectif qui est présenté ci-dessous (équation IV. 73). La simulation a été effectuée sur 5000 cristallites en prenant en compte le taux de porosité déterminé dans le chapitre III et en supposant que la texture des deux phases est parfaite. Comme attendu, on peut conclure, à partir du tenseur d'élasticité (équation IV. 73), que le film présente approximativement une isotropie transverse d'axe perpendiculaire à la surface de la couche. On utilisera par la suite cette approximation.

$$C = \begin{pmatrix} 461.854 & 193.483 & 188.879 & -0.003 & 0.012 & 1.258 \\ 193.483 & 459.757 & 190.694 & 0.099 & 0.029 & 1.284 \\ 188.879 & 190.694 & 464.176 & 0.016 & -0.052 & -2.645 \\ -0.003 & 0.098 & 0.015 & 268.207 & -3.635 & 0.045 \\ 0.012 & 0.029 & -0.052 & -3.635 & 264.622 & -0.01 \\ 1.258 & 1.284 & -2.646 & 0.045 & 0.045 & 273.727 \end{pmatrix} \quad (\text{IV. 73})$$

Les constantes d'élasticité dans les différentes directions sont présentées dans le Tableau IV. 21. En comparant les résultats du Tableau IV. 21 avec les résultats du tableau III. 4, on peut voir que le module d'Young déterminé par TEI est compris entre les modules d'Young calculées dans les directions x et y, que le module de cisaillement obtenu par TEI est légèrement inférieur aux modules de cisaillement calculés dans les trois directions. Cette différence peut être attribuée à l'incertitude de mesure (tableau III. 6) ou de calcul qui est du même ordre que l'incertitude présentée dans le Tableau IV. 13. Contrairement aux modules d'Young et de cisaillement, le coefficient de Poisson mesuré par TEI n'est pas compris entre les coefficients de Poisson calculés (Tableau IV. 21). La valeur mesurée par TEI est supérieure à la valeur obtenue par le calcul Tableau IV. 22.

Tableau IV. 21 : Les constantes d'élasticité dans les différentes directions, E et G en GPa.

| E_x | E_y | E_z | ν_{xy} | ν_{xz} | ν_{yz} | G_{xy} | G_{xz} | G_{yz} |
|---------|---------|---------|------------|------------|------------|----------|----------|----------|
| 349.777 | 346.522 | 354.022 | 0.304 | 0.282 | 0.288 | 136.845 | 132.286 | 134.079 |

Tableau IV. 22 : Les constantes d'élasticité des dépôts de tungstène présentés dans le chapitre III et leurs incertitudes.

| Echantillon | E_d (GPa) | G_d (GPa) | ν | $u(E_d)$ (GPa) | $u(G_d)$ (GPa) | $u(\nu)$ |
|-------------|-------------|-------------|-------|----------------|----------------|----------|
| 1 | 347.5 | 127.0 | 0.368 | 3.7 | 1.1 | 0.02 |
| 2 | 349.5 | 127.3 | 0.371 | 3.7 | 1.1 | 0.02 |

Avec les constantes d'élasticité de la phase W_β (Tableau IV. 11), on a pu recalculer les modules d'Young et de cisaillement ainsi que le coefficient de Poisson mesurés par TEI des dépôts présentés dans le chapitre III. La différence entre les constantes d'élasticité du dépôt présenté dans ce chapitre et le dépôt présenté dans le chapitre III peut être attribuée à la différence de composition, de porosité, de morphologie.

Delafargue et Ulm [Delafargue, 2004] ont déterminé des relations explicites qui permettent de recalculer le module réduit de matériaux orthotropes et isotropes transverse à l'aide du tenseur de rigidité macroscopique du matériau effectif. Dans le cas d'un matériau orthotrope indenté dans la direction x_3 , perpendiculairement à la surface de l'échantillon, le module réduit peut être recalculé à l'aide de l'équation IV. 74 :

$$M_o = \sqrt{M_{31}M_{32}} \quad (\text{IV. 74})$$

Avec :

$$M_{31} = 2 \sqrt{\frac{C_{31}^2 - C_{13}^2}{C_{11}} \left(\frac{1}{\frac{1}{2}C_{55}} + \frac{2}{C_{31} + C_{13}} \right)^{-1}} \quad (\text{IV. 75})$$

$$M_{32} = 2 \sqrt{\frac{C_{32}^2 - C_{23}^2}{C_{22}} \left(\frac{1}{\frac{1}{2}C_{44}} + \frac{2}{C_{32} + C_{23}} \right)^{-1}} \quad (\text{IV. 76})$$

$$C_{31} = \sqrt{C_{11}C_{33}} \quad (\text{IV.77})$$

$$C_{32} = \sqrt{C_{22}C_{33}} \quad (\text{IV.78})$$

Dans le cas d'un matériau isotrope transverse, dont le plan d'isotropie est (x_1, x_2) , indenté suivant la direction x_3 (perpendiculairement à son plan d'isotropie), le module réduit peut être recalculé à l'aide de l'équation IV.79 :

$$M_{it} = 2 \sqrt{\frac{C_{31}^2 - C_{13}^2}{C_{11}} \left(\frac{1}{\frac{1}{2}C_{44}} + \frac{2}{C_{31} + C_{13}} \right)^{-1}} \quad (\text{IV.79})$$

Avec :

$$C_{31} = \sqrt{C_{11}C_{33}} \quad (\text{IV.80})$$

Le module réduit recalculé en utilisant l'équation IV. 74 est égal à $M_o = 382.14 \text{ GPa}$. Etant donné que l'isotropie transverse représente un cas particulier de l'orthotropie nous avons choisi de recalculer le module réduit avec l'équation IV. 74. Le tableau IV. 23 montre les modules réduits recalculé et mesuré (Tableau III. 11) et leurs incertitudes. En comparant le module réduit recalculé et le module réduit obtenu par nanoindentation sur le dépôt présenté

dans le chapitre III, on remarque une différence qui peut être attribuée aux incertitudes de mesure et de calcul. On peut noter aussi que cette différence peut provenir de la contribution du substrat ou de l'influence de la porosité et de la morphologie des dépôts.

Tableau IV. 23 : Modules réduits recalculé et expérimental et leurs incertitudes.

| Module réduit (GPa) | | Incertitude (GPa) | |
|---------------------|-----------------|-------------------|-----------------|
| Recalculé | Nanoindentation | Recalculé | Nanoindentation |
| 382.14 | 368.7 | 8.3 | 7.3 |

13. Conclusions

Ce chapitre a été dédié à la détermination des constantes d'élasticité mésoscopiques d'une phase incluse dans un dépôt texturé et multiphasé. Dans cette partie, les quantités macroscopiques déterminées par TEI (le module d'Young et le module de cisaillement) dans les deux précédents chapitres et les quantités mésoscopiques déterminées par DRX dans ce chapitre ont été utilisées pour alimenter les modélisations faites à l'aide du modèle autocohérent de Kröner-Eshelby pour déterminer les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_β .

Pour ce faire, un dépôt de tungstène biphasé ($W_\alpha + W_\beta$) d'une épaisseur de $2.1 \mu m$ a été élaboré par pulvérisation cathodique magnétron. Ses modules d'Young et de cisaillement ont été mesurés par TEI. Les proportions des phases présentes au sein du film ont été quantifiées à l'aide du logiciel MAUD. La texture des deux phases a été déterminée à l'aide des figures de pôles expérimentales tracées à l'aide des données collectées par DRX. Le modèle de Kröner-Eshelby anisotrope a été utilisé pour simuler le comportement élastique macroscopique et mésoscopique de la couche de tungstène déposée. La texture a été prise en compte dans la modélisation du comportement élastique du dépôt. Les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_β ont été déterminées par la minimisation d'une fonction coût qui est définie par la différence entre les quantités expérimentales déterminées par TEI et DRX et les quantités théoriques calculées à l'aide du modèle autocohérent. La méthode des blocs de texture a été utilisée dans la mesure des déformations par DRX. Le choix de la phase W_β a été fait car les constantes d'élasticité de cette dernière ne sont pas connues dans la littérature ce qui a permis de proposer à la fin de ce travail un premier jeu de valeurs. A partir des valeurs déterminées,

on peut conclure que la phase W_β est moins rigide que la phase W_α . On peut aussi noter que son comportement élastique est faiblement anisotrope ($A = 0.861$).

A l'aide de différentes simulations, nous avons pu montrer l'influence de la fraction volumique de la phase W_β sur les constantes d'élasticité macroscopiques. Une baisse des modules d'Young et de cisaillement a été observée. Donc la baisse des modules d'Young et de cisaillement peut être attribuée à la présence de la phase W_β et d'un faible taux de porosité. Dans notre cas, la baisse due à la présence de la phase W_β est supérieure à celle due à la présence de pores. Les contraintes résiduelles au sein du film et au sein des deux phases ont été déterminées à l'aide de la méthode de Stoney et de la diffraction des rayons X.

A l'aide des constantes d'élasticité de la phase W_β déterminées dans ce chapitre, nous avons prédit le tenseur d'élasticité effectif du dépôt présenté dans le chapitre III, dépôt qui présente une texture de fibre. Nous avons trouvé que les modules d'Young et de cisaillement mesurés par TEI sont compris entre les modules d'Young et de cisaillement calculés dans les différentes directions et que la différence constatée entre les valeurs mesurées par TEI et les valeurs calculées est de l'ordre de l'incertitude de mesure et de calcul. Cependant le coefficient de Poisson mesuré par TEI est supérieur à la valeur obtenue par le calcul.

Afin d'avoir plus d'informations sur le comportement macroscopique du film déposé, l'anisotropie élastique macroscopique du film sera prise en compte dans un futur travail pour les mesures par TEI. Par ailleurs, l'amélioration de la qualité des mesures des déformations par DRX est primordiale pour assurer une meilleure qualité des résultats.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse est de développer une méthodologie de mesure des constantes d'élasticité macroscopiques et mésoscopiques des revêtements texturés et multiphasés. La démarche présentée dans ce travail fait appel à des outils expérimentaux et théoriques ou de simulation. Les outils expérimentaux utilisés durant cette thèse sont la Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI) pour mesurer les constantes d'élasticité macroscopiques du dépôt et la diffraction des rayons X pour caractériser le comportement élastique mésoscopique des phases. Les outils théoriques se manifestent par l'emploi de modèles micromécaniques pour la simulation du comportement élastique macroscopique et mésoscopique des films.

En ce qui concerne la caractérisation macroscopique, nous avons commencé par faire une comparaison entre les modèles analytiques (Pautrot, Lopez, Berry et CLBT) qui permettent de déterminer le module d'Young des revêtements par la Technique d'Excitation Impulsionnelle avec un modèle éléments finis et nous avons montré que le modèle de Pautrot est le modèle le plus fiable. Ceci revient au fait que ce modèle prend en compte le décalage de la fibre neutre après dépôt. Par évaluation des erreurs systématiques liées aux hypothèses sur lesquelles se basent les différents modèles, nous avons constaté que l'erreur systématique du modèle de Berry dépend du rapport des modules d'Young, du rapport des épaisseurs et du rapport des densité, $R_E = \frac{E_d}{E_s}$, $R_h = \frac{h_d}{h_s}$ et $R_\rho = \frac{\rho_d}{\rho_s}$. Alors que l'erreur systématique générée par les modèles de Lopez et CLBT ne dépend que des rapports R_E et R_h . L'étude d'incertitude effectuée dans le chapitre II a montré que l'incertitude sur la mesure du module d'Young du substrat provient principalement de la mesure de son épaisseur et de sa masse volumique. Alors que dans le cas du module d'Young des revêtements, les facteurs les plus influents sont la masse volumique du film, l'épaisseur du film, la fréquence de résonance du substrat et du composite (substrat+dépôt) et le module d'Young du substrat.

Un nouveau modèle pour déterminer le module de cisaillement des films minces a été développé grâce à l'application du principe de Hamilton. Ce nouveau modèle prend en compte le décalage de la fibre neutre après dépôt et est applicable quelles que soient l'épaisseur et les propriétés mécaniques et physiques du substrat et du dépôt. Un dépôt de tungstène pur a été élaboré par pulvérisation cathodique magnétron, son module de cisaillement a été déterminé à l'aide du nouveau modèle et son module d'Young à l'aide du modèle de Pautrot. Le coefficient de Poisson du film a été calculé en supposant que le film est isotrope. Une baisse du module d'Young et du module de cisaillement du film de tungstène

par rapport à ceux du matériau massif a été observée. Les analyses de morphologie et de structure ont montré que la couche déposée montre une morphologie colonnaire et présente deux différentes phases, une phase W_α stable et une phase W_β métastable. Selon les calculs faits avec le modèle de Nemat-Nasser et Hori, la baisse du module d'Young ne peut pas être attribuée uniquement à la diminution de la masse volumique du dépôt (liée à la porosité) comparée à la masse volumique du matériau massif. À l'aide d'une étude d'incertitude nous avons montré que même pour deux dépôts différents (aluminium et tungstène), qui ont des rigidités très différentes, les facteurs les plus influents sur la mesure du module d'Young restent les mêmes. Nous avons aussi montré que les facteurs influents sur la mesure du module de cisaillement du substrat sont les mêmes que dans le cas du module d'Young du substrat (épaisseur + masse volumique). Alors que dans le cas du module de cisaillement du film l'erreur provient principalement des mesures de la masse volumique du film, des fréquences du substrat et du composite (dépôt + substrat), de la mesure du module de cisaillement du substrat et de la mesure de l'épaisseur du dépôt.

Les constantes d'élasticité de la phase W_β métastable ont été déterminées grâce à une complémentarité entre outils expérimentaux et modèles micromécaniques, dans ce travail nous avons utilisé le modèle de Kröner-Eshelby. Les proportions des phases du dépôt de tungstène ont été quantifiées à l'aide du logiciel MAUD. La texture du film a été déterminée à l'aide de figures de pôles. Les constantes d'élasticité macroscopiques (modules d'Young et de cisaillement) de la couche de tungstène ont été déterminées par la Technique d'Excitation Impulsionnelle. Le comportement élastique mésoscopique du film a été caractérisé par diffraction des rayons X. À l'aide du modèle autocohérent nous avons formulé le tenseur de rigidité effectif du dépôt biphasé ($W_\alpha + W_\beta$) et la déformation mesurée par diffraction des rayons X de la phase W_β . Les quantités macroscopiques et mésoscopiques déterminées expérimentalement ont alimenté le modèle autocohérent pour déterminer les constantes d'élasticité de la phase W_β par la minimisation des moindres carrés de la différence entre les quantités expérimentales et théoriques. La texture a été prise en compte et la méthode des blocs de texture a été utilisée dans la mesure des déformations par diffraction des rayons X et dans le modèle autocohérent. Ceci nous a permis de proposer un premier jeu de valeurs des constantes d'élasticité de la phase W_β qui ne sont pas connues dans la littérature. Nous avons remarqué que la phase W_β est moins rigide que la phase W_α et qu'elle montre un comportement élastique faiblement anisotrope ($A = 0.861$). Nous avons montré que l'effet de

la fraction volumique de la phase W_β sur les modules d'Young et de cisaillement est environ 4 fois plus fort que l'effet de la porosité. De plus, la texture et la fraction volumique de la phase W_β n'ont pas d'effet considérable sur les coefficients de Poisson dans les différentes directions. La texture du dépôt de tungstène présentée dans le chapitre III a été déterminée et ses constantes d'élasticité macroscopiques ont été recalculées. Nous avons trouvé que les modules d'Young et de cisaillement mesurés par la Technique d'Excitation Impulsionnelle sont compris entre les modules d'Young et de cisaillement calculés dans les différentes directions.

Dans ce travail, la texture des dépôts a été prise en compte en idéalisant les orientations cristallographiques des deux phases. Cependant, la texture du dépôt peut être décrite plus précisément à l'aide de fonctions de distributions des orientations (FDO). La morphologie colonnaire des dépôts peut induire une anisotropie élastique entre le plan de la surface et la direction de la croissance. Elle peut être prise en compte en utilisant un tenseur de Morris correspondant à une inclusion allongée dans la direction de croissance ou à l'aide d'un modèle mixte de Vook-Witt et de Kröner-Eshelby.

Les modèles utilisés pour déterminer les constantes d'élasticité macroscopiques ne prennent pas en compte l'anisotropie élastique. Or comme vu dans le quatrième chapitre le comportement macroscopique de ce dernier n'est pas parfaitement isotrope. L'anisotropie élastique macroscopique peut être prise en compte par le développement de nouveaux modèles ou aussi par l'utilisation de différentes techniques expérimentales complémentaires.

Afin de déterminer les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_β nous avons utilisé les constantes d'élasticité de la phase W_α de la littérature. Alors qu'il peut être possible que le comportement de notre phase W_α soit différent. Une détermination des tenseurs de rigidité des deux phases, nous permettra de comparer les coefficients c_{ij}^α calculés avec celles qui existent dans la littérature et ne pas imposer un jeu de valeurs qui peut ne pas correspondre à notre cas. Pour cela, il conviendra d'effectuer des mesures de déplacement des pics de diffraction de la phase W_α sous chargement imposé.

Références bibliographiques

- [Achache, 2016] S. Achache, S. Lamri, A. Alhussein, A. Billard, M. François, F. Sanchette, Gum Metal thin films obtained by magnetron sputtering of a Ti-Nb-Zr-Ta target, *Materials Science and Engineering A*, 673, 492-502 (2016).
- [Ait-Djafer, 2015] A. Z. Ait-Djafer, N. Saoula, H. Aknouche, B. Guedouar, N. Madaoui, Deposition and characterization of titanium aluminum nitride coatings prepared by RF magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, 350, 6–9 (2015).
- [Anyia, 1997] C. C. Anyia, S. C. Roberts, Pressureless sintering and elastic constants of $Al_2O_3 - SiC$ nanocomposites, *Journal of the European Ceramic Society*, 17, 565-573 (1997).
- [Apreutesei, 2017] M. Apreutesei, P. Djemia, L. Belliard, G. Abadias, C. Esnouf, A. Billard, P. Steyer, Structural-elastic relationships of Zr-TL (TL $\frac{1}{4}$ Cu, Co, Ni) thin films metallic glasses, *Journal of Alloys and Compounds*, 707, 126-131 (2017).
- [Asada, 1993] H. Asada, Y. Kishi, Y. Hirose, Measurement of Young's moduli of TiC-coated film by the X-ray method, *Thin Solid Films*, 236, 247-252 (1993).
- [ASTM E1876, 2015] ASTM E1876-15: Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration (2015).
- [Atri, 1999] R.R. Atri, K.S. Ravichandran, and S.K. Jha: Elastic properties of in-situ processed Ti–TiB composites measured by impulse excitation of vibration, *Materials Science and Engineering A*, 271, 150–159 (1999).
- [Baczanski, 2008] A. Baczanski, P. Lipinski, A. Tidu, K. Wierzbanski, B. Pathiraj, Quantitative estimation of incompatibility stresses and elastic energy stored in ferritic steel, *Journal of applied crystallography*, 41, 854-867 (2008).
- [Baczanski, 2003] A. Baczanski, C. Braham, W. Seiler, Microstresses in textured polycrystals studied by the multireflection diffraction method and self-consistent model, *Philosophical Magazine (Taylor and Francis)*, 83, 3225-3246 (2003).
- [Badawi, 1993] K. F. Badawi, C. Kahloun, J. Grilhé, Formalisme rationnel de la méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X: application aux couches minces, *Journal de Physique III, EDP Sciences*, 3 (6), pp.1183-1188 (1993).
- [Barral, 1987] M. Barral, J. L. Lebrun, J. M. Sprauel, G. Maeder, X-ray macrostress determination on textured material: use of the ODF for calculating the X-ray compliances, *Metallurgical Transactions A*, 18A, 1229-1238 (1987).

- [Bai, 2000] M. Bai, K. Kato, N. Umehara, Y. Miyake, Nanoindentation and FEM study of the effect of internal stress on micro/nano mechanical property of thin CN films, *Thin Solid Films*, 377-378, 138-147 (2000).
- [Bao, 2018] W. Bao, J. Xue, J. X. Liu, X. Wang, Y. Gu, F. Xu, G. J. Zhang, Coating SiC on Zircaloy-4 by magnetron sputtering at room Temperature, *Journal of Alloys and Compounds*, 730, 81-87 (2018).
- [Berdichevsky, 2009] V. L. Berdichevsky: Variational principles of continuum mechanics, Interaction of Mechanics and Mathematics, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2009).
- [Berry, 1975] B.S. Berry, W.C. Pritchett: Vibrating reed internal friction apparatus for films and foils, *IBM Journal of Research and Development*, 19, 334–343 (1975).
- [Billard, 2005] A. Billard, F. Perry, Pulvérisation cathodique Magnétron, *Techniques de l'ingénieur*, M1654 (2005).
- [Borgese, 2012] L. Borgese, M. Gelfi, E. Bontempi, P. Goudeau, G. Geandier, D. Thiaudière, L.E. Depero, Young modulus and Poisson ration measurments of TiO_2 thin films deposited with atomic layer deposition, *Surface and Coatings Technology*, 206, 2459-2463 (2012).
- [Bramowicz, 2016] M. Bramowicz, L. Braic, F. A. Azem, S. Kulesza, I. Birlik, A. Vladescu, Mechanical properties and fractal analysis of the surface texture of sputtered hydroxyapatite coatings, *Applied Surface Science*, 379, 338–346 (2016).
- [Bullough, 2000] C.K. Bullough: The determination of uncertainties in Dynamic Young's Modulus, Standards Measurement and Testing Project No. SMT4-CT97-2165 (2000).
- [Buckle, 1960] H. Buckle, L'essai de microdureté et ses applications, *Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air*, ISSN 0370-1999, (1960).
- [Bunge, 1982] H. J. Bunge, *Texture analysis in materials science*, Butterworths, London (1982).
- [Chaabani, 2017] A. Chaabani, A. Njeh, W. Donner, A. Klein, M. H. Ben Ghazlen, Elasticity study of textured barium strontium titanate thin films by X-ray diffraction and laser acoustic waves, *Japanese Journal of Applied Physics*, 56, 055501 (2017).
- [Chen, 2005] S. Chen, L. Liu, T. Wang, Investigation of the mechanical properties of thin films by nanoindentation, considering the effects of thickness and different coating–substrate combinations, *Surface and Coatings Technology*, 191, 25-32 (2005).
- [Chen, 2009] C. L. Chen, T. Nagase, H. Mori, In situ TEM observations of irradiation-induced phase change in tungsten, *Journal of Materials Science*, 44 (8), 1965-1968 (2009).

- [Choudhary, 2015] R.K. Choudhary, S.C. Mishra, P. Mishra, P.K. Limaye, K. Singh, Mechanical and tribological properties of crystalline aluminum nitride coatings deposited on stainless steel by magnetron sputtering, *Journal of Nuclear Materials*, 466, 69-79 (2015).
- [Cianci, 2007] E. Cianci, A. Coppa, V. Foglietti, Young's modulus and residual stress of DF PECVD silicon nitride for MEMS free-standing membranes, *Microelectronic Engineering*, 84, 1296-1299 (2007).
- [Colombi, 2013] P. Colombi, P. Bergese, E. Bontempi, L. Borgese, S. Federici, S. S. Keller, A. Boisen, L. E. Depero, Sensitive determination of the Young's modulus of thin films by polymeric microcantilevers, *Measurement Science and Technology*, 24, 125603 (2013).
- [Djaziri, 2014] S. Djaziri, P.O. Renault, E. Le Bouhris, Ph. Goudeau, D. Faurie, G. Geandier, C. Mocuta, D. Thiaudière, Comparative study of the mechanical properties of nanostructured thin films on stretchable substrates, *Journal of Applied Physics*, 116, 093504 (2014).
- [Delafargue, 2004] A. Delafargue, F. J. Ulm, Explicit approximations of the indentation modulus of elastically orthotropic solids for conical indenters, *International Journal of Solids and Structures*, 41, 7351-7360 (2004).
- [Doerner, 1986] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, 1 (4), 601–609 (1986).
- [Dölle, 1979] H. Dölle, The influence of multiaxial stress states, stress gradients and elastic anisotropy on the evaluation of (residual) stresses by X-rays, *Journal of Applied Crystallography*, 12, 489-501 (1979).
- [Dong, 2013] J. Dong, P. Du, X. Zhang, Characterization of the Young's modulus and residual stresses for a sputtered silicon oxynitride film using micro-structures, *Thin Solid Films*, 545, 414-418 (2013).
- [Duckworth, 1953] W. Duckworth, Discussion on compression strength of porous sintered Al₂O₃ and ZrO₂, *Journal of the American Ceramic Society*, 36 (2), 68 (1953).
- [Efstathiou, 2010] C. Efstathiou, D. E. Boyce, J. S. Park, U. Lienert, P. R. Dawson, M. P. Miller, A method of measuring single-crystal elastic moduli using high-energy X-ray diffraction and a crystal-based finite element model, *Acta Materialia*, 58, 5806-5819 (2010).
- [Eshelby, 1957] J. D. Eshelby, The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems, *Proceedings of the Royal Society A*, 241, 376-396 (1957).
- [Etienne, 2004] S. Etienne, Z. Ayadi, M. Nivoit, and J. Montagnon: Elastic modulus determination of a thin layer, *Materials Science and Engineering A*, 370, 181–185 (2004).

- [Faurie, 2005] D. Faurie, P. O. Renault, E. Le Bouhris, P. Goudeau, Determination of elastic constants of fiber-textured gold film by combining synchrotron X-ray diffraction and in situ tensile testing, *Journal of Applied Physics*, 98, 093511 (2005).
- [Faurie, 2004] D. Faurie, P.O. Renault, E. Le Bouhris, P. Villain, Ph. Goudeau, F. Badawi, Measurement of thin film elastic constants by X-ray diffraction, *Thin Solid Films*, 469-470, 201-205 (2004).
- [Faurie, 2006] D. Faurie, P. O. Renault, E. Le Beouhris, Ph. Goudeau, Study of texture effect on elastic properties of Au thin films by X-ray diffraction and in situ tensile testing, *Acta Materialia*, 54, 4503-4513 (2006).
- [Feng, 1998] L. Feng, J. Tang, J. S. Zabinski, Tribological properties of magnetron-sputtered TiC coatings, *Materials Science and Engineering A*, 257, 240-249 (1998).
- [François, 2009] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux : Elasticité et plasticité*, Lavoisier, Hermès, Paris (2009).
- [François, 2001] D. François: *Essais mécaniques et lois de comportement*, Éditions Lavoisier, Cachan, (2001).
- [François, 2008] M. François, Unified description for the geometry of X-ray stress analysis: proposal for a consistent approach, *Journal of Applied Crystallography*, 41, 44-55 (2008).
- [François, 1996] M. François, in : *Handbook on techniques of residual stresses measurement*, J. Lu, M. R. James, American Society for Experimental Mechanics (1996).
- [François, 2009] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux : Elasticité et plasticité*, Lavoisier, Hermès, Paris (2009).
- [Fréour, 2005] S. Fréour, D. Gloaguen, M. François, A. Perronnet, R. Guillén, Determination of single-crystal elasticity constants in a cubic phase within a multiphase alloy : X-ray diffraction measurements and inverse-scale transition modelling, *Journal of Applied Crystallography*, 38, 30-37 (2005).
- [Gadaud, 2004] P. Gadaud, S. Pautrot, Application of the dynamical flexural resonance technique to industrial materials characterisation, *Materials Science and Engineering. A*, 370, 422-426 (2004).
- [Gadaud, 2009] P. Gadaud, X. Milhet, S. Pautrot, Bulk and coated materials shear modulus determination by means of torsional resonant method, *Materials Science and Engineering A*, 521-522, 303-306 (2009).
- [Gao, 2016] L. Gao, S. Jiang, R. Li, Effect of sputtering pressure on structure and dielectric properties of bismuth magnesium niobate thin films prepared by RF magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 603, 391-394 (2016).

- [Gere, 2003] J. Gere: *Mechanics of Materials*, Cengage Learning, Independence, 2003.
- [Gerthoffer, 2017] A. Gerthoffer, C. Poulain, F. Roux, F. Emieux, L. Grenet, S. Perraud, CIGS solar cells on ultra-thin glass substrates: Determination of mechanical properties by nanoindentation and application to bending-induced strain calculation, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 166, 254-261 (2017).
- [Gérardin, 1994] M. Gérardin, D. Rixen, *Mechanical vibrations*, Wiley-Masson (1994).
- [Girault, 2013] B. Girault, D. Eyidi, P. Goudeau, T. Sauvage, P. Guerin, E. Le Bouhris, P. O. Renault, Controlled nanostructuring of polycrystalline tungsten thin films, *Journal of Applied Physics*, 113, 174310 (2013).
- [Glocker, 1938] R. Glocker: Einfluß einer elastischen Anisotropie auf die röntgenographische Messung von Spannungen. *Z. f. tech. Phys*, 19, 289-293 (1938).
- [Gnäupel, 1998] T. Gnäupel-Herold, P. C. Brand, H. J. Prask, Calculation of single-crystal elastic constants for cubic crystal symmetry from powder diffraction data, *Journal of Applied Crystallography*, 31, 929-935 (1998).
- [Gong, 2014] M. F. Gong, S. R. Qiao, F. Mei, Determining Young's modulus and Poisson's ratio of thin hard films, *Surface Engineering*, 30 (8), 589-593 (2014).
- [Grieseler, 2016] R. Grieseler, F. Theska, T. Stürzel, B. Hähnlein, M. Stubenrauch, M. Hopfeld, T. Kups, J. Pezoldt, P. Schaaf, Elastic properties of nanolaminar Cr₂AlC films and beams determined by in-situ scanning electron microscope bending tests, *Thin Solid Films*, 604, 85-89 (2016).
- [Grove, 1852] W.R. Grove, On the electro-chemical polarity of gases. *Philosophical Transactions of the Royal Society*, 142, 87-101 (1852).
- [Harry, 1998] E. Harry, A. Rouzaud, M. Ignat, P. Juliet, Mechanical properties of W and W (C) thin, films: Young's modulus, fracture toughness and adhesion, *Thin Solid Films*, 332, 195-201 (1998).
- [Hauert, 2009] A. Hauert, A. Rossoll, A. Mortensen, Young's modulus of ceramic particle reinforced aluminium: Measurement by the Impulse Excitation Technique and confrontation with analytical models, *Composites: Part A*, 40, 524-529 (2009).
- [Hauk, 1997] V. Hauk, *Structural and residual stress analysis by nondestructive methods*, Elsevier Science B.V., Amsterdam, (1997).
- [Hayakawa, 1985] M. Hayakawa, S. Imai, M. Oka, Determination of single-crystal elastic constants from a cubic polycrystalline aggregate, *Journal of applied crystallography*, 18, 513-518 (1985).

- [Herold, 1998] T. Gnäupel-Herold, P. C. Brand, H. J. Prask, Calculation of single-crystal elastic constants for cubic crystal symmetry from powder diffraction data, *Journal of Applied Crystallography*, 31, 929-935 (1998).
- [Herold, 2012] T. Gnaüpel-Herold, A. A. Creuziger, M. Iadicola, A model for calculating diffraction elastic constants, *Journal of Applied Crystallography*, 45, 197-206 (2012).
- [Hill, 1967] R. Hill, The essential structure of constitutive laws for metals composites and polycrystals, *Journal of the mechanics and physics of solids*, 15, 79-95 (1967).
- [Hill, 1951] R. Hill, The elastic behaviour of a crystalline aggregate, *Proceedings of the Physical Society A*, 65, 349-354 (1952).
- [Hochstetter, 1999] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.-L. Loubet, Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements, *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 38 (5), 681 (1999).
- [Hollman, 1997] P. Hollman, M. Larsson, P. Hedenqvist, S. Hogmark, Tensile testing as a method for determining the Young's modulus of thin hard coating, *Surface and Coatings Technology*, 90, 234-238 (1997).
- [Howard, 1999] C. J. Howard, E. H. Kisi, Measurement of single-crystal elastic constants by neutron diffraction from polycrystals, *Journal of Applied Crystallography*, 32, 624-633 (1999).
- [Hurley, 2001] D. C. Hurley, V. K. Tewary, A. J. Richards, Surface acoustic wave methods to determine the anisotropic elastic properties of thin films, *Measurement Science and Technology*, 12, 1486-1494 (2001).
- [Issel , 2012] H. Issel , D. Mercier, G. Parry, R. Estevez, L. Vignoud, C. Olagnon, Determination of the Young's modulus of a TiN thin film by nanoindentation: analytical models and FEM simulation, *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology*, 10, 624-629 (2012).
- [Javed, 2010] A. Javed, J. B. Sun, An investigation of structural phase transformation and electrical resistivity in Ta films, *Applied Surface Science*, 257, 1211-1215 (2010).
- [JCGM 100, 2008] JCGM 100: Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement (2008) (<https://www.bipm.org/en/about-us/>).
- [JCGM200, 2012] JCGM 200: International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms (VIM) (2012) (<https://www.bipm.org/en/about-us/>).
- [Jiang, 2016] D. Y. Jiang, C. Y. Ouyang, S. Q. Liu, Mechanical properties of W-Ti alloys from first-principles calculations, *Fusion Engineering and Design*, 106, 34-39 (2016).

- [Kaman, 2014] J. Kaman, Young's Modulus and Energy Dissipation Determination Methods by AFM, with Particular Reference to a Chalcogenide Thin Film, *Periodica Polytechnica Electrical Engineering and Computer Science*, 59 (1), 18-25 (2015).
- [Keefe, 1996] M. J. O'Keefe, J. T. Grant, Phase transformation of sputter deposited tungsten thin films with A-15 structure, *Journal of applied physics*, 79 (12), 9134 (1996).
- [Kiss, 1998] A. B. Kiss, Thermoanalytical study of the composition of β -tungsten, *Journal of Thermal Analysis*, 54, 815-824 (1998).
- [Kocks, 1998] U. F. Kocks, C. N. Tome, H. R. Wenk, *Texture and anisotropy: Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, Cambridge University Press (1998).
- [Kraft, 1998] O. Kraft, R. Schwaiger, W. D. Nix, Measurement of mechanical properties in small dimensions by microbeam deflection, *Materials Research Society Symposium-Proceedings*, 518, 39-44 (1998).
- [Kröner, 1958] V. E. Kröner, Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls, *Zeitschrift für Physik*, 151, 504-518 (1958).
- [Laroze, 1974] S. Laroze, *Théorie des poutres*, Masson (1974).
- [Lassner, 1998] E. Lassner, W.-D. Schubert, *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*, Springer Science + Business Media, LLC, 1998.
- [Ledbetter, 1988] H. M. Ledbetter, S. A. Kim, Low temperature elastic constants of deformed polycrystalline copper, *Materials Science and Engineering A*, 101, 87-92 (1988).
- [Lemaitre, 2009] J. Lemaitre, J. L. Chaboche, A. Benallal, R. Desmorat, *Mécanique des matériaux solides*, Dunod, Paris, (2009).
- [Li, 2016] X. Li, S. Schönecker, R. Li, X. Li, Y. Wang, J. Zhao, B. Johansson, L. Vitos, Ab initio calculations of mechanical properties of bcc $W - Re - Os$ random alloys: effects of transmutation of W, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 28, 295501 (2016).
- [Liu, 2016] G. Liu, Y. Yang, B. Huang, X. Luo, S. Ouyang, G. Zhao, N. Jin, P. Li, Effects of substrate temperature on the structure, residual stress and nanohardness of Ti6Al4V films prepared by magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, 370, 53-58 (2016).
- [Liu, 2018] G. Liu, Y. Yang, N. Jin, X. Luo, B. Huang, P. Li, Z. Kou, The structural characterizations of Ti-17 alloy films prepared by magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, 427, 774-781 (2018).
- [Lodini, 2012] A. Lodini, T. Baudin, *Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux : Analyse des contraintes et des textures*, EDP Sciences (2012).

- [Lopez, 2014] A. López-Puerto and A.I. Oliva: A vibrational approach to determine the elastic modulus of individual thin films in multilayers, *Thin Solid Films*, 565, 228–236 (2014).
- [Lord, 2007] J.D. Lord and R. Morrell: Measurement Good Practice Guide No. 98, Elastic Modulus Measurement, National Physical Laboratory, Middlesex, UK, 2007 (<http://www.npl.co.uk/>).
- [Loubet, 1993] J.-L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, B. Gauthier-Manuel, Nano-indentation with a surface force apparatus, NATO Advanced study institute Series E. M. Natasi, p. 429-447 (1993).
- [Lugscheider, 2001] E. Lugscheider, K. Bobzin, S. Barwulf, A. Etzkorn, Mechanical properties of EB-PVD-thermal barrier coatings by nanoindentation, *Surface and Coatings Technology*, 138, 9-13 (2001).
- [Luo, 1999] J. Luo, R. Stevens, Porosity of elastic moduli and hardness of 3Y-TZP ceramics, *Ceramics International*, 25, 281-286 (1999).
- [Lutterotti, 1999] L. Lutterotti, S. Matthies and H. -R. Wenk, MAUD (Material Analysis Using Diffraction): a user friendly Java program for Rietveld Texture Analysis and more, *Proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM-12)*, 1, 1599, (1999).
- [Macherauch, 1963] E. Macherauch, Grundlagen und problem der röntgenographischen ermittlung elastischer spannungen, *Mater.-Prüf*, 5, 14-26 (1963).
- [Martins, 2009] P. Martins, C. Malhaire, S. Brida, D. Barbier, On the determination of Poisson's ratio of stressed monolayer and bilayer submicron thick films, *Microsystem Technologies*, 15, 1343–1348 (2009).
- [Martinschitz, 2009] K. J. Martinschitz, R. Daniel, C. Mitterer, J. Keckes, Elastic constants of fiber textured thin films determined by X-ray diffraction, *Journal of Applied Crystallography*, 42, 416-428 (2009).
- [Martinschitz, 2006] K. J. Martinschitz, E. Eiper, S. Massl, H. Köstenbauer, R. Daniel, G. Fontalvo, C. Mitterer, J. Keckes, Rapid determination of stress factors and absolute residual stresses in thin films, *Journal of Applied Crystallography*, 39, 777-783 (2006).
- [Matthies, 1992] S. Matthies, H. R. Wenk, Optimisation of texture measurments by pole figure coverage with hexagonal grids, *Physica Status Solidi (a)*, 133, 253-257 (1992).

- [Mazot, 1998] P. Mazot, S. Pautrot, Détermination du module d'Young de dépôts par flexion dynamique: Application aux systèmes bicouche et tricouche, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 23, 821–827 (1998).
- [Mehregany, 1997] M. Mehregany, L. Tong, L. G. Matus, D. J. Larkin, Internal stress and elastic modulus measurements on micromachined 3C–SiC thin films, *IEEE Transactions on Electron Devices*, 44 (1), 74-79 (1997).
- [Mehrabadi, 1990] M. M. Mehrabadi, S. C. Cowin, Eigentensors of linear anisotropic elastic materials, *Quarterly Journal of Mechanics and Applied Mathematics*, 43, 15-41 (1990).
- [Mendels, 2005] D. A. Mendels, N. M. P. Evanno, A. Cuenat, Determination of the elastic properties of multilayered foils by the four-point micro-bending test, *Philosophical Magazine*, 85 (16), 1765-1782 (2005).
- [Moon, 2009] M.W. Moon, J.H. Han, A measurement of elastic moduli for tungsten films on polymer substrate using wrinkling analysis, *Applied Surface Science*, 256, 593-596 (2009).
- [Morris, 1970] P. R. Morris, Elastic constants of polycrystals, *International Journal of Engineering Science*, 8, 49-61 (1970).
- [Nakamura, 1990] M. Nakamura, S. Matsumoto, T. Hirano, Elastic constants of MoSi₂ and WSi₂ single crystals, *Journal of materials science*, 25, 3309-3313 (1990).
- [Nemat-Nasser, 1993] S. Nemat-Nasser, M. Hori, *Micromechanics : Overall properties of heterogeneous materials*, Elsevier Science Publishers B. V, North-Holland-Amsterdam (1993).
- [Nouveau, 2001] C. Nouveau, Etude de revêtements durs (Cr_xN_y) obtenus par méthodes P.V.D : relation et caractérisations. Application à l'usinage du bois, Thèse de doctorat de l'ENSAM, Cluny, (2001).
- [Oliver, 1992] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improve technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7 (6), 1564-4583 (1992).
- [Oliver, 2004] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of Materials Research*, 19 (1), 3-20 (2004).
- [Patel, 2018] M. Patel, M. P. S. Kiran, S. Kumari, V. Singh, S. Singh, V.V. B. Prasad, Effect of oxidation and residual stress on mechanical properties of SiC seal coated C/SiC composite, *Ceramics International*, 44, 1633-1640 (2018).
- [Pautrot, 1993] S. Pautrot, P. Mazot, Mesures par méthode dynamique du module d'Young du dépôt de chrome sur un acier allié, *Revue de Métallurgie*, 1665–1667 (1993).

- [Pawlowski, 2003] L. Pawlowski, *Dépôts physiques : Techniques, microstructure et propriétés*, Presses polytechniques et universitaires normandes, (2003).
- [Peraud, 1997] S. Peraud, S. Pautrot, P. Villechaise, P. Mazot, and J. Mendez: Determination of Young's modulus by a resonant technique applied to two dynamically ion mixed thin films, *Thin Solid Films*, 292, 55–60 (1997).
- [Radovic, 2004] M. Radovic, E. Lara-Curzio, L. Riester, Comparison of different experimental techniques for determination of elastic properties of solids, *Materials Science and Engineering A*, 368, 56-70 (2004).
- [Raj, 2009] S.V. Raj, R. Pawlik, W. Loewenthal, Young's moduli of cold and vacuum plasma sprayed metallic coatings, *Materials Science and Engineering A*, 513-514, 59-63 (2009).
- [Randle, 2001] V. Randle, O. Engler, *Introduction to texture analysis-Macrostress, microtexture and orientation mapping*, Gordon and Breach Science Publishers (2001).
- [Rao, 2006] S.S. Rao: *Vibration of Continuous Systems*, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken (2006).
- [Read, 2001] D. T. Read, Y. W. Cheng, R. R. Keller, J. D. McCloskey, Tensile properties of free-standing aluminum thin films, *Scripta Materialia*, 45, 583-589 (2001).
- [Renault, 2003] P. O. Renault, E. Le Bouhris, P. Villain, P. Goudeau, K. F. Badawi, D. Faurie, Measurement of the elastic constants of textured anisotropic thin films from X-ray diffraction data, *Applied Physics Letters*, 83 (3), 472-475 (2003).
- [Reuss, 1929] Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle, *Z. Ang. Math. Mech.*, 9, 49, 1929.
- [Rietveld, 1969] H. M. Rietveld, A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, *Journal of Applied Crystallography*, 2, 65-71 (1969).
- [Rouxel, 2007] T. Rouxel, Elastic properties and short- to medium-range order in glasses, *Journal of the American Ceramic Society*, 90, 3019-3039 (2007).
- [Rouzaud, 1995] A. Rouzaud, E. Barbier, J. Ernoult, E. Quesnel, A method for elastic modulus measurements of magnetron sputtered thin films dedicated to mechanical applications, *Thin Solid Films*, 270, 270-274 (1995).
- [Salamon, 2013] K. Salamon, O. Milat, N. Radic, P. Dubcek, M. Jercinovic, S. Bernstorff, Structure and morphology of magnetron sputtered W films studied by X-ray methods, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 46, 095304 (2013).
- [Samolyuk, 2013] G. D. Samolyuk, Y. N. Osetsky, R. E. Stoller, The influence of transition metal solutes on the dislocation core structure and values of the Peierls stress and barrier in tungsten, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 25, 025403 (2013).

- [Schalko, 2011] J. Schalko, R. Beigelbeck, M. Stifter, M. Schneider, A. Bittner, U. Schmid, Improved load-deflection method for the extraction of elastomechanical properties of circularly shaped thin-film diaphragms, Proc. SPIE 8066, Smart Sensors, Actuators, and MEMS V, 80661J (2011).
- [Schajer, 2013] G. S. Schajer, Practical residual stress measurement methods. John Wiley & Sons. 2013.
- [Schiebold, 1983] E. Schiebold: Beitrag zur Theorie der Messungen elastischer Spannungen in Werkstoffen mit Hilfe von Röntgenstrahlen-Interferenzen. Berg- u. Hüttenm. Monatsh, 86, 278-295 (1938).
- [Schneider, 1997] D. Schneider, T. Schwarz, H. J. Scheibe, M. Panzner, Non-destructive evaluation of diamond and diamond-like carbon films by laser induced surface acoustic waves, Thin Solid Films, 295, 107-116 (1997).
- [Schrooten, 1999] J. Schrooten, G. Roebben, J.A. Helsen, Young's modulus of bioactive glass coated oral implants: porosity corrected bulk modulus versus resonance frequency analysis, Scripta. Materialia, 41 (10), 1047-1053 (1999).
- [Sedmak, 2013] P. Sedmák, H. Seiner, P. Sedlák, M. Landa, R. Mušálek, J. Matějčíček, Application of resonant ultrasound spectroscopy to determine elastic constants of plasma-sprayed coatings with high internal friction, Surface and Coatings Technology, 232, 747-757 (2013).
- [Sharpe, 1997] W. N. Sharpe, Jr., Bin Yuan, R. L. Edwards, A New Technique for Measuring the Mechanical Properties of Thin Films, Journal of Microelectromechanical Systems, 6 (3), (1997).
- [Shen, 2001] Y. G. Shen, Y. W. Mai, Structure and properties of stacking faulted A 15 tungsten thin films, Journal of Materials Science, 36, 93-98 (2001).
- [Shen, 2000] Y. G. Shen, Y. W. Mai, Q. C. Zhang, D. R. McKenzie, W. D. McFall, W. E. McBride, Residual stress, microstructure and structure of tungsten thin films deposited by magnetron sputtering, Journal of Applied Physics, 87 (1), 177 (2000).
- [Slim, 2017] M. F. Slim, A. Alhussein, F. Sanchette, B. Guelorget, M. François, An enhanced formulation to determine Young's and shear modulus of thin films by means of Impulse Excitation Technique, Thin Solid Films, 631, 172-179 (2017).
- [Slim, 2016] M.F. Slim, A. Alhussein, A. Billard, F. Sanchette, M. François, On the determination of Young's modulus of thin film with Impulse Excitation Technique, Journal of Materials. Research, 32, 497-511 (2016).

- [Sneddon, 1965] I. N. Sneddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *International Journal of Engineering Science*, 3 (1), 47-57 (1965).
- [Sohn, 1994] Y. H. Sohn, R. R. Biederman, R. D. Sisson JR, Microstructural development in physical vapour-deposited partially stabilized zirconia thermal barrier coatings, *Thin Solid Films*, 250, 1-7 (1994).
- [Söderlind, 1993] P. Söderlind, O. Eriksson, J. M. Wills, A. M. Boring, Theory of elastic constants of cubic transition metals and alloys, *Physical Review B*, 48, 5844-5851 (1993).
- [Spinner, 1961] S. Spinner, W.E. Tefft, A method for determining mechanical resonance frequencies and for calculating elastic moduli from these frequencies, *Proceedings, ASTM*, 1221-1238 (1961).
- [Sprael, 1989] J. M. Sprael, M. François, M. Barral, Calculation of X-ray elastic constants of textured materials using Kröner model, *International Conference on Residual Stresses*, 172-177 (1989).
- [Spriggs, 1961] R.M. Spriggs, Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly aluminum oxide, *Journal of American Ceramic Society*, 44, 628-629 (1961).
- [Srivastava, 1988] P. K. Srivastava, V. D. Vankar, K. L. Chopra, Mechanical properties of R.F magnetron sputtered W-C films on stainless steel, *Thin Solid Films*, 161, 107-116 (1988).
- [Stoney, 1909] G. G. Stoney, The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 82 (553), 172-175 (1909).
- [Sungwoo, 2005] S. Cho, J. F. Cardenas-Garcia, I. Chasiotis, Measurement of nanodisplacements and elastic properties of MEMS via the microscopic hole method, *Sensors and Actuators A*, 120, 163-171 (2005).
- [Tan, 2010] Y. Tan, A. Shyam, W.B. Choi, E. Lara-Curzio, S. Sampath, Anisotropic elastic properties of thermal spray coatings determined via resonant ultrasound spectroscopy, *Acta Materialia*, 58, 5305-5315 (2010).
- [Thomasova, 2015] M. Thomasová, P. Sedláč, H. Seiner, M. Janovská, M. Kabla, D. Shilo, M. Landab, Young's moduli of sputter-deposited NiTi films determined by resonant ultrasound spectroscopy: Austenite, R-phase, and martensite, *Scripta Materialia*, 101, 24-27 (2015).
- [Timoshenko, 1951] S. Timoshenko, J.N. Goodier, *Theory of Elasticity*, MacGraw-Hill, 1951.

- [Toraya, 1983] H. Toraya, M. Yoshimura, S. Somiya, A computer program for the deconvolution of X-ray diffraction profiles with the composite of Pearson type VII functions, *Journal of Applied Crystallography*, 16, 653-657 (1983).
- [Vasechko, 2016] V. Vasechko, G. Pecanac, B. Kuhn, J. Malzbender, Mechanical properties of porous ITM alloy, *International Journal of Hydrogen Energy*, 41, 562-569 (2016).
- [Villain, 2003] P. Villain, P. Goudeau, J. Ligot, S. Benayoun, K.F. Badawi, J.-J. Hantzpergue, X-ray diffraction study of residual stresses and microstructure in tungsten thin films sputter deposited on polyimide, *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 21, 967 (2003).
- [Villain, 2002] P. Villain, Ph. Goudeau, P.-O. Renault, and K. F. Badawi, Size effect on intragranular elastic constants in thin tungsten films, *Applied Physics Letters*, 81, 4365 (2002).
- [Voigt, 1910] Voigt W, *Lehrbuch der KristallPhysik*, Berlin, Teubner (1910).
- [Watt, 1976] J. P. Watt, The elastic properties of composite materials, *Reviews of Geophysics and Space Physics*, 14, 541-563 (1976).
- [Weerasekera, 1994] I. A. Weerasekera, S. Ismat Shah, D. V. Baxter, K. M. Unruh, Structure and stability of sputter deposited beta-tungsten thin films, *Applied Physics Letters*, 64 (24), 3231 (1994).
- [Wei, 2014] N. Wei, T. Jia, X. Zhang, T. Liu, Z. Zeng, X. Y. Yang, First-principles study of the phase stability and the mechanical properties of $W - Ta$ and $W - Re$ alloys, *AIP Advances* 4, 057103 (2014).
- [Wright, 1877] A.W. Wright, On the Production of transparent Metallic Films by Electrical Discharge in Exhausted Tubes, *American Journal of Science and Arts*, 13, 49-55 (1877).
- [Zhang, 2017] S. Zhang, Z. Wang, P. Guo, P. Ke, M. Odén, A. Wang, Temperature induced super hard CrB_2 coatings with preferred (001) orientation deposited by DC magnetron sputtering technique, *Surface and Coatings Technology*, 322, 134-140 (2017).
- [Zhang, 2013] L. Zhang, H. Yang, X. Pang, K. Gao, A. A. Volinsky, Microstructure, residual stress, and fracture of sputtered TiN films, *Surface and Coatings Technology*, 224, 120-125 (2013).

Annexe 1

La Figure 1 montre le dessin de définition du gabarit de mise en déformation pour un rayon $R = 100 \text{ mm}$.

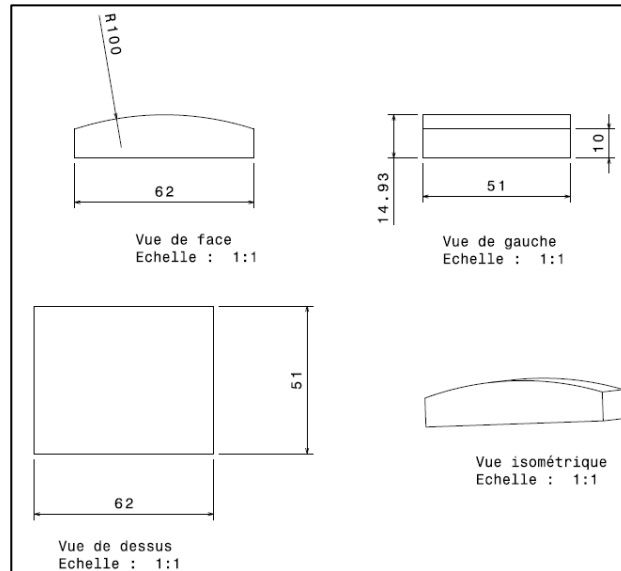


Figure 1 : Dessin de définition du gabarit de chargement pour un rayon $R = 100 \text{ mm}$.

Les figures suivantes représentent les pentes mesurées correspondantes aux pôles d'intensité dont les angles (φ, Ψ) sont donnés dans les légendes.

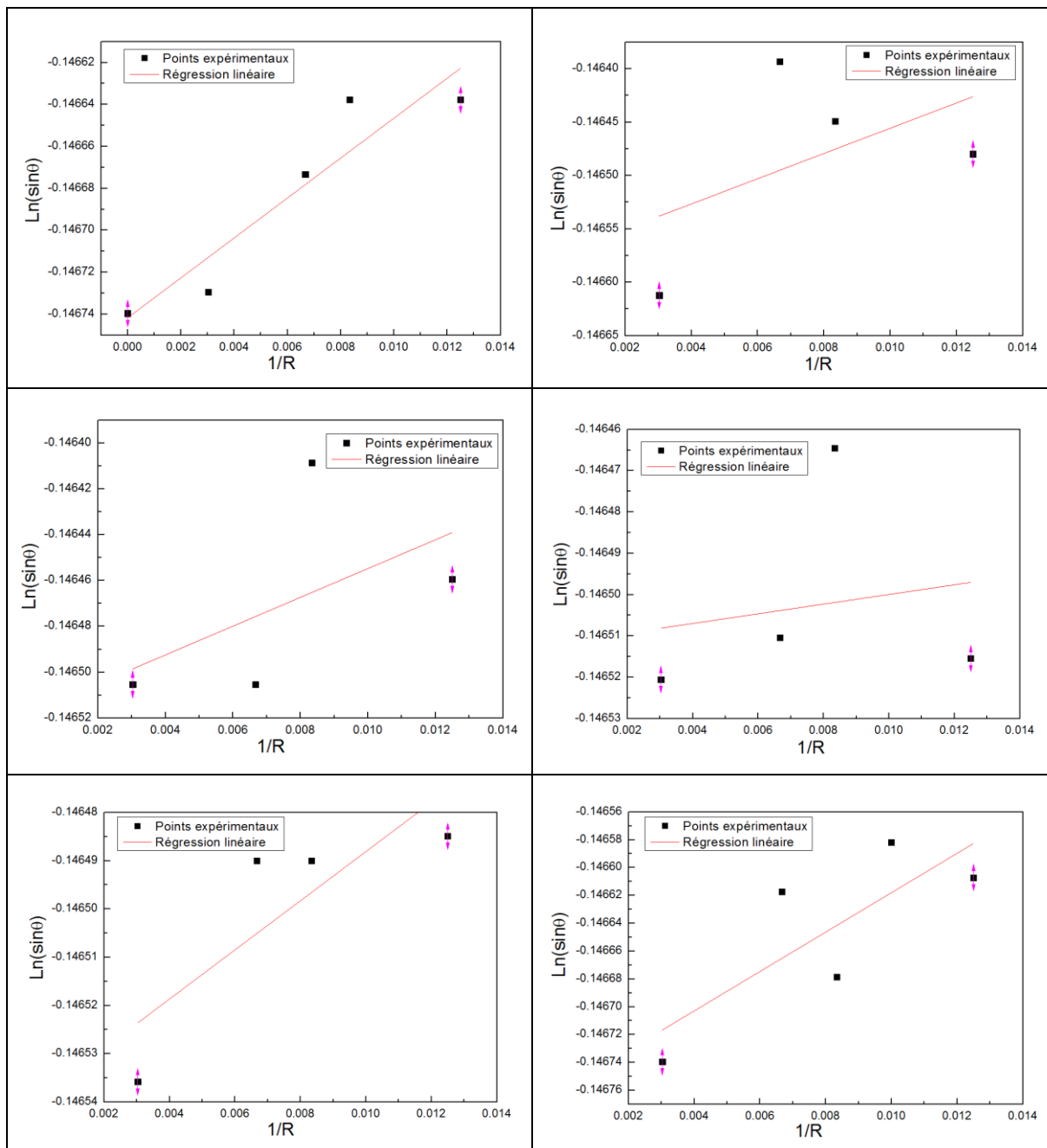


Figure 2 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {440} et aux angles $\varphi = 85^\circ$ et $\Psi = 45.2^\circ$.

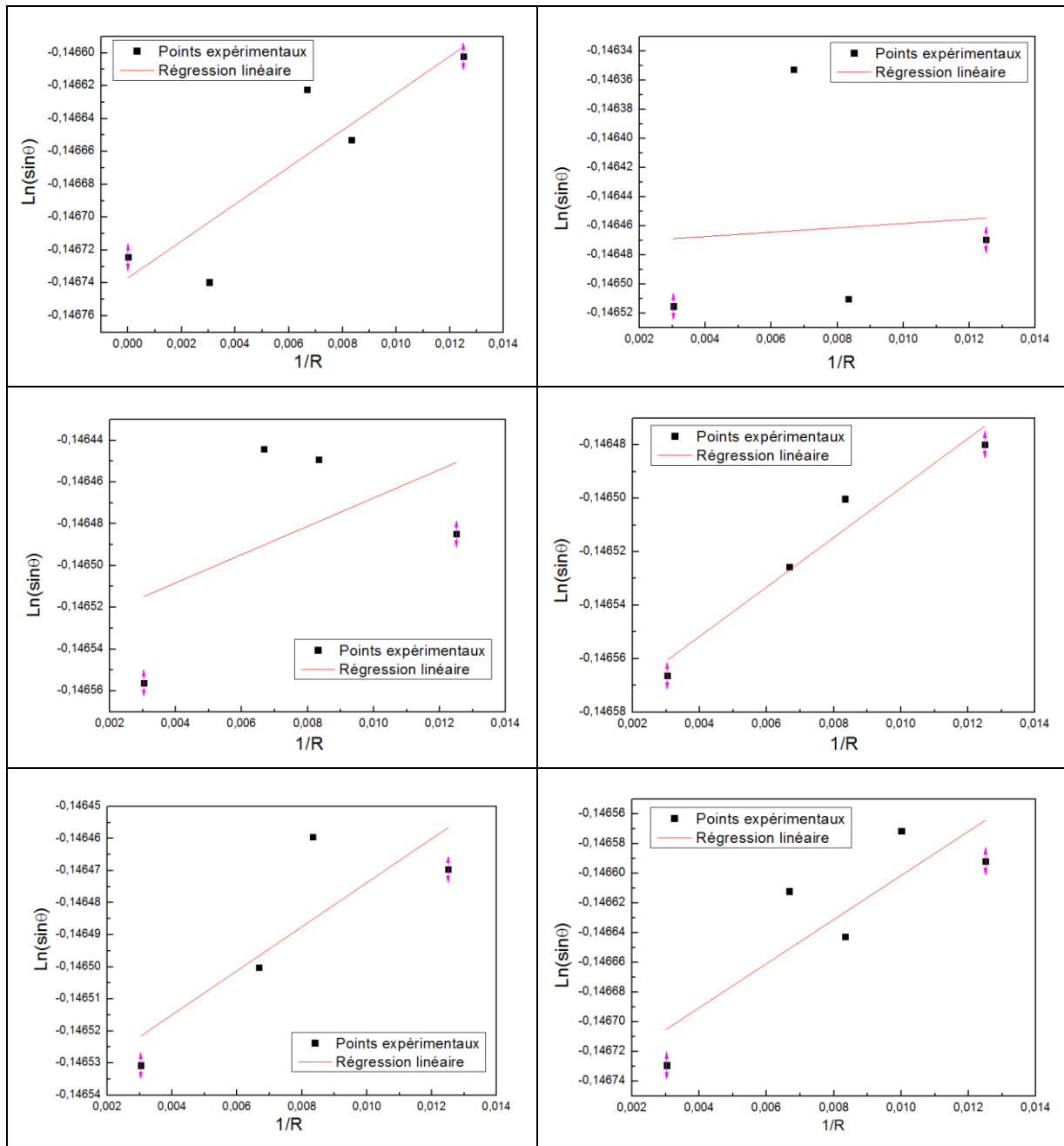


Figure 3 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan $\{440\}$ et aux angles $\varphi = -85^\circ$ et $\Psi = 45.2^\circ$.

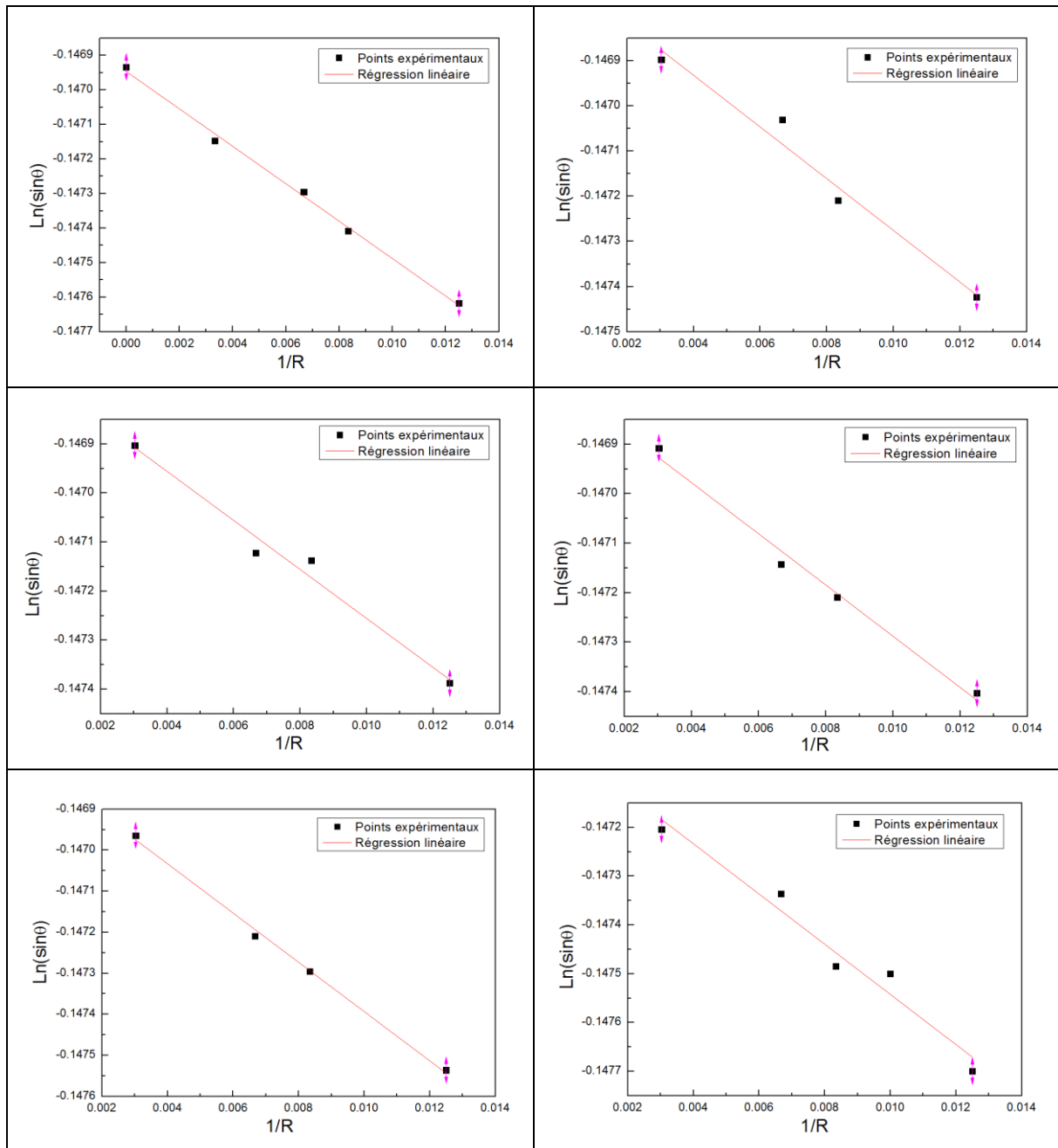


Figure 4 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {440} et aux angles $\varphi = 0^\circ$ et $\psi = 50^\circ$.

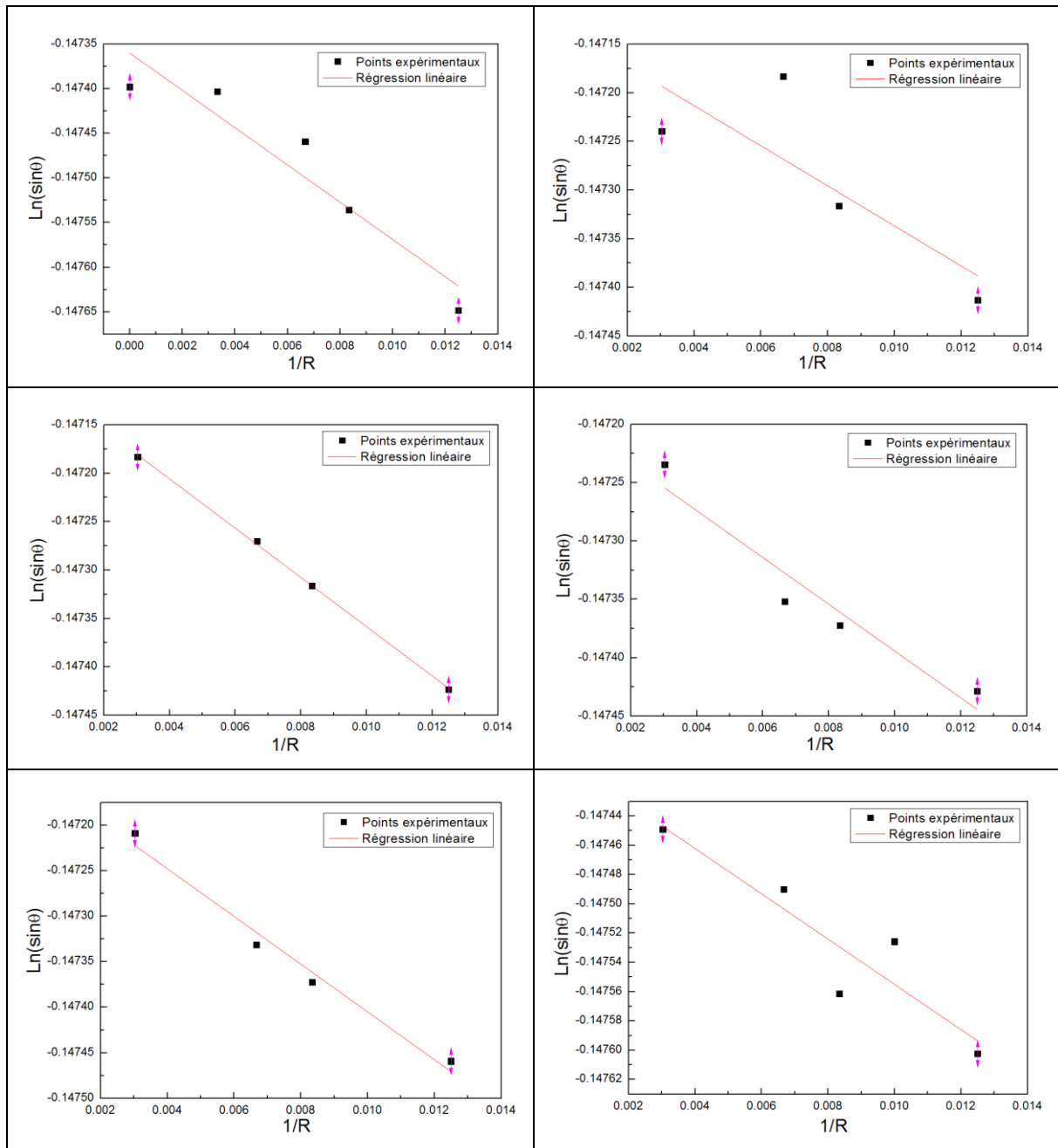


Figure 5 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {440} et aux angles $\varphi = 180^\circ$ et $\Psi = 40^\circ$.

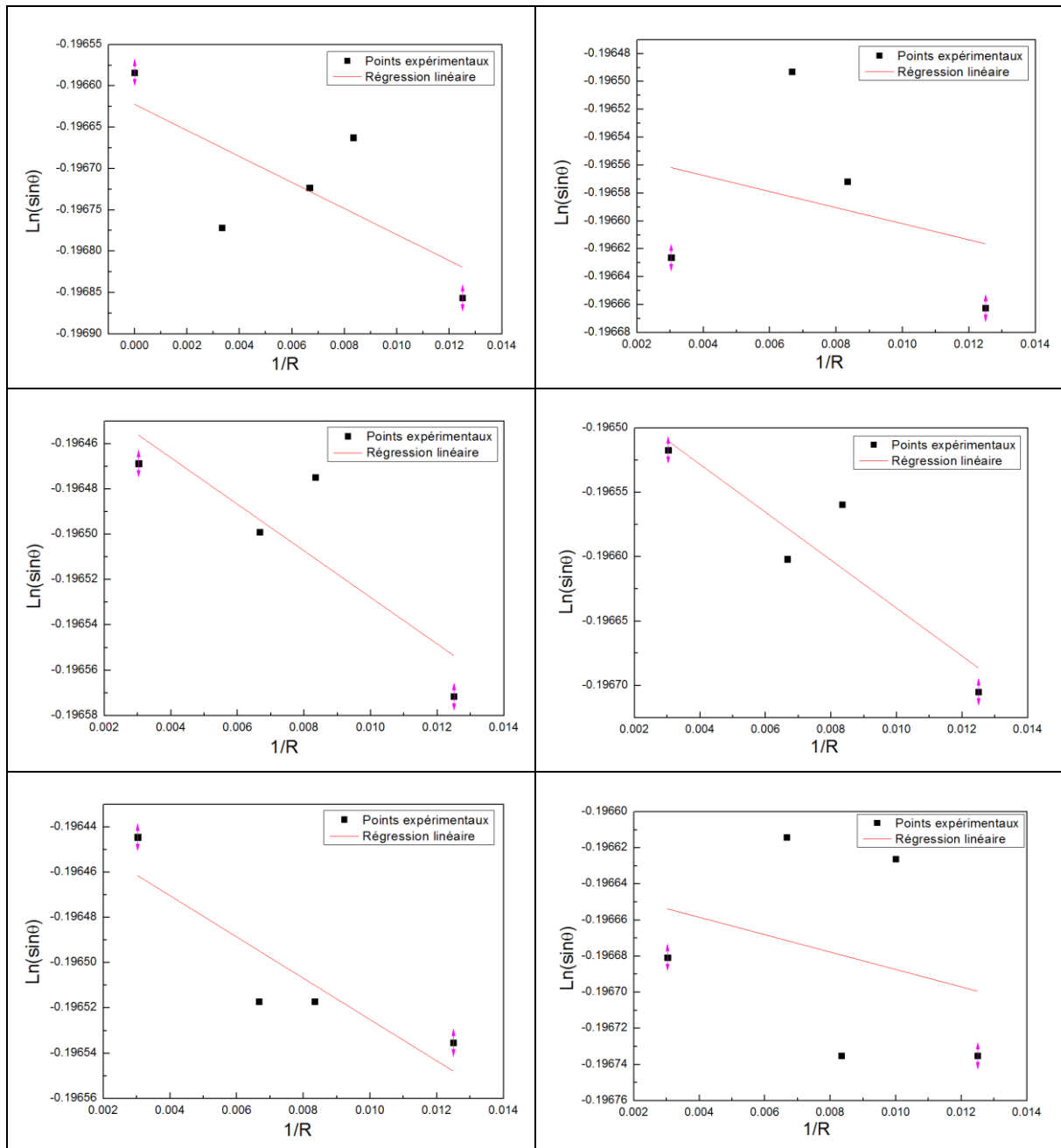


Figure 6 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 0^\circ$ et $\psi = 26.8^\circ$.

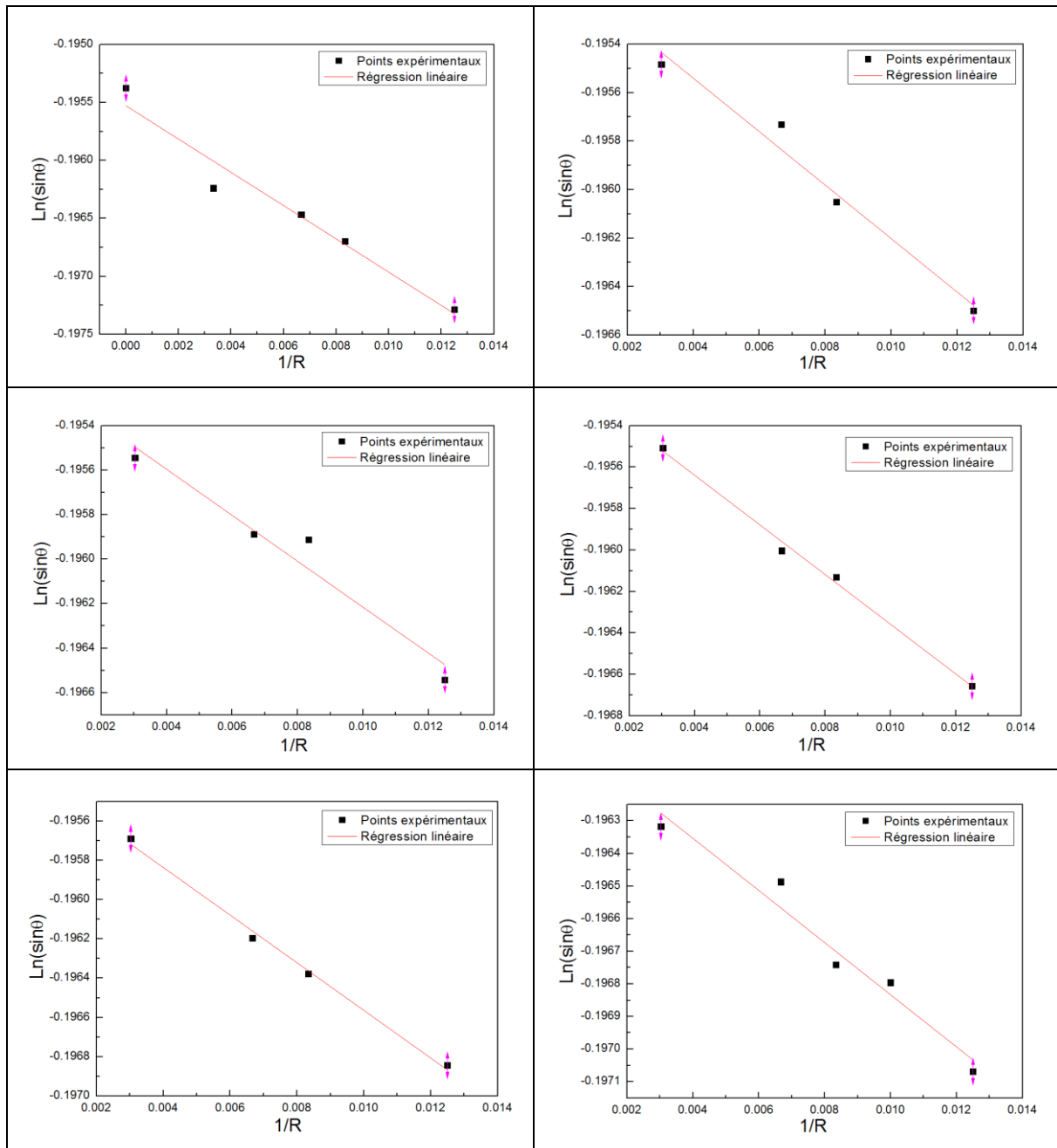


Figure 7 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 0^\circ$ et $\Psi = 73.2^\circ$.

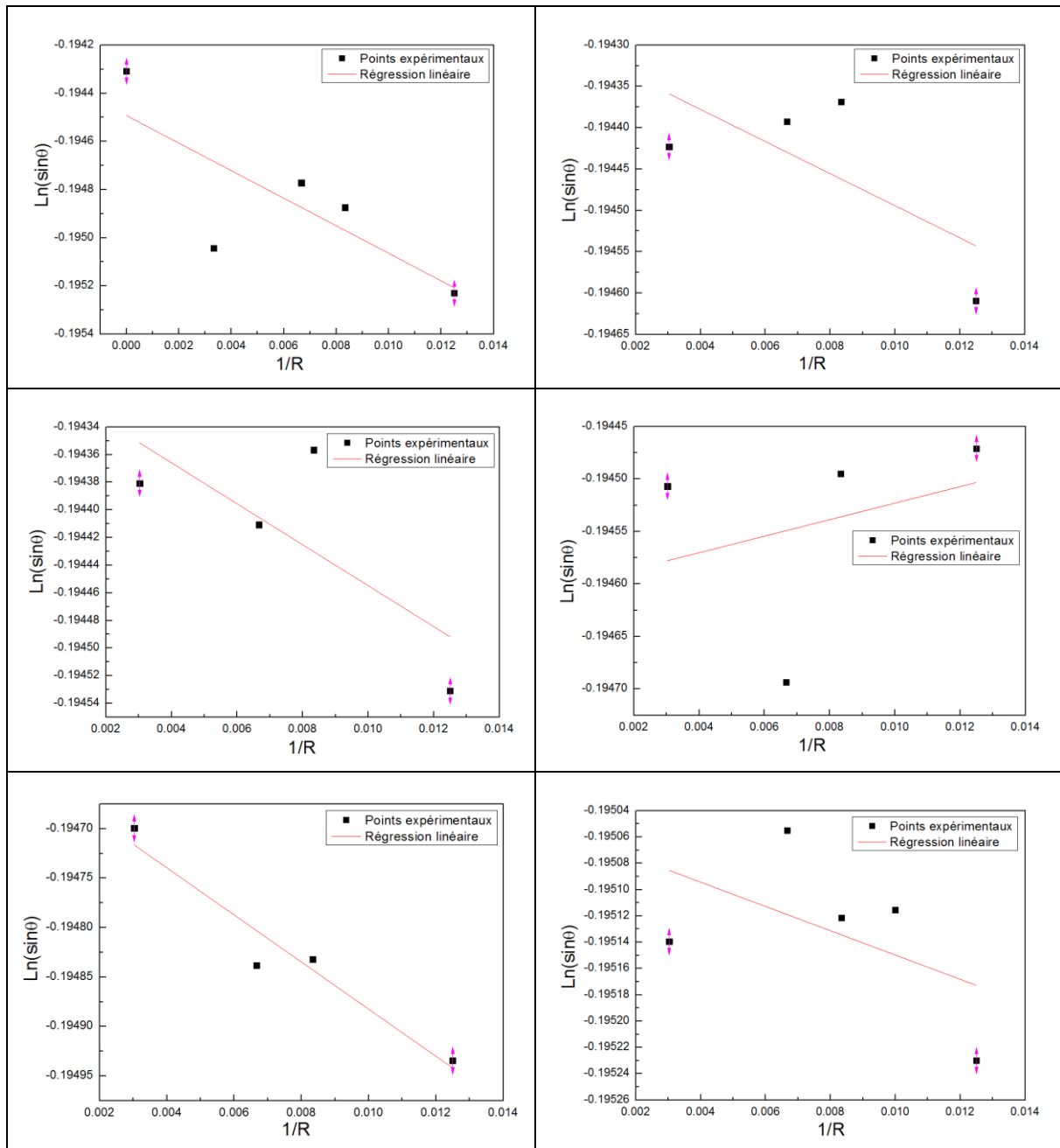


Figure 8 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = -88^\circ$ et $\Psi = 68.3^\circ$.

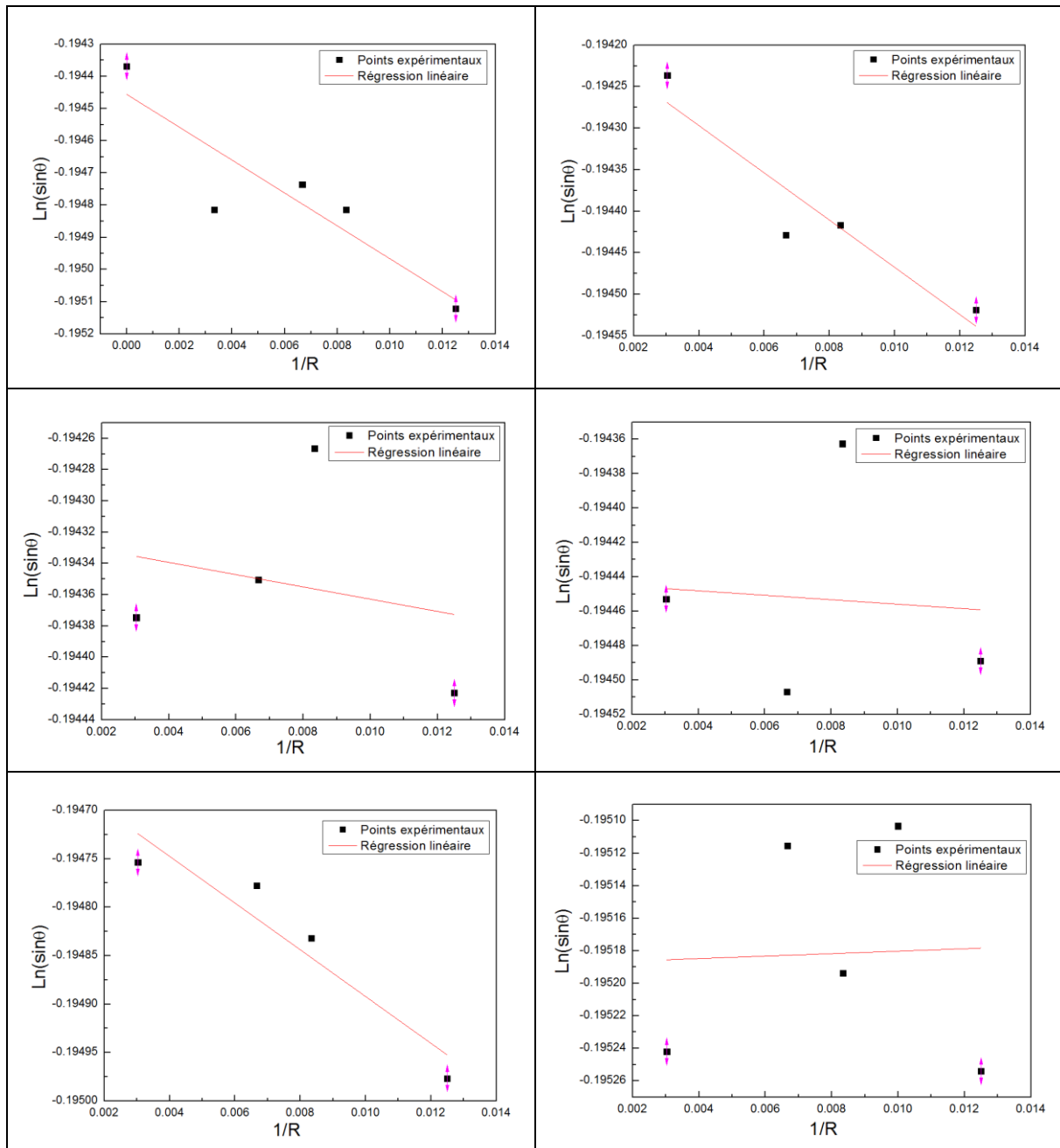


Figure 9 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 88^\circ$ et $\psi = 68.3^\circ$.

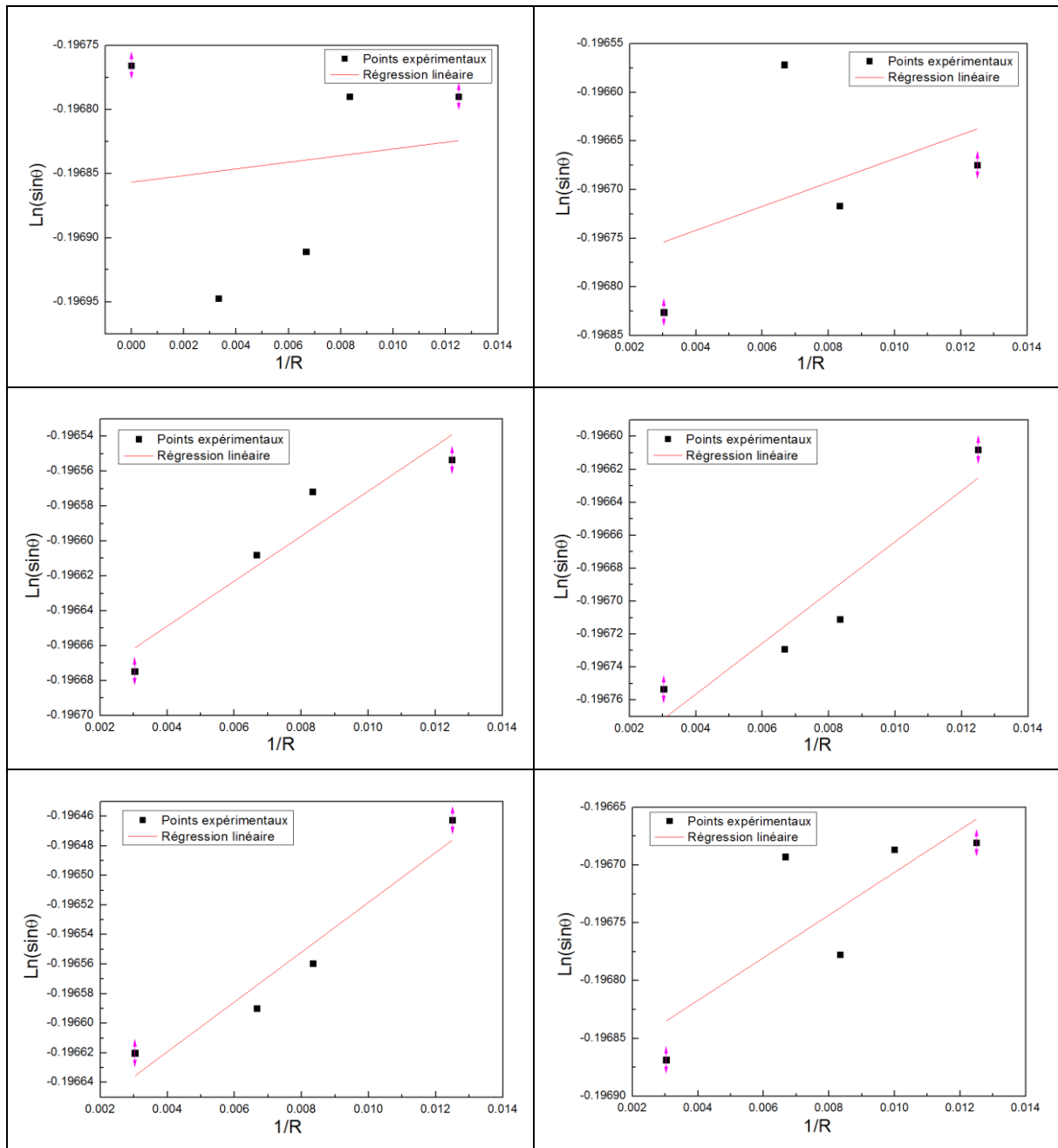


Figure 10 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 180^\circ$ et $\Psi = 16.8^\circ$.

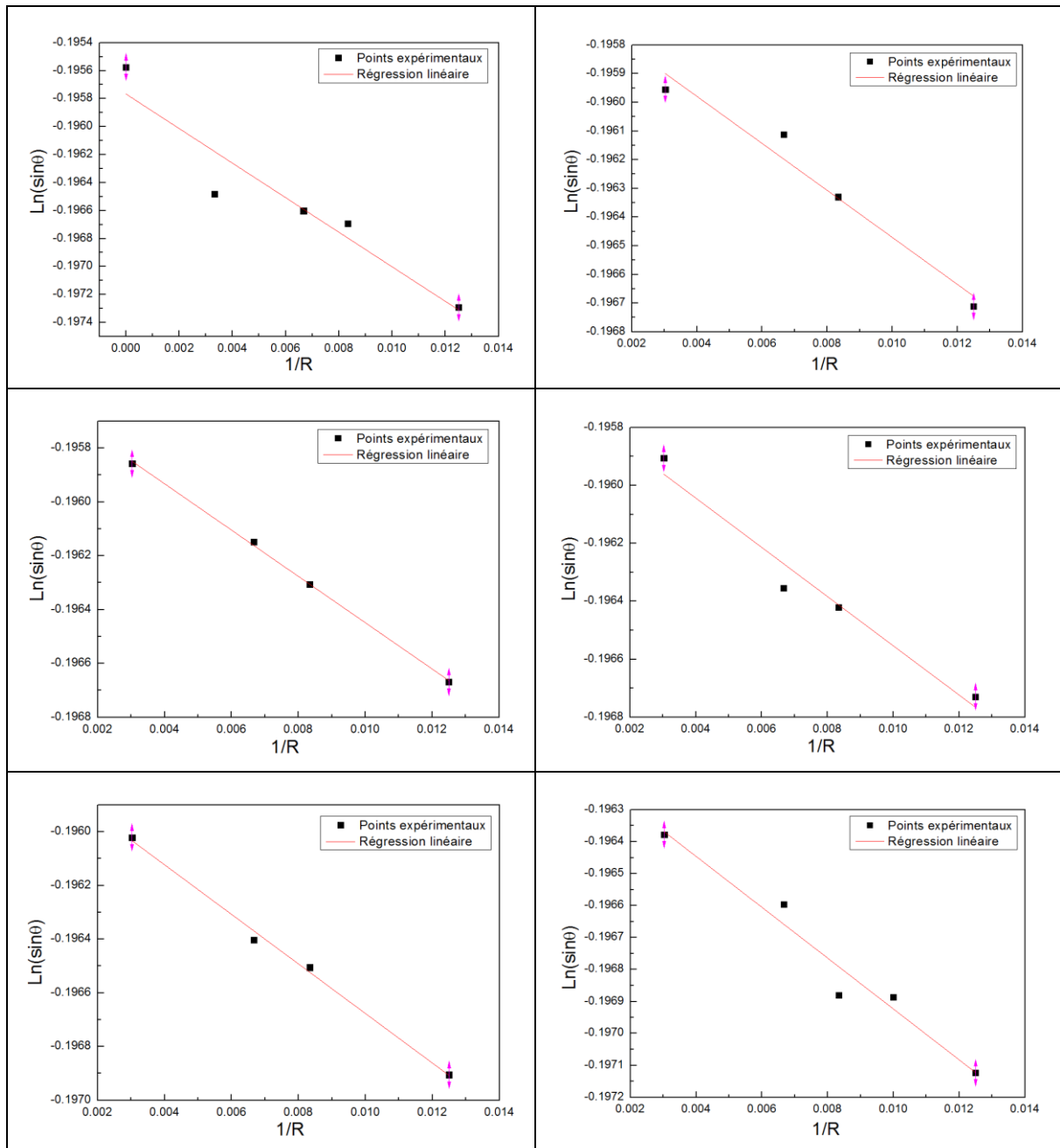


Figure 11 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 180^\circ$ et $\Psi = 63.2^\circ$.

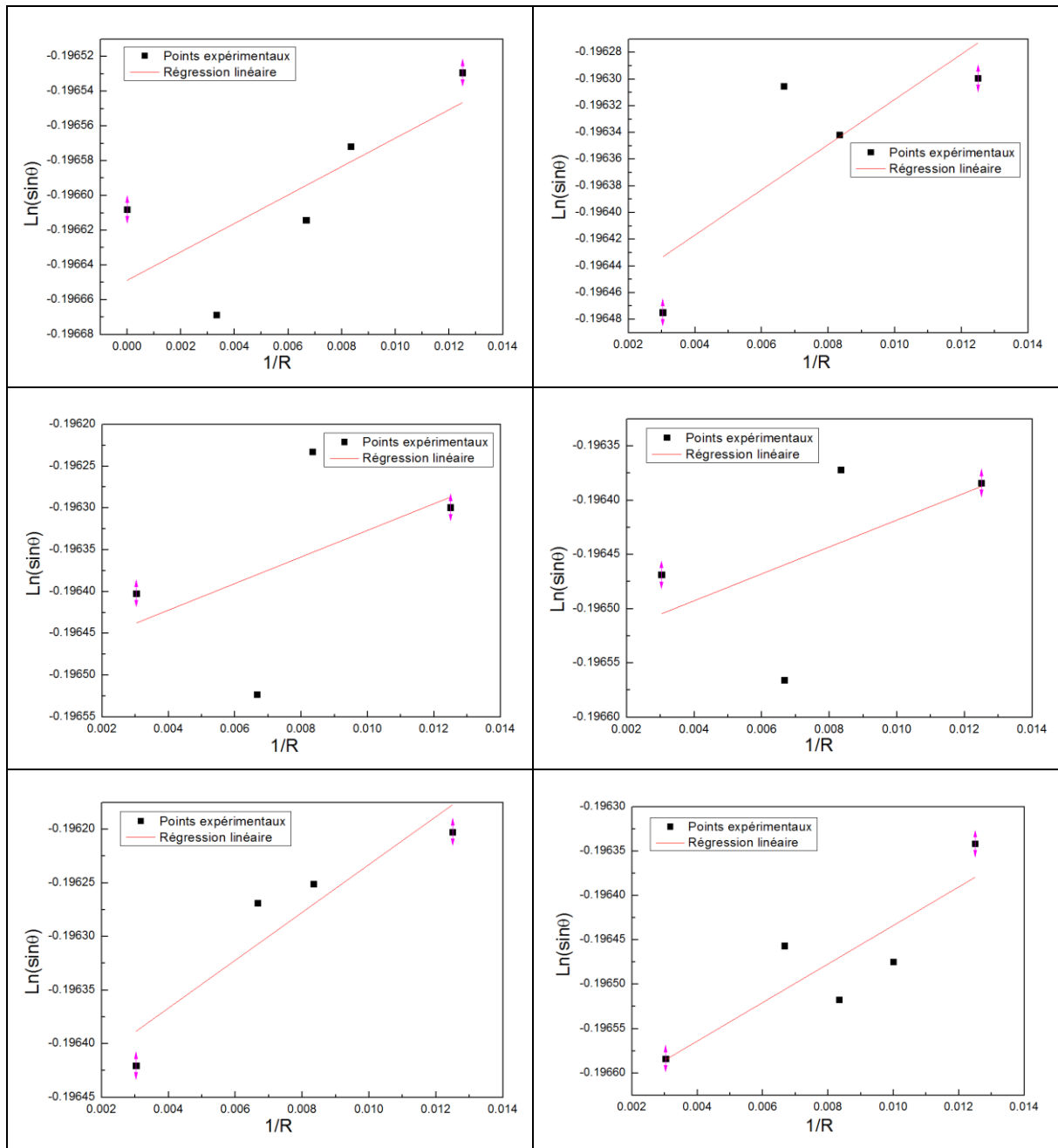


Figure 12 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan $\{520\}$ et aux angles $\varphi = -77^\circ$ et $\Psi = 22.34^\circ$.

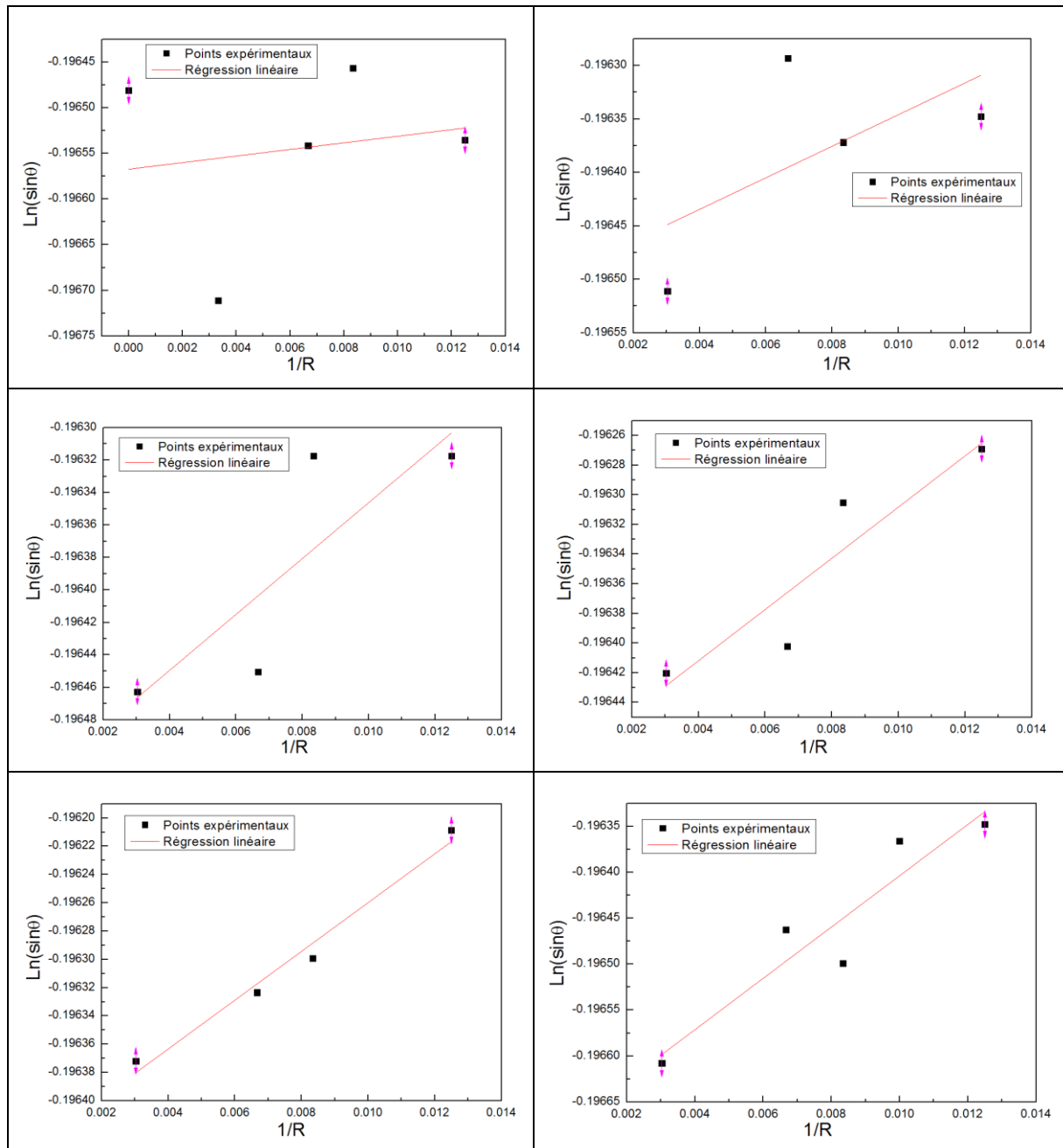


Figure 13 : Résultats du pôle d'intensité correspondant au plan {520} et aux angles $\varphi = 77^\circ$ et $\Psi = 22.34^\circ$.

Annexe 2 : Publications et communications

Publications internationales dans des revues à comité de lecture

1. M. F. Slim, A. Alhussein, F. Sanchette, B. Guelorget, M. François, An enhanced formulation to determine Young's and shear moduli of thin films by means of Impulse Excitation Technique, *Thin Solid Films*, 631, 172-179 (2017).
2. M.F. Slim, A. Alhussein, A. Billard, F. Sanchette, M. François, On the determination of Young's modulus of thin film with Impulse Excitation Technique, *Journal of Materials. Research*, 32, 497-511 (2017).

Conférences internationales

1. M. F. Slim, A. Alhussein, M. François, Determination of the mesoscopic elasticity constants of a textured tungsten thin film by means of Impulse Excitation Technique and X-ray Diffraction, 18th International Conference on Experimental Mechanics, 1-5 Juillet 2018 (présentation orale + acte de publication).
2. A. Alhussein, M. F. Slim, M. François, Micro/Macro elastic constants of thin films determined by using Impulse Excitation Technique and X-ray diffraction, *Surfcoat Korea*, Incheon-Korea, 28-30 March 2018.
3. M. F. Slim, A. Alhussein, F. Sanchette, M. François, Determination of Elasticity Constants of Isotropic Thin Films Using Impulse Excitation Technique, 19th International Conference on Experimental Mechanics and Applications, Madrid, Spain, 26-27 March 2017, *World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Aerospace and Mechanical Engineering*, 4 (3), 734 (2017) (présentation orale + acte de publication).
4. M. F. Slim, A. Alhussein, M. François, New analytical development to determine the elasticity constants of thin films using Impulse Excitation Technique, *Materials Science Engineering*, Darmstadt, Germany (27-29 September 2016) (présentation orale).

Résumé

Les dépôts élaborés par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement polycristallins, texturés et composés de différentes phases. De plus, plusieurs études ont montré que le comportement élastique des couches minces dépend des paramètres du procédé. L'objectif de cette thèse est de développer une méthodologie qui permet de déterminer les constantes d'élasticité d'un dépôt à une échelle macroscopique et mésoscopique (cristal). La méthodologie développée dans ce travail a permis de déterminer les constantes d'élasticité macroscopiques d'une couche mince de tungstène biphasé ($W_\alpha + W_\beta$) et les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_β . Le comportement élastique de cette phase n'est pas connu dans la bibliographie ce qui motive la présente étude. Les constantes d'élasticité macroscopiques ont été mesurées à l'aide de la Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI). Une étude métrologique de cette méthode a été effectuée puis une formulation améliorée pour déterminer le module de cisaillement a été proposée. Les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase métastable W_β ont été déterminées par une méthode inverse couplant TEI, diffraction des rayons-X, et le modèle micromécanique de Kröner-Eshelby. La démarche a pris en compte les proportions des phases, leur texture et la présence de porosités.

Mots clés : Tungstène, Elasticité, Vibrations, Couches minces, Analyse multiéchelle, Texture (Cristallographie).

Abstract

Thin films deposited by magnetron sputtering are generally polycrystalline, textured and composed of different phases. Several works have shown that the elastic behavior of thin films depends on the deposition parameters. In this work a methodology to determine the macroscopic and mesoscopic elasticity constants of thin films was developed. It was used to determine the macroscopic elasticity constants of a two-phases ($W_\alpha + W_\beta$) tungsten coating and the mesoscopic (crystal scale) elasticity constants of the W_β phase. The main motivation on studying the metastable W_β tungsten phase is the absence of information on its elastic behavior in the literature. The macroscopic elasticity constants were measured using the Impulse Excitation Technique (IET). A metrological study of this method was performed and a new formulation to determine the shear modulus was proposed. The mesoscopic elasticity constants of the W_β phase were determined through an inverse method coupling IET, X-ray diffraction and the Kröner-Eshelby micromechanical model. The proportions and the textures of the phases were taken into account in the process, along with the presence of porosity.

Keywords: Tungsten, Elasticity, Vibrations, Thin films, Micromechanical models, Texture (Crystallography)

Mohamed Fares SLIM

Doctorat : Matériaux, Mécanique, Optique, Nanotechnologie

Année 2018

Caractérisation multiéchelle de l'élasticité de films minces - méthode vibratoire et diffraction des rayons X

Les dépôts élaborés par pulvérisation cathodique magnétron sont généralement polycristallins, texturés et composés de différentes phases. De plus, plusieurs études ont montré que le comportement élastique des couches minces dépend des paramètres du procédé. L'objectif de cette thèse est de développer une méthodologie qui permet de déterminer les constantes d'élasticité d'un dépôt à une échelle macroscopique et mésoscopique (cristal). La méthodologie développée dans ce travail a permis de déterminer les constantes d'élasticité macroscopiques d'une couche mince de tungstène biphasé ($W_{\alpha}+W_{\beta}$) et les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase W_{β} . Le comportement élastique de cette phase n'est pas connu dans la bibliographie ce qui motive la présente étude. Les constantes d'élasticité macroscopiques ont été mesurées à l'aide de la Technique d'Excitation Impulsionnelle (TEI). Une étude métrologique de cette méthode a été effectuée puis une formulation améliorée pour déterminer le module de cisaillement a été proposée. Les constantes d'élasticité mésoscopiques de la phase métastable W_{β} ont été déterminées par une méthode inverse couplant TEI, diffraction des rayons-X, et le modèle micromécanique de Kröner-Eshelby. La démarche a pris en compte les proportions des phases, leur texture et la présence de porosités.

Mots clés : tungstène – élasticité – vibrations – couches minces – analyse multiéchelle – texture (cristallographie).

Multiscale Characterization of Thin Films Elasticity by Impulse Excitation Technique and X-Ray Diffraction

Thin films deposited by magnetron sputtering are generally polycrystalline, textured and composed of different phases. Several works have shown that the elastic behavior of thin films depends on the deposition parameters. In this work a methodology to determine the macroscopic and mesoscopic elasticity constants of thin films was developed. It was used to determine the macroscopic elasticity constants of a two-phases ($W_{\alpha}+W_{\beta}$) tungsten coating and the mesoscopic (crystal scale) elasticity constants of the W_{β} phase. The main motivation on studying the metastable W_{β} tungsten phase is the absence of information on its elastic behavior in the literature. The macroscopic elasticity constants were measured using the Impulse Excitation Technique (IET). A metrological study of this method was performed and a new formulation to determine the shear modulus was proposed. The mesoscopic elasticity constants of the W_{β} phase were determined through an inverse method coupling IET, X-ray diffraction and the Kröner-Eshelby micromechanical model. The proportions and the textures of the phases were taken into account in the process, along with the presence of porosity.

Keywords: tungsten – elasticity – vibrations – thin films – micromechanical models – texture (crystallography).

Thèse réalisée en partenariat entre :

