



**HAL**  
open science

# Influence du substrat sur le phénomène de cloquage de matériaux revêtus

Frédéric Foucher

► **To cite this version:**

Frédéric Foucher. Influence du substrat sur le phénomène de cloquage de matériaux revêtus. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Poitiers, 2007. Français. ⟨NNT : ⟩. ⟨tel-03572221⟩

**HAL Id: tel-03572221**

**<https://hal.science/tel-03572221v1>**

Submitted on 23 Feb 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.



HAL Authorization

# THESE

pour l'obtention du Grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE POITIERS

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées  
Diplôme National-Arrêté du 7 août 2006

Ecole Doctorale : Sciences pour l'Ingénieur & Aéronautique  
Secteur de Recherche : Milieux denses, matériaux et composants

Présentée par :  
Frédéric Foucher

## *Influence du substrat sur le phénomène de cloquage de matériaux revêtus.*

Directeurs de Thèse : Christophe Coupeau, Jérôme Colin

Soutenue le 26 septembre 2007  
Devant la Commission d'Examen

### JURY

A. BOUDAUD	CR-HDR, LPS/ENS Paris	Rapporteur
Y. BRECHET	Professeur, LTPCM/INPG Grenoble	Rapporteur
A. COUJOU	Professeur, CEMES Toulouse	Examineur
A. CIMETIERE	Professeur, LMP Poitiers	Examineur
J. COLIN	Professeur, LMP Poitiers	Examineur
C. COUPEAU	Professeur, LMP Poitiers	Examineur
J. GRILHE	Professeur Emérite, LMP Poitiers	Invité



Laboratoire de Métallurgie Physique  
Université de Poitiers, UFR SFA, SP2MI, UMR CNRS 6630  
2 Bd Marie et Pierre Curie BP 30179 - 86962 Futuroscope Chasseneuil – France



# Remerciements

*Je souhaite avant tout remercier Rolly Gaboriaud, directeur du Laboratoire de Métallurgie de Physique de Poitiers, pour m'avoir offert la possibilité d'effectuer ce travail de recherche dans d'excellentes conditions.*

*Je suis également reconnaissant à Aereski Boudaoud, chargé de recherche au laboratoire de physique statistique de l'école nationale supérieure de Paris, et à Yves Brechet, professeur à l'institut national polytechnique de Grenoble, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour avoir accepté d'en être les rapporteurs. Je tiens aussi à remercier Armand Coujou, professeur au centre d'élaboration de matériaux et d'études structurales de Toulouse, pour avoir accepté de présider ce jury.*

*Je suis également flatté que Alain Cimetière ait accepté de participer à ce jury. Je lui suis également reconnaissant pour les nombreux conseils de mécanicien qu'il a pu me donner tout au long de ma thèse et pour sa très grande pédagogie.*

*Je souhaite bien évidemment remercier mes deux directeurs de thèse, Christophe Coupeau et Jérôme Colin sans qui rien n'aurait été possible. Ils m'ont énormément appris et m'ont formé avec beaucoup d'entrain et de passion. Je suis vraiment heureux d'avoir pu travailler à leur côté durant ces trois dernières années.*

*Je suis également extrêmement honoré d'avoir pu travailler avec Jean Grilhé, professeur émérite à l'université de Poitiers, qui a su apporter un éclairage nouveau sur mon travail et dont les conseils sont toujours très précieux.*

*Je tenais également à remercier Philippe Goudeau, chef de l'équipe "Propriétés Mécaniques des Surfaces, Interfaces et Films Minces", qui s'est toujours montré très intéressé par mon travail et avec qui j'ai eu la chance de*

collaborer.

*J'ai eu l'honneur de succéder à Guillaume Parry, aujourd'hui maître de conférence à Grenoble, en tant que thésard intéressé par le phénomène de cloquage des films minces. Je suis heureux d'avoir pu travailler avec lui et que la complémentarité de nos recherches se soit soldée par de nombreux résultats.*

*Je n'oublie pas non plus toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à mes recherches : Xavier Milhet, maître de conférence à l'ENSMA, pour ces discussions qui nous ont permis de tenir le coup pendant ces heures interminables passées à regarder la polisseuse tourner, les personnes de l'atelier Bruno Lamongie, Yves Diot, Jacky Gerbier et Patrick Tanguy pour leur rapidité à répondre à mes besoins en découpe d'échantillons tarabiscotés ou en modification de matériels, Philippe Guérin et Michel Drouet pour avoir réalisé mes dépôts quelque fois en dehors du calendrier prévisionnel (...) et Marie-Noëlle Branlé à qui j'ai donné beaucoup de travail en flinguant sans problème deux PC en trois ans.*

*Je remercie également les personnes avec qui j'ai apprécié discuter physique tels que Joël Bonneville, Pierre-Olivier Renault, Christophe Tromas, Frédéric Pailloux ou Alain Declémy, et celles avec qui j'ai apprécié discuter de tout le reste : Denise Bigeau et Françoise Guilbard (quelles pipelettes ces deux là!!!).*

*Enfin je remercie les thésards de ce labo' : Stéphanie, pour m'avoir supporté pendant trois ans dans le même bureau et que j'ai saoulé avec mes calculs, Tarik et Alex (alors en post-doc) pour leur bonne humeur et pour les bonnes tranches de rires qu'on a eu ensemble, Pierre qui a supporté les pires jeux de mots pendant deux ans, David pour tout se qu'on s'est envoyé dans la tronche par pur plaisir et également Zeinab, Baptiste, Mickael, Bouzid, Frédéric, Luc, Cyril et Bertrand (normalement j'ai oublié personne).*

*Pour en terminer avec ces remerciements interminables je souhaitais bien évidemment remercier ma femme Delphine qui m'a toujours soutenu de tout son amour et sans qui je n'aurai jamais pu réaliser ce travail.*

# Table des matières

<b>Index des notations</b>	<b>3</b>
<b>Introduction</b>	<b>11</b>
<b>1 Influence de l'élasticité du substrat sur le phénomène de cloquage.</b>	<b>23</b>
1.1 Modèle pour la ride droite. . . . .	23
1.2 Simulations par éléments finis . . . . .	30
1.3 Protocole expérimental . . . . .	33
1.4 Résultats expérimentaux . . . . .	39
1.5 Discussion et perspectives . . . . .	41
<b>2 Influence de la plasticité du substrat sur le phénomène de cloquage.</b>	<b>45</b>
2.1 Protocole expérimental . . . . .	45
2.2 Résultats expérimentaux . . . . .	47
2.3 Modélisation dans le cadre de la théorie de FvK . . . . .	52
2.3.1 Équations d'équilibre et conditions aux limites . . . . .	52
2.3.2 Détermination des solutions d'équilibre du film . . . . .	54
2.4 Discussion . . . . .	58
2.4.1 Localisation des structures de cloquage . . . . .	59
2.4.2 Comparaison entre profils théorique et expérimental . . . . .	60
2.4.3 Asymétrie des structures de cloquage . . . . .	61
2.5 Généralisation du problème . . . . .	62
2.5.1 Cas où plusieurs systèmes de glissement sont activés . . . . .	63
2.5.2 Cas d'un test de traction . . . . .	64
2.5.3 Récapitulatif . . . . .	68
<b>3 Délaminage et croissance des structures de cloquage</b>	<b>71</b>
3.1 Effet de l'adhésion . . . . .	71
3.1.1 Cas de la colonne d'Euler . . . . .	71

3.1.2	Cas d'un substrat cristallin . . . . .	73
3.2	Théorie du délaminage . . . . .	75
3.2.1	Cas de la colonne d'Euler . . . . .	75
3.2.2	Cas d'un substrat cristallin . . . . .	79
<b>Conclusion</b>		<b>85</b>
<b>Production scientifique</b>		<b>89</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>91</b>
<b>Annexes</b>		<b>95</b>
<b>A</b>	<b>Le modèle des plaques minces de Föppl von Kármán</b>	<b>95</b>
A.1	Déformation d'un corps . . . . .	95
A.2	Théorie des plaques et énergie élastique . . . . .	97
A.3	Détermination de l'équation d'Euler . . . . .	101
A.4	Équations de Föppl-von Kármán . . . . .	103
<b>B</b>	<b>Dispositifs expérimentaux</b>	<b>109</b>
B.1	Techniques de dépôts . . . . .	109
B.1.1	Technique de type PVD . . . . .	109
B.1.2	Technique de type magnétron . . . . .	110
B.2	La profilométrie mécanique . . . . .	110
B.3	La microscopie à force atomique . . . . .	111
B.3.1	Principe . . . . .	111
B.3.2	Instrumentation . . . . .	112
B.3.3	Limitations de la technique . . . . .	113
<b>C</b>	<b>Dynamique de la transition morphologique des structures de flambage.</b>	<b>115</b>

# Index des notations

## PARAMETRES

$T$  : température.

$R_i$  : rayon de courbure d'une poutre de silicium avant dépôt.

$R_f$  : rayon de courbure d'une poutre de silicium après dépôt.

$A_s$  : épaisseur d'une poutre de silicium.

$h$  : épaisseur d'un film mince.

$b$  : demi-largeur d'une zone délaminée d'un film suivant ( $Oy$ ).

$a$  : paramètre de maille du substrat.

## PROPRIETES MECANIQUES

$\alpha_t$  : coefficient linéaire d'expansion thermique.

$E_i$  : module d'Young du matériau  $i$ , avec  $i = s$  pour le substrat et  $i = f$  pour le film.

$\nu_i$  : coefficient de Poisson du matériau  $i$ , avec  $i = s$  pour le substrat et  $i = f$  pour le film.

$\mu$  : module de cisaillement,  $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$ .

$\lambda$  : coefficient de Lamé,  $\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)}$ .

$D$  : module de rigidité en flexion, Eq. (A.80).

$\omega$  : facteur de phase déterminé numériquement en fonction des coefficients de Dundurs  $\alpha_D$  et  $\beta_D$ .

$\alpha_D$  : coefficient de Dundurs,  $\alpha_D = \frac{\bar{E}_f - \bar{E}_s}{E_f + \bar{E}_s}$ .

$\bar{E}_i$  : module réduit  $\bar{E}_i = \frac{E_i}{1-\nu_i^2}$ .

$\beta_D$  : coefficient de Dundurs,  $\beta_D = \frac{1}{2} \frac{\mu_f(1-2\nu_s) - \mu_s(1-2\nu_f)}{\mu_f(1-\nu_s) + \mu_s(1-\nu_f)}$ .

$\alpha_\sigma$  : coefficient multiplicateur de la valeur de la contrainte appliquée  $\sigma_{yy}^{exp}$  donnant la contrainte  $|\sigma_{yy}^0|$  dans un film.

- $\gamma_\sigma$  : coefficient correcteur de la contrainte critique de cloquage permettant de prendre en compte la compliance du substrat.
- $\gamma_\delta$  : coefficient correcteur de la déflexion maximale permettant de prendre en compte la compliance du substrat.

## DEPLACEMENTS

- $u$  : composante du vecteur déplacement suivant la direction  $(Ox)$ .
- $v$  : composante du vecteur déplacement suivant la direction  $(Oy)$ .
- $w$  : composante du vecteur déplacement suivant la direction  $(Oz)$ .
- $\bar{u}$  : composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  suivant la direction  $(Ox)$ .
- $\bar{v}$  : composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  suivant la direction  $(Oy)$ .
- $\bar{w}$  : composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  suivant la direction  $(Oz)$ .
- $\bar{u}_0$  : composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  dans l'état plan suivant la direction  $(Ox)$ .
- $\bar{v}_0$  : composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  dans l'état plan suivant la direction  $(Oy)$ .
- $\Delta\bar{u}$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  par rapport l'état plan suivant la direction  $(Ox)$ .
- $\Delta\bar{v}$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$  par rapport l'état plan suivant la direction  $(Oy)$ .
- $w_0$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  de la solution plane.
- $w_b$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  de la solution cloquée dans le cas de la colonne d'Euler, Eq. (1.16).
- $\Delta\bar{v}_b$  : variation de la composante du vecteur déplacement de la solution cloquée dans le cas de la colonne d'Euler, suivant la direction  $(Oy)$ , dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, Eq. (1.29).
- $w_{nul}$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  d'un film sur une marche dans le cas où  $\bar{\sigma}_{yy} = 0$ , Eq. (2.46).
- $\Delta\bar{v}_{nul}$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, suivant la direction  $(Oy)$ , d'un film sur une marche, dont la contrainte interne  $\sigma_{yy}^0$  est nulle, Eq. (2.50).
- $w_{tension}$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  d'un film sur une marche dans le cas où  $\bar{\sigma}_{yy} > 0$ , Eq. (2.55).

$\Delta \bar{v}_{tension}$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, suivant la direction  $(Oy)$ , d'un film sur une marche, dont la contrainte interne  $\sigma_{yy}^0$  est positive, Eq. (2.57).

$w_1$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  d'un film non cloqué sur une marche, dans le cas où  $\bar{\sigma}_{yy} < 0$ , Eq. (2.21).

$\Delta \bar{v}_1$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, suivant la direction  $(Oy)$ , d'un film non cloqué sur une marche, dont la contrainte interne  $\sigma_{yy}^0$  est négative, Eq. (2.23).

$w_{step}$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  d'un film cloqué sur une marche, Eq. (2.34).

$\Delta \bar{v}_{step}$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, suivant la direction  $(Oy)$ , d'un film cloqué sur une marche, Eq. (2.35).

$w_{adh}$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  de la solution fondamentale expérimentale d'un film adhérent sur une marche pour  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$ , Eq. (3.1).

$\Delta v_{adh}$  : composante du déplacement suivant  $(Oy)$  de la solution fondamentale expérimentale d'un film adhérent sur une marche pour  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$ , Eq. (3.2).

$w_{step}^*$  : composante du déplacement suivant  $(Oz)$  d'un film cloqué sur une marche en tenant compte de la compliance du substrat.

$\Delta \bar{v}_{step}^*$  : variation de la composante du vecteur déplacement dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , par rapport l'état plan, suivant la direction  $(Oy)$ , d'un film cloqué sur une marche, en tenant compte de la compliance du substrat.

## DEFORMATIONS

$\epsilon_{ij}$  : composantes de la déformation, Eqs. (A.9) à (A.14). Dans le cas d'une plaque elles son données par les Eqs. (A.15) à (A.20), en fonction des déformations dans le plan par les Eqs. (A.24) à (A.26), en fonction des contraintes par les Eqs. (A.36) à (A.39).

$e_{ij}$  : composantes de la déformation dans le plan moyen  $(x, y, 0)$ , Eqs. (A.27) à (A.29) et en fonction des déplacements dans le plan moyen Eqs. (1.24) et (1.25).

## CONTRAINTES

$\sigma_{ther}$  : contrainte thermique. Partie de la contrainte interne d'un film induite par l'écart de coefficient de dilatation thermique, Eq. (1.40).

$\sigma_{int}$  : contrainte intrinsèque. Partie de la contrainte interne d'un film induite par la technique de dépôt.

$\sigma_0$  : contrainte interne dans un film après dépôt dans le cas de contraintes isotropes, **cette contrainte est posée comme étant positive en compression**, Eqs. (1.41) et (1.42).

$\sigma_{xx}^0$  : contrainte interne suivant la direction ( $Ox$ ) dans un film plan, Eq. (1.45.)

$\sigma_{yy}^0$  : contrainte interne suivant la direction ( $Oy$ ) dans un film plan, Eq. (1.46.)

$\sigma_{Stoney}$  : contrainte interne mesurée par la méthode de Stoney sur des poutres de silicium, Eq. (B.1).

$\sigma_{yy}^{exp}$  : contrainte appliquée suivant l'axe ( $Oy$ ) sur un échantillon lors d'un test de déformation.

$\Delta\sigma_{xx}^0$  : variation de contrainte suivant la direction ( $Ox$ ) induite par  $\sigma_{yy}^{exp}$ , Eq. (1.43).

$\Delta\sigma_{yy}^0$  : variation de contrainte suivant la direction ( $Oy$ ) induite par  $\sigma_{yy}^{exp}$ , Eq. (1.44).

$\tau_{ij}$  : contraintes de cisaillement.

$\sigma_{ij}$  : composantes du tenseur des contraintes dans le cas général d'un corps déformé, Eqs. (A.33) à (A.35).

$\bar{\sigma}_{ij}$  : composantes générales du tenseur des contraintes dans le plan moyen d'une plaque, Eqs. (1.1) à (1.3).

$\bar{\sigma}_{ij}^0$  : composantes du tenseur des contraintes, dans le plan moyen plaque, dans l'état plan.

$\Delta\bar{\sigma}_{ij}$  : variations des composantes du tenseur des contraintes dans le plan moyen d'une plaque par rapport à l'état plan.

$\sigma_c$  : contrainte critique de cloquage dans le cas de la colonne d'Euler.

$\sigma_c^{exp}$  : contrainte critique de cloquage expérimentale.

$\sigma_c^*$  : contrainte critique de cloquage dans le cas d'un substrat élastique, Eq. (1.36).

$\Sigma_0$  : valeur particulière de la contrainte initiale  $\sigma_0$  correspondant à un film dont la contrainte interne  $\sigma_{yy}^0$  est nulle sur une marche de hauteur  $H$ , Eq. (2.49).

$\sigma_c^{step}$  : contrainte critique de cloquage dans le cas d'un film sur une marche, Eq. (2.32).

### PARAMETRES DE CLOQUAGE

$\alpha$  : paramètre apparaissant dans l'équation de Föppl von Kàrmàn (A.82) dans le cas où  $\sigma_0 > 0$ , Eq. (1.7).

$\delta$  : déflexion maximale d'une ride droite dans le cas de la colonne d'Euler, Eq. (1.28).

$b_0$  : plus petite demi-largeur qu'une plaque doit avoir pour cloquer dans le cas de la colonne d'Euler, Eq. (3.10).

$b_i$  : plus petite demi-largeur qu'une ride droite aura lorsqu'un film cloque.

$2b_f$  : plus grande largeur qu'une ride droite aura après s'être élargie.

$2b_m$  : valeur maximale que la largeur d'une ride droite peut atteindre quelque soit l'énergie d'adhésion  $\Gamma_I$ , Eq. (3.11).

$\delta_{max}$  : valeur de la déflexion maximale au maximum de la déformation.

$\delta^*$  : déflexion maximale d'une ride droite dans le cas d'un substrat compliant, Eq. (1.37).

$\gamma$  : paramètre apparaissant dans l'équation de Föppl von Kàrmàn (A.82) dans le cas où  $\bar{\sigma}_{yy} > 0$ , Eq. (2.52).

$\alpha_c$  : valeur critique du paramètre apparaissant dans l'équation de Föppl von Kàrmàn (A.82) dans le cas où  $\bar{\sigma}_{yy} > 0$  à partir de laquelle  $w_1$  prend des valeurs négatives et  $w_{step}$  apparaît.

$w_m$  : partie de la déflexion maximale d'une ride sur une marche à laquelle il faut ajouter  $H/2$  pour avoir la déflexion maximale, Eq. (2.33).

$y_{max}$  : abscisse initiale du point correspond à la déflexion maximale, Eq. (2.39).

$w_{max}$  : déflexion maximale d'une ride sur une marche, Eq. (2.40).

$\lambda^*$  : paramètre d'asymétrie d'une ride sur une marche donné par  $\lambda^* = b - b^* + y_{max} + \Delta\bar{v}_{step}(y_{max})$ .

$b^*$  : demi-largeur d'une ride sur une marche, Eq. (2.38).

$b_0^{step}$  : plus petite demi-largeur qu'une plaque doit avoir pour cloquer sur une marche, Eq. (3.21).

$b_m$  : valeur maximale que la largeur d'une ride droite peut atteindre quelque soit l'énergie d'adhésion  $\Gamma_I$  sur marche.

## PLASTICITE

$\theta$  : angle d'émergence des dislocations par rapport à la surface de l'échantillon.

$H$  : hauteur d'une marche créée par l'émergence de dislocations depuis un substrat cristallin.

$N$  : nombre de dislocations émergentes dans une même marche.

$h_e$  : hauteur d'une marche élémentaire formée par l'émergence d'une seule dislocation.

$H_0$  : valeur particulière de la hauteur d'une marche annulant les contraintes dans un film, Eq. (2.48).

$H_c$  : valeur critique de la hauteur de la marche à partir de laquelle  $w_1$  prend des valeurs négatives et  $w_{step}$  apparaît.

$\theta_c$  : angle critique d'émergence des dislocations, Eq. (2.37).

## THEORIE DU DELAMINAGE

$G$  : taux d'énergie relaxée par une colonne d'Euler, Eqs. (3.3).

$G_0$  : énergie par unité d'aire d'un film plan soumis à une déformation uniaxiale, Eq.(3.4).

$\Gamma(\psi)$  : énergie d'adhésion, Eq. (3.6).

$\psi$  : rapport des facteurs d'intensité de contraintes  $K_{II}/K_I$  des modes d'ouvertures  $I$  et  $II$ , Eq. (3.7) et dans le cas de la colonne d'Euler Eq. (3.8).

$f(\psi)$  : fonction empirique donnée par l'Eq. (3.9).

$\lambda_P$  : constante généralement définie comme étant égale à 0,25 apparaissant dans l'Eq. (3.9).

$\Gamma_I$  : énergie d'adhésion lors de la propagation d'une fissure en pur mode  $I$ .

$G_{SS}$  : taux d'énergie relaxée sous "steady state" conditions, Eq.(3.3) dans le cas de la colonne d'Euler.

$\psi^*$  : rapport des facteurs d'intensité de contraintes  $K_{II}/K_I$  des modes d'ouvertures  $I$  et  $II$  sous "steady state" conditions, Eq. (3.14) dans le cas de la colonne d'Euler.

$G_{step}$  : taux d'énergie relaxée dans le cas d'une ride sur une marche, Eq. (3.19).

$\psi^{step}$  : rapport des facteurs d'intensité de contraintes  $K_{II}/K_I$  des modes d'ouvertures  $I$  et  $II$  dans le cas d'une ride sur une marche, Eq. (3.20).

**DIVERS**

$\delta_t$  : trace du tenseur des déformations.

$\delta_{ij}$  : symbole de Kronecker.

$\Delta N$  : variation de force sur les bords de la ride.

$M$  : moment de flexion sur un des bords de la ride donné par  $Dw_b(y)^{(2)}$ .

$t$  : paramètre de contrôle variant de 0 à 1 et représentant l'évolution de la contrainte  $\sigma_{yy}^0$  lors d'une modélisation par éléments finis.



# Introduction

L'étude de la déformation des matériaux représente une thématique de recherche extrêmement importante depuis la révolution industrielle. Que ce soit dans les domaines du génie civil ou des transports par exemple, il s'avère en effet très important de connaître la réaction des matériaux utilisés, lorsque ceux-ci sont soumis à des efforts extérieurs. C'est ainsi qu'à cette époque, les théories de l'élasticité et de la plasticité font d'énormes progrès. Dès le début du XX<sup>ème</sup> siècle, les ingénieurs se sont notamment intéressés à la déformation des poutres et des plaques. Dans un premier temps, l'étude de la mécanique de ces systèmes s'est faite à l'échelle macroscopique, en adéquation avec les besoins industriels du moment. Si les plaques et les poutres sont alors énormément utilisées par l'industrie maritime et automobile, en tant que pièces de carrosserie ou comme châssis par exemple, l'application la plus importante est certainement les ouvrages d'art. La construction de structures de plus en plus grandes, telles que les ponts ou les immeubles, nécessite alors d'avoir une très bonne connaissance de leur comportement mécanique. Une poutre est un solide dont une de ses dimensions est très grande par rapport aux deux autres, et une plaque est un solide ayant une dimension beaucoup plus petite que les autres. Du fait de cette morphologie particulière, ces structures sont sensibles au phénomène de flambage. Si un matériau de forme classique se déforme suivant l'axe de sollicitation, aussi bien en traction qu'en compression, une poutre ou une plaque va avoir tendance à fléchir lorsqu'elle est suffisamment comprimée. On parlera alors de flambage, en science de l'ingénieur, ou de flambement, dans le génie civil. La propension à flamber d'une plaque ou d'une poutre est d'autant plus importante que l'une de ses dimensions est différente des deux autres. Ainsi, plus une plaque est mince, ou plus une poutre est longue, plus il est facile de la faire flamber. Cette propriété peut conduire à des endommagements irréversibles. Dans le domaine de la construction, les édifices peuvent être soumis à des tremblements de terre pouvant induire le flambage des piliers d'un pont, ou des armatures métalliques d'un immeuble par exemple. Les photos présentées sur la figure 1 montrent des exemples de structures flambées.

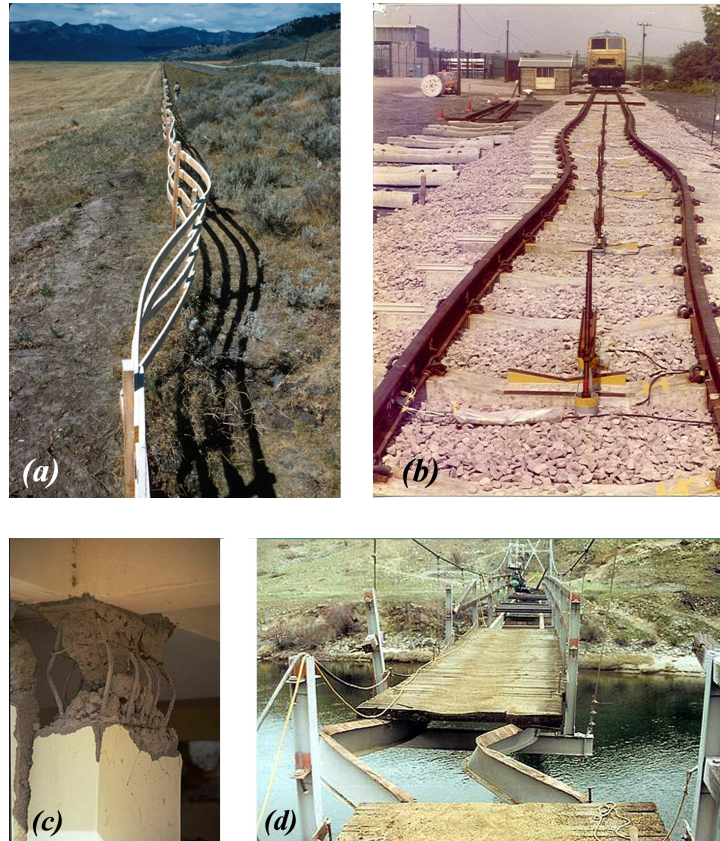


FIG. 1 – Photos de différentes structures flambées (a) photo d'une barrière ayant flambée sous l'effet d'un tremblement de terre dans le Montana, en août 1959 (b) rails de chemin de fer ayant flambés sous l'effet de la chaleur (c) photo d'un pilier d'immeuble après un tremblement de terre, montrant le flambage des structures métalliques (d) flambage des structures métalliques d'un pont, le Bernard Bridge dans l'Idaho, suite à leur dilatation thermique lors d'un incendie (2000).

La photo (a) montre une barrière en bois après un tremblement de terre survenu en août 1959, dans le Montana (USA). Sous l'effet du glissement de terrain entraîné par le séisme, la barrière s'est retrouvée sollicitée en compression, conduisant ainsi à son flambage. Cette image est remarquable du fait de l'aspect en zigzag de la structure. Cette forme particulière est induite par la présence des piquets, qui favorise le changement d'orientation des zones flambées. Sur la photo (b), on observe le flambage d'une voie de chemin de fer. La déformation est provoquée par la dilatation thermique du métal, sous l'effet de très fortes températures. Cette dilatation est à l'origine de contraintes de compression qui provoquent le flambage des rails. Le parallélisme entre les deux rails est conservé du fait de la présence des traverses.

La photo (c) montre quant à elle les effets d'un tremblement de terre sur un pilier d'immeuble. Les sollicitations induites suivant l'axe du pilier ont fait flamber ses armatures en acier. Le béton utilisé dans les constructions modernes permet généralement de prévenir ce phénomène. Enfin, on peut voir sur la photo (d) le flambage des structures métalliques d'un pont, le Bernard Bridge dans l'Idaho (USA). Les dommages observés ont été causés par un incendie. Sous l'effet de la dilatation thermique induite par la chaleur, le milieu du pont s'est retrouvé comprimé et a fini par flamber. A travers ces différents exemples, on observe que les déformations subies peuvent induire de très grands déplacements. Cet effet, notamment visible sur la dernière photo, se traduit alors par un endommagement irréversible du matériau, sous forme de plis. La compréhension de ce phénomène apparaît ainsi cruciale afin de pouvoir l'empêcher, le limiter, voire le contrôler.

La compréhension du phénomène de flambage doit beaucoup à l'ingénieur et physicien hongrois Théodore von Kármán. Renommé notamment pour ses travaux en aérodynamique durant la première moitié du XX<sup>ème</sup> siècle, il contribua à des recherches dans de nombreux domaines. En particulier, il élaborait la théorie des plaques minces en déplacements modérés, en s'inspirant des travaux de August Föppl, au début des années 1900 [1, 2]. Travaillant dans le cadre de la théorie de l'élasticité, Föppl et von Kármán (FvK) déterminèrent les équations d'équilibre d'une plaque flambée. De nos jours, ces travaux théoriques sont encore à la base de nombreuses études en mécanique du solide et plus récemment en science des matériaux.

De nombreuses études ont été réalisées à la suite de ces premiers travaux, parmi lesquelles celles de L. Landau et E. Lifchitz [3], H. L. Langhaar [4], ou plus récemment de B. Audoly [5, 6], A. Boudaoud [7] ou J. W. Hutchinson [8]. Si ces recherches se focalisent plus particulièrement sur les formes d'équilibre des structures flambées, des travaux sont également réalisés sur des phénomènes plus complexes, tels que le froissage d'une feuille de papier [9]. Ce système présente en effet un comportement mécanique intéressant ; il ne peut que flamber et n'admet pratiquement aucune déformation élastique ou plastique en traction. En tirant sur une feuille de papier, il est impossible de l'allonger sans la déchirer. Sa sensibilité à la flexion est par contre extrêmement importante ; il suffit de tourner les pages d'un livre pour s'en apercevoir. Ce sont ces deux propriétés qui sont responsables de la formation des plis. Ainsi, s'il est facile de faire un papier cadeau, il est impossible de le défaire sans qu'aucun pli ne soit visible. Les études sur ce phénomène nécessitent d'introduire de fortes déformations, négligées dans le modèle simple de FvK qui ne permet de modéliser que les grands déplacements en déformations modérées [10, 11, 12]. Récemment, ces modèles ont été appliqués à d'autres

objets que le papier, tels que les tissus organiques (la peau par exemple) [13] ou les feuilles des arbres [14]. Si l'étude du flambage de structures à l'échelle macroscopique est toujours d'actualité, en science de l'ingénieur et en mécanique, les applications à plus petite échelle sont également importantes en science des matériaux.

Au milieu du  $XX^{eme}$  siècle, on assiste au développement des matériaux revêtus dans de nombreux domaines industriels, tels que la micro-électronique ou l'optique. Le dépôt de films minces, d'épaisseur microscopique, permet alors de modifier les propriétés de surface des matériaux. Lors de l'élaboration de ces films, il arrive cependant que des phénomènes de décollement soient observés. Les techniques de dépôt utilisées induisent en effet des contraintes internes pouvant atteindre plusieurs GPa en compression. Des décollements peuvent alors apparaître de manière spontanée, donnant naissance à des structures de flambage de taille mésoscopique. On parle alors de phénomène de cloquage. Ce comportement mécanique conduisant généralement à une perte des propriétés initialement conférées au matériau, de nombreuses recherches sont menées afin d'en comprendre les mécanismes. Les premières observations de ce phénomène sont réalisées par M. Matuda et col. en 1981, sur des films de carbone déposés sur des substrats de verre [15]. L'élasticité linéaire étant aussi bien applicable à l'échelle mésoscopique qu'à l'échelle macroscopique, l'étude du flambage des films minces se fait de manière identique à l'étude des plaques. Le modèle des plaques minces élaboré par FvK connaît alors un regain d'intérêt.

Les premières observations du phénomène de cloquage ont été réalisées à l'échelle macroscopique par microscopie optique, du fait de l'épaisseur importante des revêtements. A titre d'exemple, la figure 2 montre des cloques formées par la peinture d'une poutre en bois, suite à une perte d'adhésion provoquée par l'humidité.



FIG. 2 – Structures de cloquage observées sur la peinture d'une poutre en bois.

Les films utilisés dans les domaines de l'électronique ou de l'optique ne dépassent par contre que très rarement le micromètre d'épaisseur. Afin d'étudier l'apparition d'éventuelles structures de flambage dans ces systèmes, il est alors apparu nécessaire d'utiliser des dispositifs d'imagerie à fort grossissement. Les techniques les plus utilisées sont la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (AFM). Quelles que soient leurs formes, les premières observations montrent que la déflexion des cloques est un ordre de grandeur plus petit que leur largeur, ce qui leur confère un aspect aplati. De nombreuses morphologies de films après cloquage sont observées ; elles sont généralement assez complexes. On note cependant la prédominance de certaines formes. La première est celle que l'on pourrait définir comme étant la cloque "de base", car c'est celle qui vient tout de suite à l'esprit : la bulle. Cette dernière ressemble à une sorte de calotte sphérique, comme visualisé en fig. 3(a). La forme la plus couramment observée est cependant le cordon de téléphone [16, 17]. Ces cloques peuvent s'assimiler à des serpents, formant des zigzags à la surface des échantillons (fig. 3(b)).

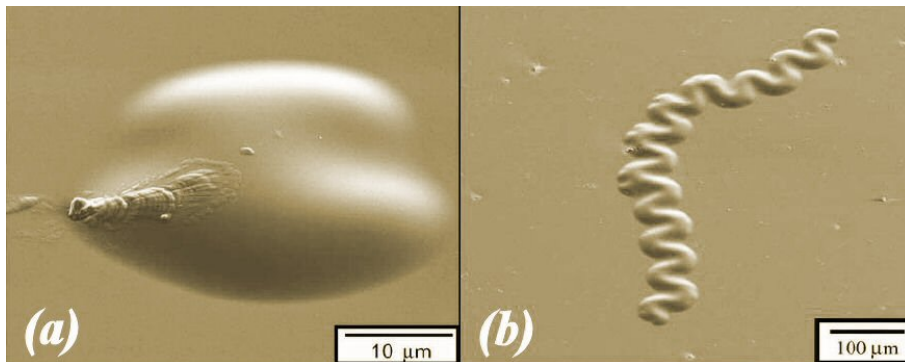


FIG. 3 – Film mince de DLC (diamond-like carbon) déposé sur du verre. Images MEB d'une structure de cloquage en forme (a) de bulle et (b) de cordon de téléphone (d'après M. W. Moon et col. [16]).

La première hypothèse pour expliquer cette forme particulière consiste à supposer que la cloque se forme à un endroit, puis progresse en zigzaguant "à la manière d'un serpent". Bien que cette propagation ait été peu observée, l'idée semble dans un premier temps être acceptée par la communauté scientifique. Il faudra attendre l'arrivée de travaux plus récents, s'intéressant à l'instabilité des structures de flambage, pour que l'on réalise que les cordons de téléphone, et accessoirement les réseaux de bulles, peuvent également se former lors du vieillissement de structures plus simples, appelées rides droites ou colonnes d'Euler par abus de langage<sup>1</sup> [8, 18, 19, 20, 21, 22] (fig. 4). Ces

<sup>1</sup>De part l'invariance du profil de ces rides suivant la direction longitudinale, la résolu-

transitions morphologiques correspondent à un phénomène de flambage secondaire. Les rides droites sont des cloques de forme rectiligne, présentant un profil transversal d'aspect sinusoïdal. Cette forme simple présente l'intérêt majeur d'être une solution analytique de la théorie des plaques minces, ce qui permet de confronter expérience et théorie [8, 20, 23]. Leur étude sera détaillée au cours du premier chapitre.

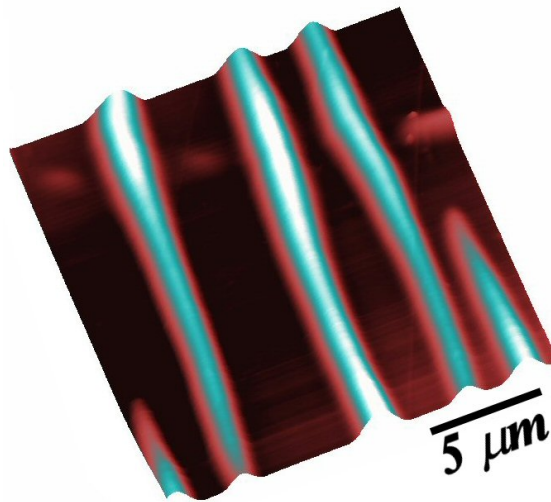


FIG. 4 – Structures en ride droite observées à la surface d'un film de nickel de 100 nm d'épaisseur, déposé sur polycarbonate (d'après J. F. Naud et col. [24]).

Plusieurs paramètres jouent un rôle prépondérant dans le processus de cloquage. Si l'intensité des contraintes internes favorise le phénomène, l'épaisseur des films apparaît comme un facteur limitant. Du fait de l'énergie élastique nécessaire pour que le film se décolle du substrat, un film relativement mince sera moins susceptible de cloquer qu'un film plus épais. En fig. 5 sont représentées des cordons de téléphone se propageant en présence d'un gradient d'épaisseur. Ces derniers sont arrêtés lorsque l'épaisseur du film devient trop faible. Des observations similaires ont permis de mettre en évidence l'existence d'une épaisseur critique, à partir de laquelle le cloquage n'est plus favorable [15].

Si le phénomène de cloquage des films minces peut être observé de manière spontanée sous l'effet des contraintes internes, il peut également être induit par des sollicitations extérieures. A titre d'exemple, la figure 6 montre un film composé de deux couches de tungstène sur lequel des tests de nanoindentations ont été effectués, avant et après le dépôt de la seconde couche. Des

tion du problème est analogue au cas d'une colonne d'Euler encastrée [8].

structures de cloquage en forme de bulle sont observées au niveau de l’empreinte de l’indentateur. Cette étude met en évidence le fait que la taille de ces structures de cloquage croît avec l’épaisseur des films. Un autre moyen pour induire le cloquage consiste à solliciter les échantillons en compression uniaxiale simple. Les structures de flambage les plus fréquemment générées sont alors des rides droites qui apparaissent perpendiculairement à l’axe de compression (*c.f.* fig. 4). Ces expériences de compression uniaxiale sont couramment réalisées car elles permettent de générer des structures flambées relativement simples et ainsi d’en favoriser la compréhension [18, 21, 25, 26].

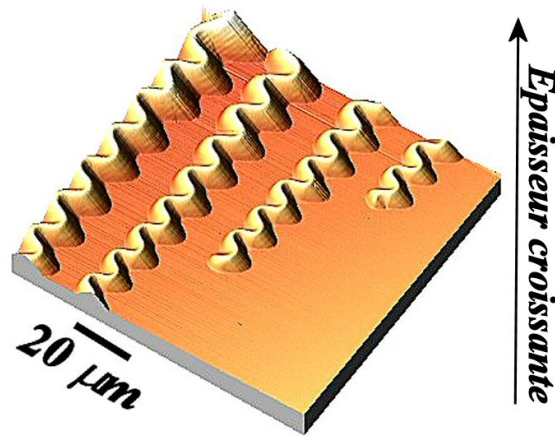


FIG. 5 – Image AFM de structures de cloquage en cordons de téléphone observées sur un film de  $Y_2O_3$  d’épaisseur variable (30-50 nm), déposé sur GaAs [27].

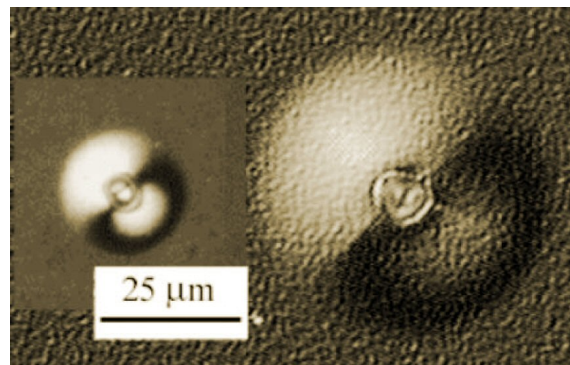


FIG. 6 – Images optiques de cloques induites par nanoindentation, dans un film composé d’une seule couche de tungstène (à gauche) et de deux couches de tungstène (à droite) (d’après A. A. Volinsky et col. [28]).

Toutes ces morphologies de cloquage peuvent être modélisées dans le cadre de la théorie des plaques minces de FvK. Des solutions analytiques pour les formes les plus simples, que sont la ride droite et la bulle, ont ainsi pu être obtenues [8]. Il a notamment été montré que ces structures ne pouvaient apparaître que pour des contraintes supérieures à une valeur critique. La forme analytique de la ride droite correspondant à une structure rectiligne possède un profil transversal sinusoïdal, en accord avec les observations expérimentales. La modélisation de structures plus complexes, tels que les cordons de téléphone, est par contre plus difficile. De manière analytique, le moyen utilisé consiste à perturber la forme des rides droites, afin de comprendre leur évolution [20, 21]. Ces travaux ont notamment permis de déterminer les conditions pour lesquelles le flambage était plus favorable sous la forme d'un cordon que d'une ride. Une contrainte critique longitudinale, *i.e.* le long de l'axe de la ride, a été mise en évidence dans ce cadre. Cette méthode ne permet cependant qu'une approche qualitative du problème, la forme utilisée pour modéliser les cordons de téléphone ne vérifiant pas toutes les conditions d'équilibre imposées par le modèle de FvK. L'étude de ces structures s'effectue alors à l'aide de méthodes numériques [5, 22, 23, 29, 30]. Des études utilisant les éléments finis ont notamment permis de modéliser le cloquage secondaire [22, 23]. Il a en particulier été montré que la transition ride/bulles pouvait être accompagnée de sauts d'un état d'équilibre à un autre, à la manière d'un couvercle de boîte métallique [31]. Ces résultats numériques ont été confirmés par des observations expérimentales que j'ai réalisées sur des films de nickel, sollicités sous contrainte variable. Par souci de cohérence, ces travaux ne sont pas présentés directement dans le rapport, mais le lecteur intéressé par cette étude pourra se reporter à l'annexe C.

Dans le cadre de la théorie des plaques, l'étude du phénomène de cloquage présuppose que le film est décollé. Il est cependant raisonnable de penser que les propriétés d'adhésion jouent un rôle important sur l'initiation du phénomène. J. W. Hutchinson et Z. Suo se sont intéressés au phénomène de fissuration dès la fin des années 80 [32, 33]. C'est en étudiant la propagation d'une fissure à l'interface film/substrat, qu'ils ont pu modéliser le phénomène de délaminage des films minces [8]. Le calcul du taux de restitution de l'énergie élastique lors du flambage et de l'énergie nécessaire pour décoller le film, permet de comprendre la croissance des cloques. Le flambage apparaît alors comme un moteur possible de la décohésion interfaciale. De manière analytique, ce modèle est pour l'instant également restreint à des formes simples : rides droites ou bulles. D'autres modèles numériques discrets sont utilisés afin d'étudier l'évolution de zones délaminées plus complexes [34, 35]. Le film est modélisé par un ensemble de points, reliés entre eux par des ressorts. Ces points sont également reliés au substrat par des

ressorts, afin de gérer le phénomène d'adhésion ; lorsque ces ressorts cassent, le film est alors libre de flamber. L'évolution du film est obtenue en calculant l'état d'équilibre mécanique de chaque ressort, pour une déformation donnée, en fonction du temps. La figure 7 (a) montre l'évolution des zones flambées d'un film au cours du temps. Cette approche numérique permet de modéliser des structures de flambage complexes ressemblant à celles observées expérimentalement en figure 7 (b).

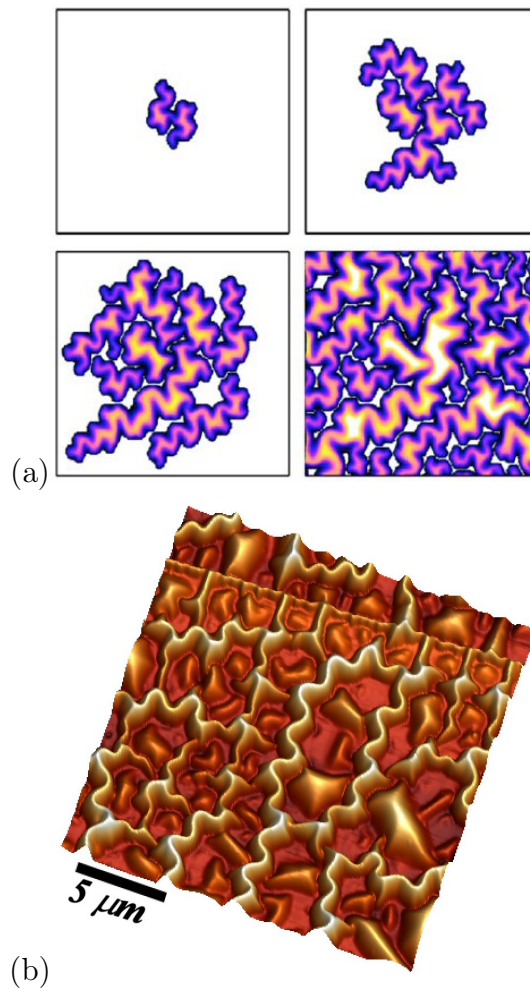


FIG. 7 – (a) Modélisation numérique de l'évolution de structures de cloquage en fonction du temps. L'échelle de couleur est telle que les zones les plus claires (en jaune) correspondent à des hauteurs de déflexion maximales. Les zones blanches correspondent aux zones encore adhérentes (d'après E. A. Jagla [34]). Ces résultats permettent de comprendre la formation de structures complexes observées expérimentalement en (b), sur un film mince de nitrure de bore de 160 nm d'épaisseur, déposé un substrat de NaCl (d'après C. Coupeau).

En résumé, le cloquage résulte de deux phénomènes interdépendants : le flambage et le délaminage. Un dernier aspect doit cependant être pris en compte, l'effet du support. Dans un premier temps, la forme et le comportement mécanique du substrat ont été négligés. Ce dernier était considéré comme un plan infiniment rigide et impénétrable.

Des études plus poussées se sont récemment focalisées sur le cloquage dans le cas de substrats de géométrie plus complexe. En particulier, des observations ont été réalisées sur des substrats de forme cylindrique, comme le montre la fig.8. Les modifications induites par la courbure initiale du substrat ont été étudiées de manière analytique, mais dans le cadre de la mécanique des coques. En effet, la théorie des plaques ne permet pas de prendre en compte un état initial non plan [36, 37]. Il a notamment été montré que la propagation des rides pouvait se faire aussi bien dans la direction axiale du cylindre, que dans la direction circonférencielle. Par contre, l'étude dans le cas d'une courbure négative, correspondant à l'intérieur d'un cylindre creux, montre que la propagation se fait préférentiellement suivant la direction axiale. Ces résultats ont été confirmés par des études basées sur le décollement d'étiquettes à la surface de bouteilles de vin [36].

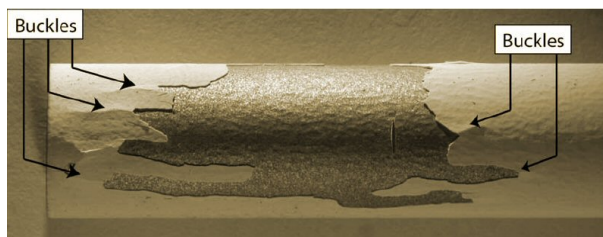


FIG. 8 – Phénomène de délaminage observé sur un film servant de barrière thermique déposé sur substrat cylindrique (d'après S. Faulhaber et col. [37]).

Une approche similaire a permis d'étudier l'influence d'imperfections à l'interface film/substrat [38, 39, 40, 41]. Ces défauts apparaissent alors comme des lieux privilégiés pour l'apparition des structures de cloquage. La figure 9 montre par exemple une structure en cordon de téléphone dont l'initiation s'est faite au niveau d'un défaut à l'interface. Ces défauts créent des singularités aux niveaux desquelles le cloquage est favorisé.

Plusieurs travaux se sont également attachés à étudier l'influence de la compliance du substrat. Il a été observé que des films très durs, déposés sur des substrats particulièrement mous, ITO (indium-tin oxide) sur polymère par exemple, avaient tendance à cloquer sous forme de rides droites, fissurées à leur sommet [42, 43]. Récemment, des déformations plastiques du substrat, induites par le flambage du film, ont été observées [44]. Ces travaux

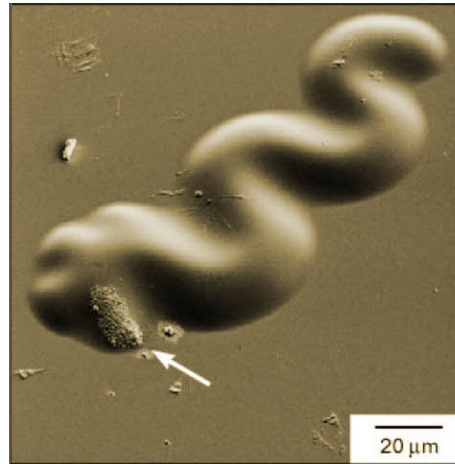


FIG. 9 – Phénomène de délaminage observé sur un film de DLC déposé sur du verre. Mise en évidence de l’initiation du phénomène au niveau d’une imperfection (d’après M. W. Moon et col. [39]).

se sont cependant principalement focalisées sur le phénomène de délaminage [42, 43, 45]. Lors de sa thèse au sein du laboratoire de métallurgie physique de Poitiers, G. Parry s’est quant à lui intéressé au rôle de la déformation élastique du substrat, sur la morphologie des structures de cloquage [46, 47]. Si ces études numériques, réalisées par éléments finis, ont apporté un nouvel éclairage sur le phénomène, il n’existe pas (ou peu) d’expériences rigoureuses venant corroborer ces résultats. De plus, l’effet de la plasticité du substrat n’a encore jamais été abordée à notre connaissance. Lors d’un test de compression sur un substrat élastique, il est possible de supposer que sa surface reste plane. Par contre, dans le cas d’un matériau cristallin, la plasticité induit généralement une modification de la topographie de la surface. La déformation plastique de ce type de matériaux se traduit par l’activation de sources de dislocations. Ces défauts linéaires de la structure cristalline se déplacent et entraînent un cisaillement du cristal. On peut alors observer la formation de marches à la surface libre du matériau [48, 49]. Dans le cas d’un matériau revêtu, on peut donc s’attendre à ce que ces structures modifient le comportement élastique du film, et plus particulièrement le phénomène de cloquage.

Au cours de ma thèse, je me suis intéressé au rôle de la déformation du substrat sur le phénomène de cloquage des films minces. Un protocole expérimental a été mis au point, permettant d’étudier dans un premier temps le rôle de l’élasticité du substrat. Les observations ont été effectuées par microscopie à force atomique, in-situ lors de tests de compression uni-axiale.

Les effets induits par la compliance du substrat seront mis en évidence et confrontés au modèle numérique de G. Parry, lors du premier chapitre de ce rapport.

Dans le second chapitre, je me focaliserai sur le rôle de la plasticité de substrats cristallins sur le phénomène de cloquage, et en particulier sur l'influence du processus d'émergence de dislocations à l'interface film/substrat. Cette étude constitue la partie maîtresse de ma thèse et s'appuie sur une double approche expérimentale (déformation in-situ sous AFM) et théorique (nouvelles solutions analytiques dans le cadre de la théorie des plaques de FvK).

Enfin, le dernier chapitre sera consacré au phénomène de délaminage. Nous verrons en particulier comment la plasticité du substrat modifie les mécanismes de délaminage à l'interface film/substrat. Cette étude semble prometteuse pour proposer dans un avenir proche une méthode originale permettant de remonter aux propriétés d'adhésion film/substrat, à partir de l'observation des structures de cloquage.

# Chapitre 1

## Influence de l'élasticité du substrat sur le phénomène de cloquage.

Dans un premier temps, nous rappellerons le cas analytique de la colonne d'Euler, sur un substrat infiniment rigide. Cette approche nous permettra de définir les paramètres clés du phénomène de cloquage. Nous verrons ensuite comment G. Parry a pu modéliser les modifications induites par l'élasticité du substrat, au cours de sa thèse au LMP de Poitiers (2006). Ces simulations par éléments finis mettent en évidence des modifications de la morphologie des rides. Cependant, aucune observation n'ayant été réalisée au cours de sa thèse afin de corroborer ces résultats, je me suis attelé à élaborer un protocole expérimental permettant de valider la pertinence de ces simulations. C'est cette dernière partie qui constituera le coeur de cette étude.

### 1.1 Modèle pour la ride droite.

Le plan du film est défini par les axes orthonormés  $(Ox)$  et  $(Oy)$  (fig. 1.1). Le flambage se fait suivant la direction  $(Oz)$ , perpendiculaire à ce plan. Afin de modéliser le film dans le cadre de la théorie des plaques, on suppose que ce dernier est initialement décollé sur une largeur  $2b$  suivant l'axe  $(Oy)$ . L'adhésion film/substrat n'est ainsi pas prise en compte sur cette zone et elle est supposée infinie sur les bords ;  $b$  restant constant. Le plan moyen est situé au milieu de l'épaisseur du film et correspond à  $z = 0$ ,  $z$  variant de  $-h/2$  à  $+h/2$ , avec  $h$  l'épaisseur du film.

Dans le cadre de l'élasticité linéaire, la loi de Hooke permet de relier les

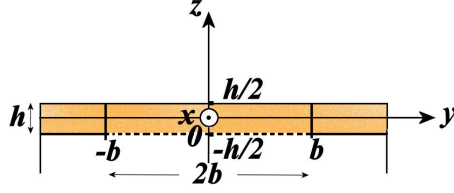


FIG. 1.1 – Représentation du système considéré dans le cadre de la théorie des plaques minces. Le film d'épaisseur  $h$  est supposé être initialement décollé sur une largeur  $2b$ .

contraintes  $\bar{\sigma}_{ij}$  en fonction des déformations  $e_{ij}$  dans le plan moyen (annexe A) :

$$\bar{\sigma}_{xx} = \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) \quad (1.1)$$

$$\bar{\sigma}_{yy} = \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) \quad (1.2)$$

$$\bar{\sigma}_{xy} = \frac{E_f}{1 + \nu_f} e_{xy} \quad (1.3)$$

avec  $E_f$  le module d'Young et  $\nu_f$  le coefficient de Poisson du film considéré.

Dans l'état initial, le film est plan. Il n'est soumis qu'à des contraintes internes, supposées isotropes. Ces dernières sont notées  $\bar{\sigma}_{ij}^0$  et sont données par  $\bar{\sigma}_{xy}^0 = 0$  et  $\bar{\sigma}_{xx}^0 = \bar{\sigma}_{yy}^0 = -\sigma_0$ <sup>1</sup>. Elles sont associées à des déplacements, notés  $\bar{u}_0$  et  $\bar{v}_0$ . Les variations de contraintes, entre l'état plan et l'état flambé, sont ainsi données par  $\Delta\bar{\sigma}_{ii} = \bar{\sigma}_{ii} + \sigma_0$ . Elle correspondent à des variations de déplacements notées

$$\Delta\bar{u} = \bar{u} - \bar{u}_0 \quad (1.4)$$

$$\Delta\bar{v} = \bar{v} - \bar{v}_0. \quad (1.5)$$

Le déplacement suivant l'axe ( $Oz$ ), appelé la flèche, est noté  $w$ . C'est cette composante qui va nous intéresser lors du flambage car elle correspond au déplacement hors plan caractérisant le flambage. Ces déplacements dépendent a priori des variables  $x$  et  $y$ . Cependant, la forme de la colonne d'Euler ne variant pas suivant l'axe ( $Ox$ ), les déplacements  $\bar{v}$  et  $w$  sont pris indépendants de  $x$ . On a ainsi  $\partial w / \partial x = 0$ .

<sup>1</sup>Le phénomène de cloquage n'est observé que lorsque le film est soumis à des contraintes de compression. Les contraintes initiales après dépôt étant toujours en compression lors de nos expériences, cette notation permet de simplifier les équations en travaillant par convention avec une contrainte  $\sigma_0 > 0$  en compression.

Föppl et von Kármán ont déterminé l'équation d'équilibre d'une plaque. Le lecteur désireux de connaître l'obtention de cette équation pourra se reporter à l'annexe A. Du fait de l'invariance suivant l'axe ( $Ox$ ), cette équation s'écrit simplement

$$\frac{\partial^4 w}{\partial y^4} + \alpha^2 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} = 0 \quad (1.6)$$

avec

$$\alpha^2 = h \frac{(\sigma_0 - \Delta \bar{\sigma}_{yy})}{D}. \quad (1.7)$$

La constante  $D$ , appelée module de rigidité à la flexion, est donnée par

$$D = \frac{h^3}{12} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2}. \quad (1.8)$$

Cette constante caractérise la résistance d'une plaque à la flexion. Sachant que le phénomène de cloquage n'est favorable que pour des contraintes de compression, on ne s'intéresse qu'au cas où  $\bar{\sigma}_{yy} = -\sigma_0 + \Delta \bar{\sigma}_{yy} < 0$ ; on a donc  $\alpha^2 > 0$ . A titre indicatif, le cas d'une plaque en tension conduit à la solution plane d'équation  $w_0(y) = 0$ . La forme générale de la solution de l'Eq. (1.6) s'écrit

$$w(y) = c_1 \sin \alpha y + c_2 \cos \alpha y + c_3 y + c_4. \quad (1.9)$$

Afin de déterminer les constantes  $c_i$ , il est nécessaire de prendre en compte les conditions aux limites sur les déplacements et les rotations. Ces derniers étant nuls sur les bords de la zone délaminée, ces conditions dites d'encastrement, se traduisent par les deux équations suivantes

$$\Delta \bar{u}(\pm b) = \Delta \bar{v}(\pm b) = 0, \quad (1.10)$$

$$w(\pm b) = 0, \left. \frac{\partial w}{\partial y} \right|_{y=\pm b} = 0. \quad (1.11)$$

La présence du substrat impose de plus que le déplacement suivant la direction ( $Oz$ ) se fasse dans le sens des  $z$  positifs. On a donc également la condition  $w(y) \geq 0$ . Avec l'Eq. (1.11), on obtient alors le système de quatre équations suivant

$$\alpha c_2 \sin \alpha b = 0 \quad (1.12)$$

$$\alpha c_1 \cos \alpha b + c_3 = 0 \quad (1.13)$$

$$c_1 \sin \alpha b + c_3 b = 0 \quad (1.14)$$

$$c_2 \cos \alpha b + c_4 = 0. \quad (1.15)$$

L'Eq.(1.12) implique trois possibilités :

1. Si  $c_2 = 0$ , l'Eq.(1.15) s'écrit  $c_4 = 0$  et les Eqs.(1.13) et (1.14) conduisent à  $c_1 = c_3 = 0$ . On obtient alors la solution triviale  $w_0(y) = 0$ .
2. Si  $\alpha = 0$ , l'Eq.(1.13) s'écrit  $c_3 = 0$  et l'Eq.(1.15) implique que  $c_2 + c_4 = 0$ . On obtient de nouveau la solution triviale  $w_0(y) = 0$ .
3. Si  $\alpha = n\pi/b$  avec  $n = 1$ , l'Eq.(1.14) conduit à  $c_3 = 0$ , et l'Eq.(1.13) implique alors que  $c_1 = 0$ . Finalement l'Eq.(1.15) s'écrit  $c_2 = c_4$  et on obtient une solution non nulle, correspondant à la ride simple.

Les autres solutions possibles, pour  $n > 1$ , correspondent à des harmoniques supérieures donnant des profils multi-oscillants, moins favorables que la ride simple d'un point de vue énergétique. Il est intéressant de noter que la solution  $w_0(y) = 0$ , correspondant à la solution plane, est solution quelle que soit la valeur de  $\alpha$ ; on parlera d'état fondamental de la plaque. En posant  $c_2 = c_4 = \delta/2$ , la seconde solution, correspondant à l'état flambé, s'écrit [8]

$$w_b(y) = \frac{\delta}{2} \left( 1 + \cos \frac{\pi}{b} y \right). \quad (1.16)$$

La représentation graphique de  $w_b(y)$  est reportée sur la fig. 1.2. On observe que cette solution correspond bien à une structure en ride droite, de largeur  $2b$  et de hauteur  $\delta$ .

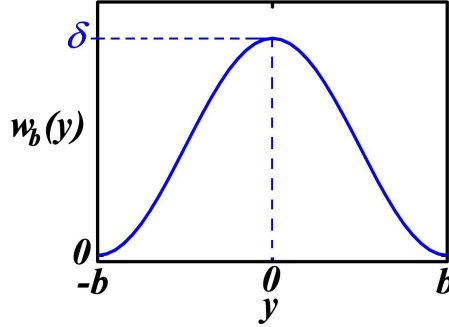


FIG. 1.2 – Représentation du déplacement hors plan  $w_b(y)$ , d'un film cloqué sous la forme d'une ride droite, de largeur  $2b$  et de hauteur  $\delta$ .

Pour  $\alpha = \pi/b$ , l'Eq.(1.7) conduit à

$$\frac{\pi^2}{b^2} = h \frac{(\sigma_0 - \Delta \bar{\sigma}_{yy})}{D}. \quad (1.17)$$

On pose alors

$$\sigma_c = \sigma_0 - \Delta \bar{\sigma}_{yy}. \quad (1.18)$$

On obtient ainsi la contrainte critique pour la colonne d'Euler

$$\sigma_c = \frac{\pi^2}{12} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \left( \frac{h}{b} \right)^2. \quad (1.19)$$

Ainsi, quelle que soit la contrainte initiale  $\sigma_0$ , la contrainte  $\bar{\sigma}_{yy}$  dans la partie flambée est toujours donnée par  $\bar{\sigma}_{yy} = -\sigma_c$ . La solution flambée est favorable car elle relaxe les contraintes. Cette valeur particulière correspond à la valeur critique de la contrainte interne  $\sigma_0$ , à partir de laquelle le flambage devient favorable.

Il est également possible de déterminer l'expression de la déflexion maximale  $\delta$ . Les déformations dans le plan moyen s'écrivent en fonction des déplacements, sous la forme (annexe A)

$$e_{xx} = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{xx} - \nu_f \bar{\sigma}_{yy}) = \frac{\partial \bar{u}_b}{\partial x} = \frac{\partial \bar{u}_0}{\partial x} \quad (1.20)$$

$$e_{yy} = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{yy} - \nu_f \bar{\sigma}_{xx}) = \frac{\partial \bar{v}_b}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w_b}{\partial y} \right)^2. \quad (1.21)$$

Ces équations dérivent directement de la loi de Hooke. Dans l'état plan initial, on a

$$e_{xx}^0 = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{xx}^0 - \nu_f \bar{\sigma}_{yy}^0) = -\frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0 = \frac{\partial \bar{u}_0}{\partial x} \quad (1.22)$$

$$e_{yy}^0 = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{yy}^0 - \nu_f \bar{\sigma}_{xx}^0) = -\frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0 = \frac{\partial \bar{v}_0}{\partial y}. \quad (1.23)$$

Les Eqs. (1.20) et (1.21) se mettent alors sous la forme

$$e_{xx} = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{xx} - \nu_f \bar{\sigma}_{yy}) = -\frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0 \quad (1.24)$$

$$e_{yy} = \frac{1}{E_f} (\bar{\sigma}_{yy} - \nu_f \bar{\sigma}_{xx}) = -\frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0 + \frac{\partial \Delta \bar{v}_b}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2. \quad (1.25)$$

L'Eq. (1.24) permet d'écrire  $\bar{\sigma}_{xx}$  en fonction de  $\bar{\sigma}_{yy}$ ,

$$\bar{\sigma}_{xx} = -(1 - \nu_f) \sigma_0 + \nu_f \bar{\sigma}_{yy}. \quad (1.26)$$

L'Eq. (1.25) conduit alors à l'équation de compatibilité suivante

$$\frac{1 - \nu_f^2}{E_f} (\bar{\sigma}_{yy} + \sigma_0) = \frac{\partial \Delta \bar{v}_b}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2. \quad (1.27)$$

En remplaçant  $\bar{\sigma}_{yy}$  par  $-\sigma_c$ , l'intégration de l'Eq. (1.27) entre  $+b$  et  $-b$  conduit à l'expression de  $\delta$ , qui s'écrit sous la forme

$$\delta = h \sqrt{\frac{4}{3} \left( \frac{\sigma_0}{\sigma_c} - 1 \right)}. \quad (1.28)$$

On notera que la présence du substrat impose  $\delta > 0$ . Lorsque  $\sigma_0 = \sigma_c$  la déflexion est nulle, puis croît avec  $\sigma_0$ .  $\sigma_c$  apparaît ainsi comme étant la valeur critique de la contrainte  $\sigma_0$  à partir de laquelle un film mince est susceptible de flamber.

La forme exacte de la solution dépend de la variation du déplacement transversal  $\Delta\bar{v}_b$ . En intégrant l'Eq.(1.27), cette variation s'écrit

$$\Delta\bar{v}_b(y) = \frac{\pi}{32} \frac{\delta^2}{b} \sin\left(\frac{2\pi}{b}y\right). \quad (1.29)$$

La figure 1.3 montre l'évolution de  $\Delta\bar{v}_b(y)$ .

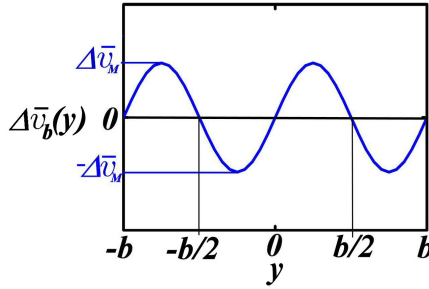


FIG. 1.3 – Représentation de la variation du déplacement par rapport à l'état initial  $\Delta\bar{v}_b(y)$  dans le cas d'un film flambé sous la forme d'une ride droite, de largeur  $2b$  et de hauteur  $\delta$ .

En prenant l'état plan comme référence, le profil théorique final d'une ride droite est donné par la courbe paramétrique d'équation  $(y + \Delta\bar{v}_b(y), w_b(y))$ . Ce profil est tracé sur la fig. 1.4. Le véritable profil de la colonne d'Euler n'est donc pas tout à fait une sinusoïde. Le fait que  $\Delta\bar{v}_b$  soit positif entre  $-b$  et  $-b/2$ , et négatif entre  $b/2$  et  $b$ , implique que les zones situées sur les bords de la ride subissent un déplacement vers le centre. A l'inverse, les zones situées vers le milieu de la ride se déplacent vers les cotés. Ces déplacements sont représentés par des flèches noires sur la figure 1.4. Le déplacement  $\Delta\bar{v}_b$  varie entre  $-\Delta\bar{v}_M$  et  $+\Delta\bar{v}_M$ , avec  $\Delta\bar{v}_M = \pi\delta^2/32b$ . La forme très aplatie des rides, observée expérimentalement, traduit le fait que le rapport  $\delta/b$  est très petit; on a ainsi  $\Delta\bar{v}_M/\delta \ll 1$ . Le déplacement transversal est ainsi généralement un ordre de grandeur inférieur au déplacement hors plan.

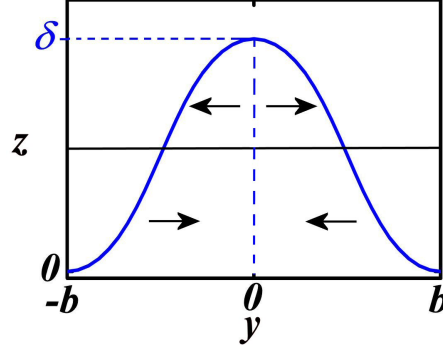


FIG. 1.4 – Représentation du profil théorique  $(y + \Delta\bar{v}_b(y), w_b(y))$  de la colonne d'Euler, de largeur  $2b$  et de hauteur  $\delta$ . Les flèches indiquent le sens du déplacement transversale  $\Delta\bar{v}_b$  dans les parties inférieure et supérieure de la ride.

Si  $\Delta\bar{v}_b(y)$  joue un rôle peu important lors du tracé du profil, ce terme est non négligeable lors du calcul de l'énergie. L'énergie élastique  $U$  d'un film mince est donnée par la somme d'une énergie de membrane (correspondant à un terme de compression), notée  $U_c$ , et d'une énergie de flexion, notée  $U_f$  (annexe A)

$$U_c = \frac{h}{2} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \int \int \left[ e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + 2\nu_f e_{xx} e_{yy} + 2(1 - \nu_f) e_{xy}^2 \right] dx dy, \quad (1.30)$$

$$U_f = \frac{h^3}{24} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \int \int \left[ \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right)^2 + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)^2 + 2\nu_f \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + 2(1 - \nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \right] dx dy. \quad (1.31)$$

Si  $\Delta\bar{v}_b(y)$  n'intervient pas dans le terme de flexion, il joue un rôle important dans le terme de compression par l'intermédiaire des composantes du tenseur des déformations  $e_{ij}$ . Pour l'état plan, un film de longueur  $l$  et de largeur  $2b$  a une énergie totale donnée par

$$U_0 = 2hbl \frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0^2. \quad (1.32)$$

Dans le cas de la colonne d'Euler, on obtient

$$U_c^b = U_0 + hbl \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} (\sigma_c^2 - \sigma_0^2) \quad (1.33)$$

$$U_f^b = hbl \frac{1 - \nu_f^2}{2E_f} 4\sigma_c (\sigma_0 - \sigma_c). \quad (1.34)$$

L'énergie totale d'une ride droite s'écrit finalement

$$U_T^b = U_0 - hbl \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} (\sigma_0 - \sigma_c)^2. \quad (1.35)$$

Il est important de noter que cette équation n'a de signification physique que pour  $\sigma_0 > \sigma_c$ . La figure 1.5 montre l'évolution de ces énergies avec la contrainte  $\sigma_0$ . On note que  $U_T^b$  est inférieure à  $U_0$  lorsque  $\sigma_0 > \sigma_c$ . La solution cloquée est donc énergétiquement favorable au dessus de la contrainte critique  $\sigma_c$ . Cette bifurcation entre l'état plan et l'état cloqué est typique du phénomène de flambage.

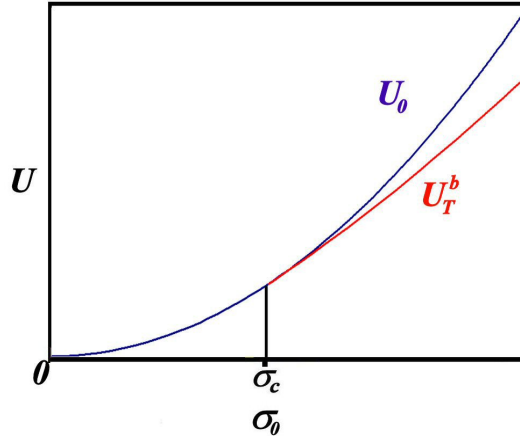


FIG. 1.5 – Représentation des énergies élastiques d'un film plan  $U_0$  et d'un film cloqué  $U_T^b$ , en fonction de la contrainte interne  $\sigma_0$ .

La difficulté de modéliser le cas d'un substrat élastique de manière analytique provient du fait que la compliance modifie entre autres les conditions aux limites. Des phénomènes de rotation sont alors possibles sur les bords de la zone considérée et dépendent des propriétés élastiques du substrat. Afin de prendre en compte ces effets, des simulations par éléments finis (logiciel CASTEM) ont été réalisées par G. Parry, durant sa thèse au sein du LMP de Poitiers [46, 47]. Les résultats de ces simulations sont présentés dans la partie suivante.

## 1.2 Simulations par éléments finis

Comme dans le cas classique, ces études ne s'intéressent qu'au phénomène de flambage. Le calcul se fait donc sur une zone initialement décollée du film ; le phénomène de propagation d'une fissure à l'interface n'est pas pris en

compte. L'intérêt des simulations par éléments finis est de pouvoir s'affranchir des conditions d'encastrement fortes, imposées dans le modèle rigide. Les conditions classiques ( $w_b(\pm b) = 0$  et  $w'_b(\pm b) = 0$ ) ne sont alors vérifiées que dans l'état initial et peuvent évoluer au cours du chargement.

La structure de flambage étudiée étant invariante suivant l'axe ( $Ox$ ), la modélisation se fait dans le plan ( $zOy$ ) à une dimension,  $w$  dépendant uniquement de la variable  $y$ . Le film est modélisé par une ligne, composée d'éléments de coques à deux noeuds. Le substrat est quand à lui modélisé par des éléments solides triangulaires dont les noeuds peuvent se déplacer suivant les directions ( $Oy$ ) et ( $Oz$ ). Sur la partie délaminée, le film peut se déplacer indépendamment du substrat. Dans les parties adhérentes, les déplacements des noeuds du film sont égaux à ceux du substrat. Le but de l'étude est de suivre l'évolution du système en fonction de l'augmentation de la contrainte initiale. Pour ce faire, on simule une compression extérieure induisant un déplacement sur le bord du domaine étudié<sup>2</sup>. Les différents états d'équilibre sont alors déterminés en minimisant l'énergie du système.

La figure 1.6 montre le profil cloqué obtenu numériquement dans le cas d'un film modèle. Un effet de rotation est observé sur les bords de la zone délaminée. Ces rotations se traduisent sur la fig. 1.6 par la présence d'un enfoncement au pied de la structure. On observe également un étirement du substrat vers le haut, sous la partie flambée. La forme très pointue de cet étirement est liée au modèle qui ne permet pas de fissuration à l'interface film/substrat. Le profil de la ride est ainsi modifié et prend l'aspect d'un "chapeau mexicain", *i.e.* une ride dont les bords s'enfoncent légèrement dans le substrat.

Deux facteurs  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$  ont été déterminés numériquement. Ils permettent de corriger de façon phénoménologique les équations donnant la contrainte critique de cloquage (Eq. (1.19)) et la déflexion maximale (Eq. (1.28)), afin de tenir compte de cette compliance du substrat

$$\sigma_c^* = \gamma_\sigma \frac{\pi^2}{12} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \left( \frac{h}{b} \right)^2 \quad (1.36)$$

$$\delta^* = \gamma_\delta h \sqrt{\frac{4}{3} \left( \frac{\sigma_0}{\sigma_c^*} - 1 \right)}. \quad (1.37)$$

Ces facteurs correctifs,  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$ , dépendent des propriétés élastiques des matériaux considérés. Il apparaît alors utile de faire intervenir le coefficient de

---

<sup>2</sup>Le flambage est modélisé en déplacements imposés et non en force imposée. En effet, après cloquage la contrainte dans la partie flambée n'augmente plus ; dans le cas classique elle reste égale à  $-\sigma_c$ . En force imposée, la zone flambée ne pourrait plus compenser les forces qui lui sont appliquées et la structure "s'écraserait".

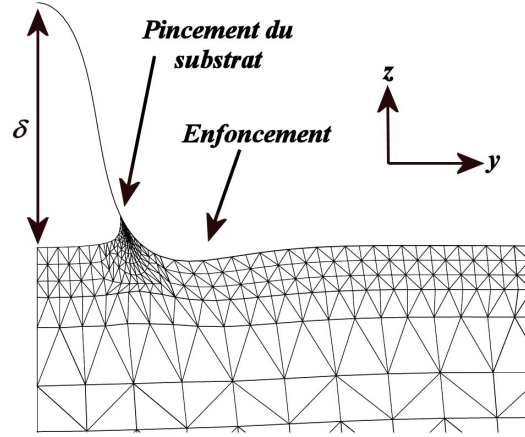


FIG. 1.6 – Demi-profil d’une structure de flambage obtenue par simulation par éléments finis. Mise en évidence d’un enfoncement à la base de la ride, accompagné d’un étirement du substrat vers le haut, sur les bords de la partie délaminée du film [47].

Dundurs  $\alpha_D$  donné par

$$\alpha_D = \frac{\bar{E}_f - \bar{E}_s}{\bar{E}_f + \bar{E}_s} \quad (1.38)$$

avec

$$\bar{E}_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i^2} \quad (1.39)$$

Pour un film mou déposé sur un substrat rigide (cas de la colonne d’Euler),  $\alpha_D$  est proche de  $-1$  et pour un film dur déposé sur un substrat mou,  $\alpha_D$  est proche de  $1$ . L’évolution des facteurs correctifs  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$ , en fonction de  $\alpha_D$ , est présentée sur la fig. 1.7. La compliance du substrat se traduit par une diminution de la contrainte critique de cloquage et par une amplification de la déflexion maximale par rapport au cas classique de la colonne d’Euler. Les rotations rendues possibles par la déformation élastique du substrat sur les bords de la ride facilitent ainsi le flambage du film.

Le but de mon étude est de vérifier la validité des simulations numériques pour différents couples film/substrat. Un protocole expérimental a été élaboré, afin d’observer les modifications morphologiques mises en évidence par le modèle numérique.

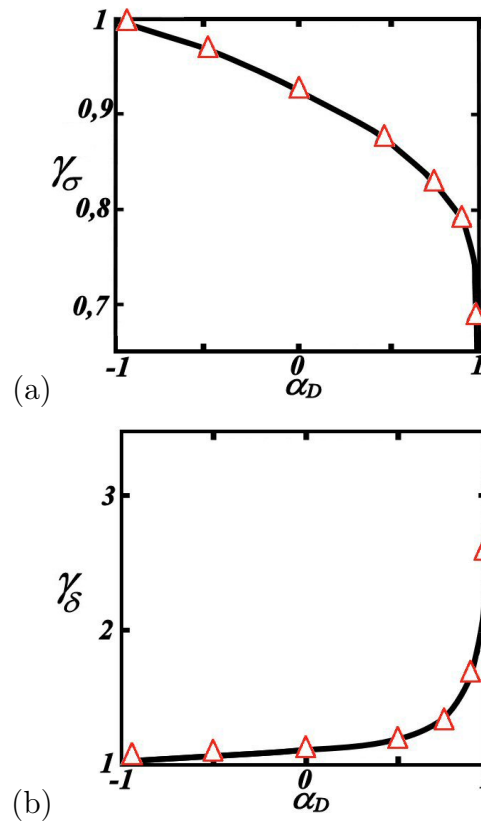


FIG. 1.7 – Évolution des facteurs correctifs (a)  $\gamma_\sigma$  et (b)  $\gamma_\delta$ , en fonction du coefficient de Dundurs  $\alpha_D$ , s'appliquant respectivement à la contrainte critique de cloquage et à la déflexion maximale d'une ride droite [47].

### 1.3 Protocole expérimental

Le polycarbonate est choisi comme substrat pour cette étude. Il possède en effet des caractéristiques mécaniques et physiques intéressantes :

- c'est un polymère amorphe possédant un large domaine élastique,
- son module d'Young est élevé pour un polymère ( $E_s = 2,4$  GPa) ce qui lui assure une bonne rigidité, en diminuant notamment les risques de flexion lors des tests de compression,
- c'est un des polymères les plus utilisés dans l'industrie, notamment comme matériau revêtu pour les CD, les DVD...
- l'eau ne joue pas un rôle significatif sur son élasticité, contrairement à d'autres polymères (polyamide par exemple). Il ne sera donc pas affecté par les conditions de dépôt qui ont tendance à faire désorber l'eau du matériau,

- sa température de transition vitreuse est située autour de  $120^{\circ}\text{C}$ . Il ne subira donc pas de changement d'état au cours des processus de dépôt utilisés.

Les observations étant réalisées par microscopie à force atomique, elles nécessitent un état de surface particulier. Un protocole de préparation a donc été élaboré afin de préserver l'intégrité de la surface du polycarbonate. Les substrats sont découpés à la fraiseuse, sous forme de parallélépipèdes de dimensions  $2 \times 5 \times 10 \text{ mm}^3$ . Les arrêtes sont ensuite soigneusement débarrassées des copeaux formés lors de la découpe, à l'aide d'une lame de rasoir. Enfin, un nettoyage est effectué selon le protocole suivant :

- 15 minutes dans un bain à ultrasons, dans une solution savonneuse *RBS VITRO 35MD<sup>TM</sup>*, diluée à 30% dans l'eau distillée,
- 15 minutes dans un bain à ultrasons, dans une solution savonneuse *RBS VITRO 35MD<sup>TM</sup>*, diluée à 10% dans l'eau distillée,
- 10 minutes dans un bain à ultrasons, dans l'eau distillée, afin d'éliminer d'éventuels résidus,
- 5 minutes dans un bain à ultrasons, dans l'éthanol, pour éviter toute trace en surface lors du séchage de l'échantillon,
- séchage de l'échantillon à l'azote et mise sous cloche à vide la veille du dépôt, afin de laisser sécher la surface.

Des films de différentes natures (nickel, tungstène, cuivre, titane, argent et or) et de différentes épaisseurs sont déposés par des méthodes physiques PVD et Magnétron (annexe B). La configuration des échantillons après dépôt est représentée sur la fig. 1.8.

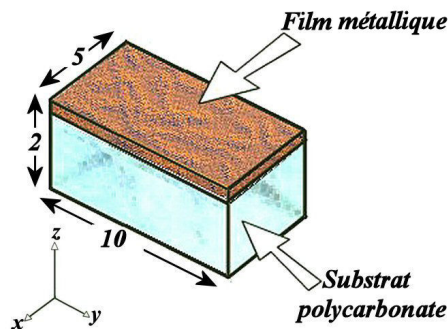


FIG. 1.8 – Représentation d'un échantillon après dépôt. Les dimensions sont données en millimètres.

La méthode de Stoney est utilisée pour mesurer l'intensité des contraintes internes dans les films. Cette technique consiste à mesurer les contraintes dans un film à partir du rayon de courbure qu'elles induisent sur une poutre de silicium (annexe B). La contrainte mesurée est alors notée  $\sigma_{Stoney}$ . La plupart du temps, cette technique est utilisée en supposant que les contraintes mesurées sont identiques, quel que soit le substrat. Cependant, les contraintes internes dans un film ont deux origines [18] :

- Les contraintes intrinsèques  $\sigma_{int}$  sont principalement liées à la technique de dépôt elle-même, par l'intermédiaire de l'énergie des particules arrivant sur l'échantillon, du mode de croissance du film et de la contamination éventuelle par des impuretés. Ces contraintes peuvent être contrôlées lors de l'élaboration. Il a par exemple été montré que des films de tungstène pouvaient être déposés en tension ou en compression sur du silicium, en faisant varier les conditions de dépôt [50]. Les contraintes intrinsèques sont directement liées à l'épaisseur du film et varient peu avec la nature du substrat.

- Les contraintes thermiques  $\sigma_{ther}$  sont induites par la différence de coefficient de dilatation thermique entre le film et le substrat. Elles peuvent être estimées à l'aide de la formule [38]

$$\sigma_{ther} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \Delta\alpha_t \Delta T \quad (1.40)$$

où  $\Delta\alpha_t$  est la différence entre les coefficients linéaires d'expansion thermique du film et du substrat, et  $\Delta T$  est la variation de température par rapport à la température de dépôt.

Finalement, la contrainte totale dans le film est donnée par

$$-\sigma_0 = \sigma_{int} + \sigma_{ther}. \quad (1.41)$$

La composante thermique va jouer un rôle plus ou moins important selon la nature du substrat. Le tableau 1.1 montre les valeurs de  $\sigma_{ther}$  pour les différents matériaux choisis. Plusieurs machines de dépôt ont été utilisées, avec des températures de dépôt estimées à  $30^\circ C$  pour EVASION,  $80^\circ C$  pour NORDIKO et  $100^\circ C$  pour Magnétron (annexe B).

Le polycarbonate utilisé dans notre étude possède un coefficient d'expansion thermique particulièrement important comparé à celui du silicium. Ainsi, même pour des variations de température peu importantes, les contraintes thermiques sont fortement en compression ( $\sigma_{ther} < 0$ ) sur le polycarbonate alors qu'elles sont en tension ( $\sigma_{ther} > 0$ ) sur le silicium. Il est donc apparu nécessaire de prendre en compte cet écart dans le calcul de  $\sigma_0$ .

Les contraintes intrinsèques variant peu en fonction du substrat, on considère que  $\sigma_{int}^{Si} = \sigma_{int}^{Poly}$ . La valeur de la contrainte  $\sigma_0$  dans le film déposé sur

<i>Substrat</i>	<i>Film</i>	$E_f(GPa)$	$\nu_f$	$\alpha_t(10^{-6}/K)$	$\Delta T(K)$	$\sigma_{ther}(GPa)$
PC		2,4	0,370	70,0		
	W	411	0,280	4,5	10	-0,37
	Ni	200	0,312	13,4	60	-0,99
	Cu	130	0,340	16,5	80	-0,84
	Ti	116	0,320	8,6	80	-0,84
	Ag	83	0,370	18,9	60	-0,40
	Au	78	0,440	14,2	10	-0,08
Si		130	0,278	2,6		
	W	411	0,280	4,5	60	0,01
	Ni	200	0,312	13,4	60	0,19
	Cu	130	0,340	16,5	80	0,22
	Ti	116	0,320	8,6	80	0,08
	Ag	83	0,370	18,9	80	0,13
	Au	78	0,440	14,2	60	0,02

TAB. 1.1 – Valeurs des contraintes thermiques  $\sigma_{ther}$  dans les films minces déposés sur substrats de polycarbonate (PC) et de silicium (Si). Ces valeurs sont données en fonction du module d’Young des films  $E_f$ , de leurs coefficients de Poisson  $\nu_f$ , des coefficients d’expansion thermique  $\alpha_t$ , ainsi que des variations  $\Delta T$  entre la température de dépôt et la température d’observation (supposée égale à  $20^\circ C$ ).

polycarbonate est alors obtenue à partir de la contrainte  $\sigma_{Stoney}$  mesurée sur silicium, et des contraintes thermiques (1.40). Elle est donnée par

$$-\sigma_0 = \sigma_{Stoney} - \sigma_{ther}^{Si} + \sigma_{ther}^{Poly} \quad (1.42)$$

Les valeurs obtenues dans le cas des films de nickel sont reportées dans le tableau 1.2. Bien que les contraintes internes soient toujours des contraintes de compression, on observe une relaxation lorsque l’épaisseur augmente. Cet effet n’est pas contradictoire avec le fait qu’il existe une épaisseur critique de cloquage. L’énergie élastique stockée dans le film augmente en effet avec l’épaisseur, quelle que soit l’évolution de la contrainte interne.

Aucun phénomène de cloquage n’étant observé après dépôt, les échantillons sont déformés par compression uniaxiale du substrat, de manière à déclencher le processus. Le dispositif utilisé permet d’étudier l’évolution de la surface d’un échantillon in-situ pendant un test de compression. Il est constitué d’une micro-machine de compression couplée à un microscope à force atomique (AFM). Le lecteur souhaitant avoir plus de précision sur la microscopie à force atomique pourra se référer à l’annexe B. Cet appareillage a notamment montré tout son potentiel pour l’étude des mécanismes élémentaires

CHAPITRE 1. INFLUENCE DE L'ÉLASTICITÉ DU SUBSTRAT SUR LE PHÉNOMÈNE DE CLOQUAGE.

$h$ (nm)	$\sigma_{Stoney}$ (GPa)	$-\sigma_0$ (GPa)
20	-1,0	-2,2
50	-0,9	-2,1
75	-1,0	-2,2
100	-1,0	-2,2
150	-0,8	-2,0
200	-0,3	-1,5
250	-0,1	-1,3
300	-0,1	-1,3

TAB. 1.2 – Valeurs de la contrainte interne  $\sigma_{Stoney}$  mesurée sur des poutres de silicium après dépôt et de la contrainte interne associée  $-\sigma_0$ , dans des films de nickel d'épaisseurs variables  $h$ .

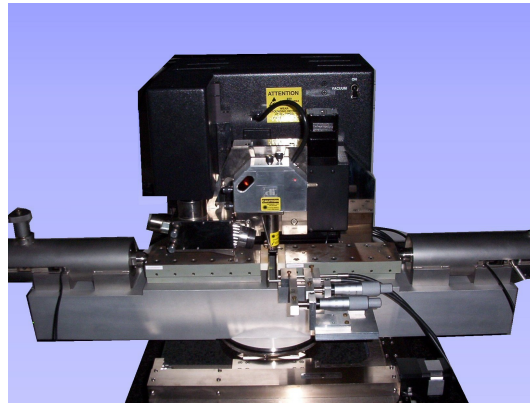


FIG. 1.9 – Dispositif expérimental composé d'une machine de compression couplée à un microscope à force atomique.

de déformation plastique de matériaux mono-cristallins [48, 49, 51, 52, 53]. Le montage expérimental est visualisé sur la fig.1.9. La contrainte externe est appliquée sur le substrat par deux céramiques piézo-électriques. Une cellule de force et des fibres optiques, situées de part et d'autre de l'échantillon, permettent de remonter à la courbe contrainte/ déformation [18, 51]. Du fait du temps nécessaire à l'acquisition d'une image AFM, l'étude se fait par paliers de déformation.

Dans les parties adhérentes, les déformations élastiques du substrat sont intégralement transmises dans le film. En supposant que le film ne subit aucune déformation plastique, la loi de Hooke permet d'établir les variations

de contraintes induites dans le film plan lors des essais de compression [21] :

$$\Delta\sigma_{xx}^0 = \frac{E_f \nu_f - \nu_s}{E_s (1 - \nu_f^2)} \sigma_{yy}^{exp} \quad (1.43)$$

$$\Delta\sigma_{yy}^0 = \frac{E_f (1 - \nu_f \nu_s)}{E_s (1 - \nu_f^2)} \sigma_{yy}^{exp}. \quad (1.44)$$

La contrainte  $\sigma_{yy}^{exp}$  correspond à la contrainte appliquée sur le substrat suivant l'axe ( $Oy$ ). Le phénomène de cloquage n'ayant lieu que dans le cas de contraintes en compression,  $\sigma_{yy}^{exp}$  est prise positive en compression. Dans le cas de films métalliques déposés sur polycarbonate, on note que les variations induites par la surcompression sont de signes opposés ( $\Delta\sigma_{xx}^0 < 0$  et  $\Delta\sigma_{yy}^0 > 0$ ), du fait que  $\nu_f < \nu_s$ . La forte anisotropie de contraintes qui en résulte explique la formation des structures en rides droites perpendiculairement à la contrainte appliquée [18, 19, 21]. La figure 1.10 montre l'orientation des contraintes induites lors du test de compression. Ces variations de contraintes doivent être ajoutées aux contraintes initiales. Les contraintes totales dans le film plan s'écrivent finalement

$$\sigma_{xx}^0 = -(\sigma_0 + \Delta\sigma_{xx}^0) \quad (1.45)$$

$$\sigma_{yy}^0 = -(\sigma_0 + \Delta\sigma_{yy}^0). \quad (1.46)$$

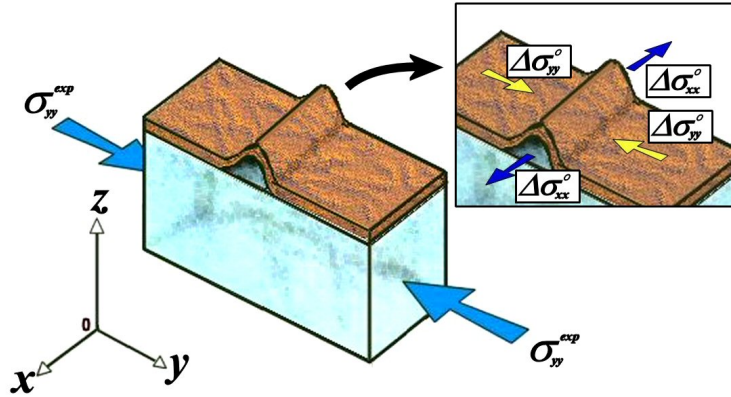


FIG. 1.10 – Schéma d'un échantillon sous une contrainte  $\sigma_{yy}^{exp}$  suivant l'axe ( $Oy$ ). Représentation des modifications induites sur la contrainte dans le film, suivant les axes ( $Ox$ ) et ( $Oy$ ).

## 1.4 Résultats expérimentaux

Plusieurs phénomènes sont observés, en fonction de la nature des films étudiés (W, Ni, Cu, Au, Ag et Ti).

Dans le cas des films de nickel, des structures en forme de ride droite, orientées perpendiculairement à l'axe de compression, sont observées quelle que soit l'épaisseur déposée (20, 50, 75, 100, 150, 200 ou 300 nm). La fig. 1.11 montre la superposition des profils obtenus pour différentes épaisseurs de film. La déflexion et la largeur des rides apparaissent fortement augmentées, lorsque l'épaisseur du film croît. On note également que des enfoncements sont visibles aux pieds des structures, mettant ainsi en évidence la déformation élastique du substrat (*c.f.* fig. 1.6). Dans le cas d'un film cloqué sur un substrat rigide, ces enfoncements ne sont pas observés. Le profil AFM d'une ride droite, réalisé sur un film d'acier inoxydable déposé sur silicium, est visible sur la figure 1.12 [54]; aucune déformation du substrat n'est alors visible.

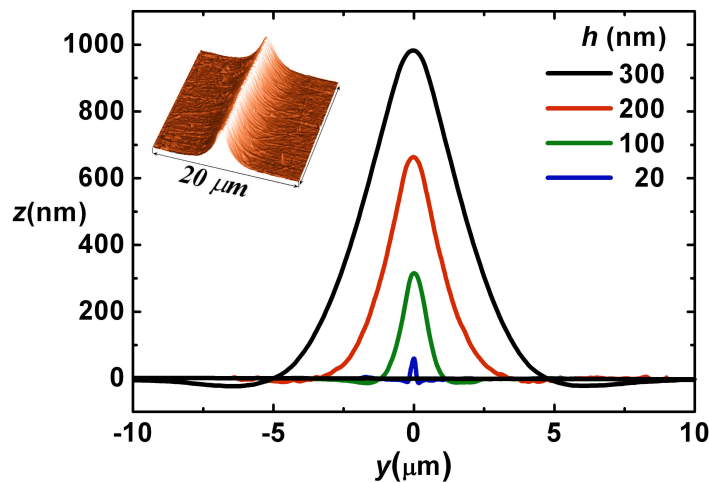


FIG. 1.11 – Profils AFM des structures de flambage obtenus pour différentes épaisseurs de films de nickel. L'image AFM d'une structure observée pour un film de 250 nm d'épaisseur, déformé élastiquement à -2%, est visible en insert.

Des résultats similaires sont obtenus dans le cas de films de titane et de cuivre. Par contre, aucun phénomène de cloquage n'est généré à la surface des films d'or et d'argent, avant que le substrat ne fléchisse sous l'effet des très fortes contraintes appliquées.

Les structures observées dans le cas des films de tungstène sont visualisées en fig. 1.13. On remarque la présence d'une fissure au sommet des cloques, clairement visible sur le profil AFM associé (fig. 1.13(b)). Des enfoncements sont également décelés au pied des structures.

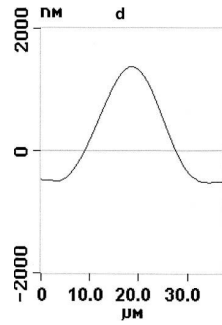


FIG. 1.12 – Profil AFM d'une ride observée sur un film d'acier inoxydable d'épaisseur  $h = 600$  nm, déposé sur silicium [54].

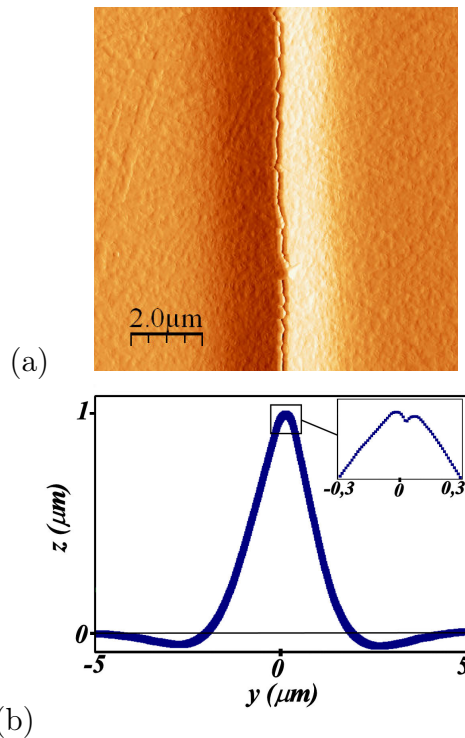


FIG. 1.13 – Film de tungstène de 150 nm d'épaisseur déposé sur polycarbonate, déformé à  $-0,5\%$  (a) Image AFM en mode signal d'erreur d'une structure de flambage en forme de ride droite, fissurée à son sommet (b) profil associé.

## 1.5 Discussion et perspectives

Afin de comparer nos résultats expérimentaux avec le modèle numérique élaboré par G. Parry, une caractérisation minutieuse de la morphologie des structures a été réalisée par AFM. Les profils numérique et expérimental d'une ride observée sur un film de nickel de 50 nm d'épaisseur, soumis à une contrainte  $|\sigma_{yy}^0| = 2,1$  GPa, sont représentés sur la fig. 1.14. On observe que les deux profils se superposent de manière satisfaisante. On note en particulier une bonne corrélation entre les déflexions expérimentale et numérique. Un léger écart est cependant visible au pied de la ride, l'enfoncement paraissant sensiblement plus étendu que ne le prédit la simulation. Cet écart peut s'expliquer par la difficulté expérimentale de connaître la largeur exacte de la zone délaminée à l'interface film/substrat. La largeur expérimentale est en effet mesurée en prenant comme référence les parties non cloquées du film (en  $z = 0$  sur la fig. 1.14) bien que le film soit étiré vers le haut sur les bords de la cloque, comme l'ont montré les simulations (*c.f.* fig. 1.6). Le traitement numérique en analyse AFM peut également être à l'origine de légers décalages (annexe B).

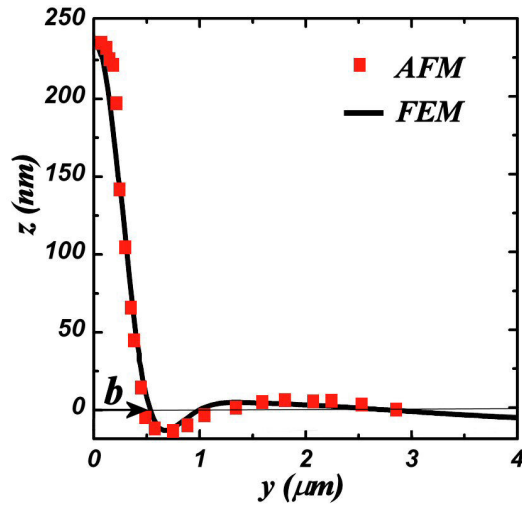


FIG. 1.14 – Film de nickel d'épaisseur  $h = 50$  nm déposé sur substrat de polycarbonate. Profil d'une structure de flambage obtenue par simulation par éléments finis et par microscopie à force atomique, pour une contrainte  $|\sigma_{yy}^0| = 2,1$  GPa.

L'évolution de la déflexion maximale  $\delta$  lors du chargement a été étudiée afin de vérifier la pertinence de l'introduction des coefficients phénoménologiques  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$ . Sur la figure 1.15 est présentée la déflexion maximale des rides droites (normalisée à l'épaisseur), générées sur des films de nickel d'épaisseur

variable, en fonction de l'intensité de la contrainte (normalisée à la nouvelle contrainte critique). La courbe théorique, correspondant au cas analytique de la colonne d'Euler (cas rigide), est rappelée en pointillés sur le graphique. L'excellente corrélation entre les mesures AFM et la courbe numérique permet de confirmer l'intérêt de l'introduction du coefficient  $\gamma_\delta$ , dans le cas de films de nickel déposés sur polycarbonate. Des résultats similaires sont obtenus pour les films de titane et de cuivre. Cependant, les contraintes internes dans les films étant initialement supérieures aux contraintes critiques de cloquage (effet d'adhésion qui sera évoqué au chapitre 3), les films ne se reposent pas après relaxation de la contrainte appliquée. Il est donc en l'état impossible de tester expérimentalement la pertinence du coefficient  $\gamma_\sigma$ .

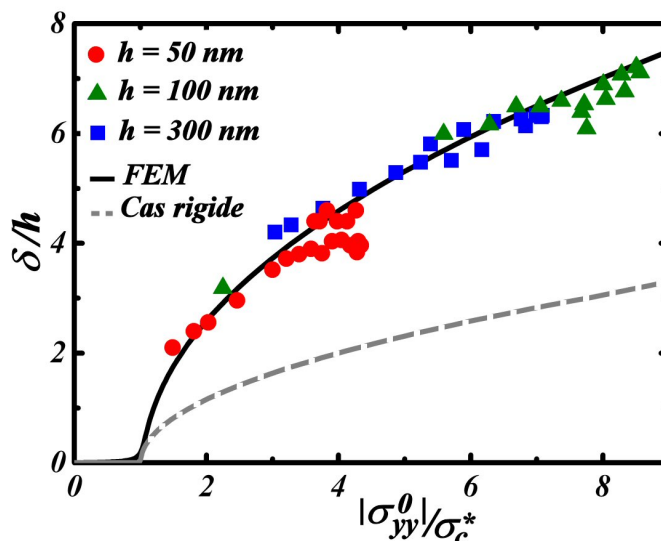


FIG. 1.15 – Évolution de la déflexion maximale des rides droites (normalisée à l'épaisseur), générées sur des films de nickel d'épaisseur  $h = 50, 100$  et  $300$  nm, en fonction de l'intensité de la contrainte (normalisée à la contrainte critique tenant compte de l'effet de la compliance du substrat).

Le tableau 1.3 montre la valeur des coefficients numériques  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$  (en fonction du coefficient de Dundurs  $\alpha_D$ ), obtenus pour les différents films étudiés ainsi que les valeurs expérimentales de  $\gamma_\delta$ . On observe une excellente corrélation entre les valeurs numériques et expérimentales, obtenues pour les films de nickel, de titane et de cuivre. Pour ces films, l'introduction des facteurs correctifs  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$  permet donc de prendre en compte l'effet de la compliance du substrat sur la morphologie des structures de cloquage de manière très satisfaisante. On remarque cependant que pour les dépôts métalliques, toutes les valeurs de  $\alpha_D$  sont comprises dans une fenêtre très étroite, entre

CHAPITRE 1. INFLUENCE DE L'ÉLASTICITÉ DU SUBSTRAT SUR LE  
PHÉNOMÈNE DE CLOQUAGE.

0,9 et 1. Dans ce cas, il est donc très difficile d'obtenir des valeurs expérimentales venant corroborer les simulations numériques, sur une gamme étendue du coefficient  $\alpha_D$ . De plus, la variation des facteurs correctifs est d'autant plus rapide que  $\alpha_D$  est proche de 1 (*c.f.* fig. 1.7). L'incertitude liée à la valeur de  $\alpha_D$ , par l'intermédiaire du module d'Young et du coefficient de Poisson du film considéré, joue donc un rôle important lors de la détermination des coefficients correcteurs, pour les grandes valeurs de  $\alpha_D$ .

Dans ce contexte, des essais avec des films polymères de polyéthylène de glycol (PEG) ont été réalisés, la valeur de  $\alpha_D$  étant dans ce cas égale à  $-0,293$  (*c.f.* tab. 1.3). Ces expériences n'ont cependant pas été concluantes, aucune structure de cloquage n'ayant été générée. L'absence de phénomène de cloquage peut s'expliquer par la faible contrainte induite dans le film lors du test de compression. En effet, il est possible de définir un paramètre  $\alpha_\sigma$  donnant l'intensité de la contrainte induite dans le film, par rapport à la contrainte appliquée :  $\Delta\sigma_{yy}^0 = \alpha_\sigma\sigma_{yy}^{exp}$  (Eq. (1.44)). Les valeurs de  $\alpha_\sigma$  sont reportées dans le tab. 1.3. Dans le cas du film polymère, ce coefficient est proche de 1. Les contraintes appliquées sur le substrat étant de l'ordre de la dizaine de MPa, la contrainte induite dans le film est alors trop faible pour déclencher le processus de cloquage. Cette faible valeur de  $\alpha_\sigma$  peut également expliquer l'absence de cloquage sur les films d'or et d'argent, précédemment mentionnée.

<i>Film</i>	$\alpha_\sigma$	$\alpha_D$	$\gamma_\sigma^{num}$	$\gamma_\delta^{num}$	$\gamma_\delta^{exp}$
W	167	0,988	0,53	3,27	X
Ni	82	0,975	0,63	2,45	2,4
Cu	54	0,963	0,74	1,95	2,0
Ti	47	0,958	0,78	1,87	2,0
Ag	35	0,944	0,89	1,75	X
Au	34	0,944	0,89	1,78	X
PEG	1	-0,293	0,95	1,18	X

TAB. 1.3 – Valeurs du coefficient de Dundurs  $\alpha_D$  et des coefficients correcteurs  $\gamma_\sigma$  et  $\gamma_\delta$  correspondants. Les valeurs du coefficient  $\alpha_\sigma$ , permettant de déterminer la contrainte induite dans un film en fonction de la contrainte appliquée sur le substrat, sont également reportées dans le tableau.

Dans le cas des films de tungstène, les structures de cloquage sont fissurées à leur sommet. Les mesures effectuées par AFM ne sont donc pas exploitables dans l'optique d'une comparaison avec les simulations numériques. De part la valeur importante du coefficient  $\alpha_\sigma$ , la contrainte dans le film augmente très rapidement lors de la compression du substrat. Cette dernière

est alors très supérieure à la limite élastique du film, et peut conduire à un endommagement plastique du revêtement. Ces fortes contraintes, associées au comportement fragile du tungstène à température ambiante, peuvent expliquer le phénomène de fissuration observé [55]. Les enfoncements aux pieds des structures, associés à l'augmentation importante de la déflexion, peuvent en effet induire un phénomène de pliure au sommet des structures. Ce pli se traduit alors par l'apparition d'une fissure dans le cas d'un film fragile. Cet effet a déjà été observé par le passé sur des films de ITO (indium-tin oxide) déposé sur PET (polyéthylène téréphtalate) [42, 43]. Il avait également été imputé au comportement fragile des films, associé à la compliance du substrat.

En conclusion, une faible déformation de l'échantillon induit de fortes variations de contraintes dans les films pour une valeur importante de  $\alpha_D$ . Cet effet semble être responsable de d'endommagements plastiques pouvant se traduire par un phénomène de fissuration dans le cas de films fragiles. Les conséquences d'une telle évolution sont alors très dommageables pour les propriétés de l'ensemble film/substrat. A l'inverse, une faible valeur du coefficient  $\alpha_D$  semble prévenir le phénomène de cloquage lors d'une compression uniaxiale. Enfin, pour les valeurs intermédiaires de  $\alpha_D$ , on observe le cloquage des films sous forme de rides droites. La structure de ces rides est alors modifiée par la compliance du substrat : leur déflexion est augmentée et des enfoncements sont visibles à leur base. La contrainte critique de cloquage est également diminuée par rapport au cas de la colonne d'Euler. Ces nouvelles valeurs de la déflexion et de la contrainte critique peuvent alors être estimées en introduisant les coefficients correcteurs  $\gamma_\delta$  et  $\gamma_\sigma$  (Eqs. (1.36) et (1.37)), dont la validité a été démontrée expérimentalement.

L'intérêt d'une délimitation de domaines d'apparition ou non des cloques en fonction des propriétés élastiques des matériaux est évident et offre des perspectives très prometteuses. Elle pourrait en effet permettre de choisir des couples film/substrat susceptibles de supporter de fortes déformations, sous l'effet d'une contrainte extérieure uniaxiale, sans cloquage du film. Des études complémentaires vont être réalisées afin d'obtenir une identification plus précise de ces zones d'amorçage du processus de cloquage.

# Chapitre 2

## Influence de la plasticité du substrat sur le phénomène de cloquage.

Le substrat joue un rôle important sur le phénomène de cloquage des films minces, qu'il soit généré de manière spontanée ou induit lors de tests de compression. Il est notamment responsable d'une partie importante des contraintes internes. Si de nombreuses études ont été réalisées sur ce sujet, l'influence du comportement plastique d'un substrat cristallin n'a encore jamais été étudiée, à notre connaissance. Le but de cette étude sera donc de mettre en évidence les modifications induites par l'émergence de dislocations à l'interface film/substrat.

### 2.1 Protocole expérimental

Les substrats utilisés pour cette étude sont des monocristaux de fluorure de lithium (LiF). C'est un cristal ionique, tels que NaCl ou MgO, présentant une structure cristalline simple de type cubique, dite en sel de roche, de paramètre de maille  $a = 4,026 \text{ \AA}$  (fig. 2.1).

Ce matériau a été choisi pour ses propriétés mécaniques. Son comportement lors de tests de compression est relativement bien connu [48, 49]. Il a notamment été observé qu'il se distinguait des matériaux du même type, par sa très grande ductilité (jusqu'à 2% de déformation plastique à température ambiante) et par sa limite élastique relativement faible (une dizaine de MPa seulement). Son module d'Young est élevé par rapport à un polymère ( $E_s = 65 \text{ GPa}$ ) et permet de limiter les effets élastiques décrits au chapitre précédent. Son coefficient de Poisson est  $\nu_s = 0,326$ .

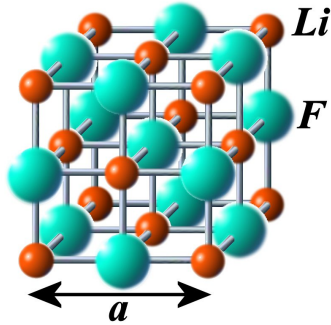


FIG. 2.1 – Maille cristalline du fluorure de lithium, de paramètre de maille  $a$ .

Par rapport à un polymère ou à un métal, le fluorure de lithium reste tout de même un matériau fragile, sa découpe est donc plus délicate. La préparation de substrats de forme parallélépipédique se fait alors par clivage. Cette méthode consiste à fracturer le cristal suivant les plans cristallins les moins denses, à l'aide d'une lame de rasoir et d'un marteau. Ces plans fragiles correspondent aux plans  $\{100\}$ . La surface (001) est polie de manière à avoir une surface parfaitement plane. Si ce polissage permet de supprimer les marches de clivage, il induit cependant une rugosité moyenne plus importante. Les substrats ainsi découpés sont de dimensions approximatives  $2 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$ . Par la suite, les directions  $(Ox)$ ,  $(Oy)$  et  $(Oz)$  correspondront respectivement aux directions cristallines  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$  du substrat (fig.2.2). Les échantillons seront déformés de manière uniaxiale suivant l'axe  $(Oy)$ , la face (001) étant choisie comme surface d'observation.

De part l'orientation du cristal par rapport à l'axe de sollicitation, quatre systèmes de glissement, dits systèmes primaires, sont activés. Ils sont donnés par  $\{110\} \langle 110 \rangle$  et correspondent à des dislocations de vecteur de Burgers  $a/2 \langle 110 \rangle$ , glissant dans les plans  $\{110\}$ . Deux d'entre eux créent un cisaillement dans le plan de la surface observée, alors que les deux autres créent des marches sur cette surface en cisillant le cristal suivant un angle  $\theta = 45^\circ$ . La figure 2.2 représente les systèmes de glissements primaires susceptibles de créer des marches sur la surface (001).

Des films de nickel d'épaisseur  $h = 20, 75$  et  $150 \text{ nm}$ , sont déposés sur la surface (001) des substrats. Les contraintes internes sont estimées par la méthode de la flèche de façon identique au chapitre précédent (Eq. (1.42)). Un masque de silicium est apposé sur une partie de la surface avant dépôt, de manière à garder une zone non recouverte pouvant servir de référence. La configuration finale des échantillons est présentée sur la figure 2.3.

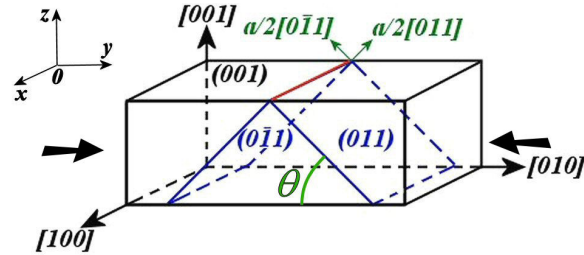


FIG. 2.2 – Schéma représentant les systèmes de glissements primaires susceptibles de créer des marches sur la surface (001) d'un substrat de LiF, lors d'un test de compression uniaxiale.

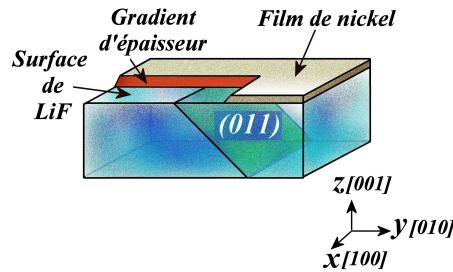


FIG. 2.3 – Représentation d'un échantillon composé d'un film de nickel déposé sur substrat de LiF. Un cache en silicium ayant été apposé sur une partie de l'échantillon avant dépôt, une zone non recouverte peut être utilisée comme référence. Le plan de glissement actif est également représenté.

## 2.2 Résultats expérimentaux

Une analyse de surface réalisée par AFM avant déformation montre que les zones recouverte et non recouverte sont séparées par une zone d'épaisseur variable (*c.f.* fig. 2.3 et fig. 2.4). Cette partie où  $h$  varie est créée par un effet d'ombre du masque lors du dépôt. La figure 2.4 montre le profil de cette zone d'épaisseur variable réalisée sur le film d'épaisseur  $h = 150$  nm. On observe que ce gradient s'étend sur plusieurs dizaines de microns. Il est cependant difficile de le mesurer dans sa globalité par AFM, une partie suffisante de la surface du substrat devant être visible afin de servir de référence au traitement numérique de l'image (annexe B). L'intérêt de ce gradient sera mis en lumière par la suite.

Les échantillons ne présentant aucune structure de cloquage spontané, des tests de compression uniaxiale (axe  $(Oy)$ ) ont alors été réalisés in-situ sous AFM. Le dispositif utilisé a été décrit au chapitre précédent (*c.f.* fig. 1.9). La première évolution observée correspond à la formation de marches, créées

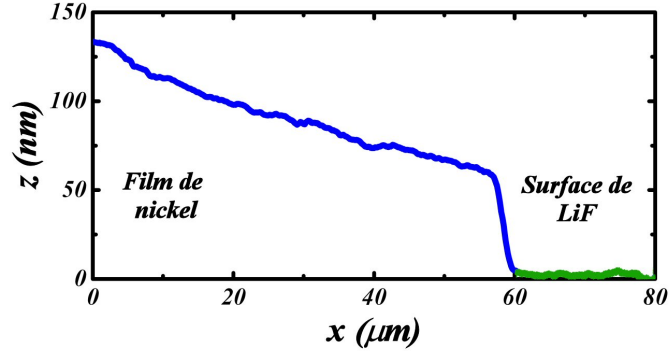


FIG. 2.4 – Profil AFM du gradient d'épaisseur observé pour un film de nickel déposé sur substrat de LiF, d'épaisseur maximale  $h = 150$  nm. Cette zone où  $h$  varie est située à la frontière entre les parties recouverte et non recouverte de la surface.

par l'émergence de dislocations depuis le substrat (fig. 2.5). Comme prévu, les lignes de glissement sont orientées perpendiculairement à l'axe de compression. De part la cristallographie du substrat, on sait qu'elles émergent en formant un angle  $\theta = 45^\circ$  par rapport à la surface. La majorité des marches sont "montantes" suivant la direction ( $Oy$ ). Elles correspondent à des dislocations de vecteur de Burgers  $a/2[0\bar{1}1]$  (c.f. fig. 2.2). Le fait qu'un des deux systèmes soit favorisé par rapport à l'autre s'explique par le fait qu'une légère désorientation peut exister entre les surfaces de compression. L'axe de compression est alors modifié et les facteurs de Schmidt<sup>1</sup> dans les deux systèmes ne sont plus égaux. Les deux autres systèmes de glissements primaires sont en théorie également activés. Ils conduisent à un cisaillement dans le plan d'observation, suivant des directions orientées à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation, et ne créent donc aucune marche en surface. De part la faible résolution latérale de l'AFM, de telles modifications ne peuvent être mises en évidence.

Les dislocations semblent cisailer le cristal sur toute la largeur de l'échantillon. Une même marche est ainsi observée sur les parties recouverte et non recouverte de la surface. La figure 2.5 montre deux images AFM d'une même marche, réalisées sur les deux zones d'un l'échantillon composé d'un film de nickel de 150 nm d'épaisseur déposé sur un substrat de LiF, déformé plastiquement à -1%. On observe que le film reste adhérent au substrat et que les marches observées ne sont pas abruptes mais s'étendent sur plusieurs microns, suivant la direction ( $Oy$ ). Les profils réalisés sur ces deux images

<sup>1</sup>Le facteur de Schmidt permet de déterminer les systèmes pour lesquels la force de glissement est la plus importante.

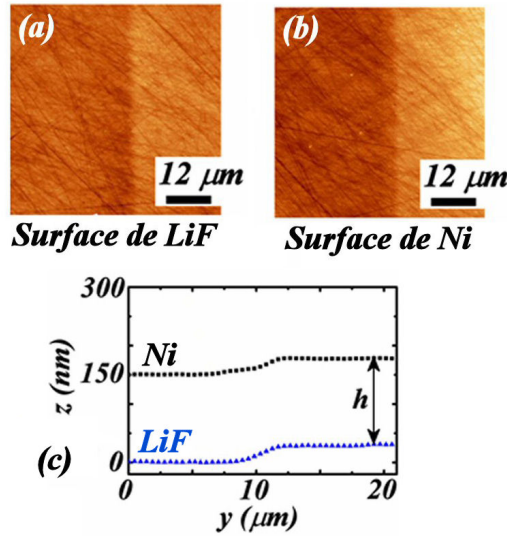


FIG. 2.5 – Film de nickel de 150 nm d’épaisseur déposé sur substrat de LiF, déformé plastiquement à  $-1\%$ . Images AFM d’une même marche réalisées sur (a) la partie non recouverte et (b) la partie recouverte de l’échantillon. Les profils associés sont également reportés en (c). La différence entre les deux courbes correspond à l’épaisseur du film.

permettent de constater que les hauteurs de marches, mesurées sur chaque zone de l’échantillon, sont identiques et faibles devant  $h$ . La largeur mesurée sur la partie recouverte est par contre plus importante que sur la partie non recouverte. Cet écart semble indiquer que les dislocations sont bloquées à l’interface. En effet, il a été montré que l’extension d’une marche est directement liée à la profondeur (par rapport à la surface libre) de la dislocation qui lui est associée [56, 57, 58]. Cette hypothèse est renforcée par la nature polycristalline du film mise en évidence par AFM (fig. 2.6) et qui a pour effet d’empêcher le phénomène de cisaillement du film par les dislocations [59]. Il en résulte aucun phénomène de plasticité dans les films, les dislocations s’épinglant à l’interface film/substrat.

La hauteur totale d’une marche à l’échelle micrométrique suivant la direction ( $Oz$ ) est donnée par  $H = N.h_e$ , avec  $N$  le nombre de dislocations émergées à l’interface et  $h_e = a/2$  la hauteur d’une marche élémentaire, correspondant à l’émergence d’une seule dislocation [49].

Lorsque la déformation plastique atteint  $-2\%$ , la hauteur des marches peut atteindre plusieurs centaines de nanomètres. Les films flambent alors sous la forme de structures rectilignes. Si la présence de rides au niveau des marches est largement observée, aucun phénomène de cloquage ne semble

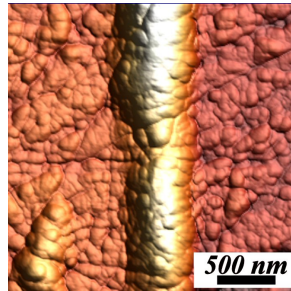


FIG. 2.6 – Film de nickel de 20 nm d'épaisseur déposé sur un mono-cristal de LiF déformé plastiquement à  $-2\%$ . Image AFM d'une structure de cloquage sur une marche, mettant en évidence la nature polycristalline du film.

se produire dans les parties où le substrat est resté plan. Le phénomène de flambage n'est observé qu'à l'aplomb des lignes de glissement issues du processus d'émergence des dislocations à l'interface film/substrat. On observe que la présence de la marche sous les structures de cloquage induit un décalage vertical entre les bords de ces rides (fig. 2.7), décalage dont la hauteur correspond à celle de la marche sous-jacente ( $H$ ). L'émergence des dislocations à l'interface se traduit ainsi par une asymétrie des structures de flambage. Aucun enfoncement n'étant visible au pied des rides, les phénomènes liés à la compliance du substrat, mis en évidence lors du précédent chapitre, semblent négligeables.

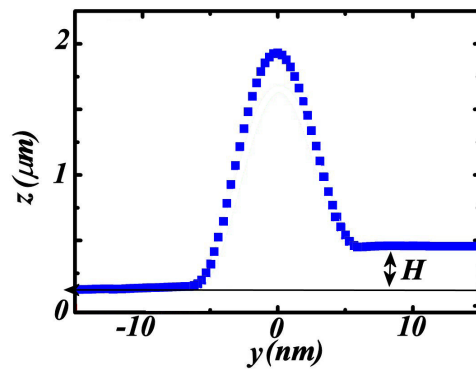


FIG. 2.7 – Film de nickel de 150 nm d'épaisseur déposé sur substrat de LiF, déformé plastiquement à  $-2\%$ . Profil AFM d'une structure de flambage localisée au niveau d'une marche de hauteur  $H$ .

La figure 2.8 montre les structures observées sur les films de différentes épaisseurs. La taille des structures est directement proportionnelle à l'épaisseur du film, conformément à l'expression de la déflexion maximale  $\delta$  (Eq.

(1.28)) déterminée lors du chapitre précédent. Le rôle de l'épaisseur sur la dimension des rides est notamment visible au niveau du gradient d'épaisseur, comme le montre la figure 2.9(a). Il est directement observé que la taille de la ride diminue avec l'épaisseur du film. De plus, les structures de cloquage sont discontinues pour les films de plus faible épaisseur (fig. 2.8(a)). Ces discontinuités peuvent être attribuées à des variations d'épaisseur du film liées à la rugosité de l'interface et de la surface, proportionnellement plus importantes pour les films les plus minces. Ces variations modifient le critère de cloquage le long d'une ride. La fig. 2.9(b) montre la division d'une ride droite en deux structures plus petites ; cette division observée au niveau du gradient d'épaisseur pourrait s'expliquer par cet effet de rugosité. Enfin, la hauteur de la marche ne semble pas jouer un rôle prédominant sur les dimensions des structures de cloquage.

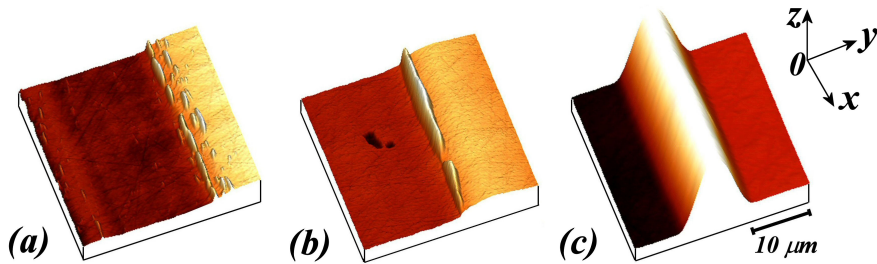


FIG. 2.8 – Films de nickel de (a) 20 nm, (b) 75 nm et (c) 150 nm d'épaisseur déposés sur mono-cristaux de LiF déformés plastiquement à  $-2\%$ . Images AFM montrant la localisation des structures de cloquage au niveau des marches issues du processus d'émergence des dislocations à l'interface film/substrat.

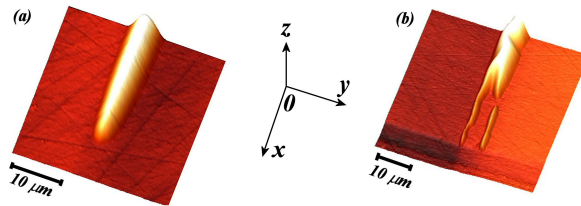


FIG. 2.9 – Films de nickel de 150 nm d'épaisseur déposés sur substrat de LiF déformés plastiquement à  $-2\%$ . Images AFM de cloques se propageant au niveau du gradient d'épaisseur montrant (a) l'évolution de la largeur des rides en fonction de l'épaisseur et (b) les discontinuités pouvant apparaître du fait de la rugosité du substrat et du film.

## 2.3 Modélisation dans le cadre de la théorie de FvK

Le rapport des modules d'Young étant tel que  $E_f/E_s < 5$ , l'effet de l'élasticité du substrat décrite au chapitre précédent peut être négligé [42, 45, 47]. De plus, les mesures sont réalisées post-mortem, de manière à s'affranchir de la partie élastique de la déformation du substrat.

### 2.3.1 Équations d'équilibre et conditions aux limites

Dans l'état initial, le film est plan et isotrope :  $\bar{\sigma}_{xy}^0 = 0$  et  $\bar{\sigma}_{xx}^0 = \bar{\sigma}_{yy}^0 = -\sigma_0$ . Comme dans le cas classique, le film est supposé être initialement décollé sur une largeur  $2b$ , définie entre  $y = -b$  et  $y = b$ . L'épinglage des dislocations à l'interface impose alors des déplacements sur les bords de cette zone correspondant aux déplacements de la surface du substrat. L'évolution du film est modélisée en considérant que la marche induit uniquement des déplacements en  $y = b$ . Ces déplacements imposés correspondent à la hauteur de la marche  $H$  suivant l'axe ( $Oz$ ) ( $w(b) = H$ ) et  $\Delta\bar{v}(b) = -H/\tan\theta$  suivant l'axe ( $Oy$ ). La figure 2.10 montre l'évolution du système au cours de la déformation.

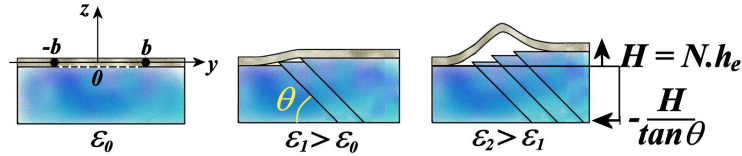


FIG. 2.10 – Schémas représentant l'évolution d'une zone délaminiée du film de largeur initiale  $2b$ , lors de la déformation du substrat.

Comme dans le cas de la colonne d'Euler, le substrat est considéré comme étant infiniment rigide, imposant la condition  $w(y) \geq 0$ . Aucune rotation n'étant possible sur les bords, on a donc également  $w'(\pm b) = 0$ . Les conditions aux limites s'écrivent finalement

$$\Delta\bar{u}(y) = 0 \quad (2.1)$$

$$\Delta\bar{v}(y = -b) = 0 \quad (2.2)$$

$$\Delta\bar{v}(y = b) = -\frac{H}{\tan\theta}, \quad (2.3)$$

$$w(y) \geq 0 \quad (2.4)$$

$$w(-b) = 0 \quad (2.5)$$

$$w(b) = H \quad (2.6)$$

$$w'(y)_{y=\pm b} = 0. \quad (2.7)$$

De part la forme rectiligne des structures observées suivant l'axe ( $Ox$ ), les déplacements  $\Delta\bar{v}$  et  $w$  sont indépendants de  $x$ . Les déformations dans le plan moyen du film s'écrivent alors (annexe A)

$$e_{xx} = \frac{1}{E}(\bar{\sigma}_{xx} - \nu_f \bar{\sigma}_{yy}) = -\frac{1 - \nu_f}{E} \sigma_0 \quad (2.8)$$

$$e_{yy} = \frac{1}{E}(\bar{\sigma}_{yy} - \nu_f \bar{\sigma}_{xx}) = -\frac{1 - \nu_f}{E} \sigma_0 + \frac{\partial \Delta\bar{v}}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2. \quad (2.9)$$

L'eq.(2.8) permet d'écrire  $\bar{\sigma}_{xx}$ , en fonction de  $\bar{\sigma}_{yy}$

$$\bar{\sigma}_{xx} = -(1 - \nu_f) \sigma_0 + \nu_f \bar{\sigma}_{yy}. \quad (2.10)$$

L'Eq.(2.9) s'écrit alors

$$\frac{1 - \nu_f^2}{E} (\bar{\sigma}_{yy} + \sigma_0) = \frac{\partial \Delta\bar{v}}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2. \quad (2.11)$$

L'intégration de cette équation entre  $+b$  et  $-b$  conduit à l'équation de suivante

$$\frac{1}{2} \int_{-b}^b \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 dy = 2b \frac{1 - \nu_f^2}{E} (\bar{\sigma}_{yy} + \sigma_0) + \frac{H}{\tan \theta}. \quad (2.12)$$

L'Eq. (2.11) permet également d'accéder à l'expression du déplacement horizontal

$$\Delta\bar{v}(y) = -\frac{1}{2} \int \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 dy + \frac{1 - \nu_f^2}{E} (\bar{\sigma}_{yy} + \sigma_0) y. \quad (2.13)$$

Le film étant initialement en compression, on a  $\sigma_0 > 0$ . Les tests induisant une augmentation de la contrainte, on a également  $\bar{\sigma}_{yy} = -\sigma_0 + \Delta\bar{\sigma}_{yy} < 0$ . Comme dans le cas de la colonne d'Euler, l'équation de FvK est alors donnée par [8]

$$\frac{\partial^4 w}{\partial y^4} + \alpha^2 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} = 0 \quad (2.14)$$

avec

$$\alpha^2 = h \frac{\sigma_0 - \Delta\bar{\sigma}_{yy}}{D}. \quad (2.15)$$

Dans le cas de la formation d'une marche sous le film, la solution plane ne vérifie plus la condition  $w(b) = H$ . Nous étudierons donc par la suite la nouvelle solution fondamentale non plane, ainsi que la solution flambée.

### 2.3.2 Détermination des solutions d'équilibre du film

La solution générale de l'Eqs.(2.14) est donnée par

$$w(y) = c_1 \sin \alpha y + c_2 \cos \alpha y + c_3 y + c_4. \quad (2.16)$$

Les conditions imposées sur  $w(y)$  (Eqs.(2.5), (2.6) et (2.7)) permettent d'obtenir un système de quatre équations, qui s'écrit après simplifications

$$2\alpha c_2 \cos \alpha b + 2c_4 = H \quad (2.17)$$

$$2\alpha c_1 \sin \alpha b + 2c_3 b = H \quad (2.18)$$

$$c_1 \alpha \cos \alpha b + c_3 = 0 \quad (2.19)$$

$$c_2 \alpha \sin \alpha b = 0. \quad (2.20)$$

Deux solutions sont alors possibles.

#### Première solution

En prenant  $c_2 = 0$ , on obtient la première solution dont la flèche est donnée par la relation suivante

$$w_1(y) = \frac{H}{2} \left( \frac{\sin \alpha y - \alpha y \cos \alpha b}{\sin \alpha b - \alpha b \cos \alpha b} + 1 \right). \quad (2.21)$$

Cette relation n'est admissible que lorsque son dénominateur est non nul. Cette condition implique que  $\alpha$  soit différent de  $\alpha_n = (1, 4303 + n + \delta_n)\pi/b$ , avec  $\delta_n$  tel que  $\tan(\alpha b) = \alpha b$  ( $n \in N$ ). L'équation de compatibilité (Eq.(2.12)) s'écrit alors

$$\frac{\alpha H^2}{16} \frac{2\alpha b \cos 2\alpha b - 3 \sin 2\alpha b + 4\alpha b}{(\sin \alpha b - \alpha b \cos \alpha b)^2} = 2b \frac{1 - \nu_f^2}{E} \sigma_0 - \frac{b}{6} h^2 \alpha^2 + \frac{H}{\tan \theta}. \quad (2.22)$$

L'Eq.(2.22) permet de déterminer le paramètre  $\alpha$ . Cette équation étant difficile à résoudre analytiquement, les valeurs possibles de  $\alpha$  sont déterminées graphiquement. On observe que le nombre de solutions augmente avec le rapport  $H/b$ . Le déplacement  $w_1(y)$  associé à chaque valeur de  $\alpha$  est tracé sur la figure 2.11, pour un rapport  $H/b = 0,05$  à titre d'exemple. Lorsque  $\alpha$  augmente, on observe que le profil de la cloque devient multi-oscillant. L'Eq.(2.15) permet de calculer la valeur de la contrainte  $\bar{\sigma}_{yy}$  pour chacune de ces solutions. On remarque alors que le nombre d'oscillations augmente avec la contrainte. La solution la plus favorable sera donc celle ayant la plus petite valeur de  $\alpha$ . Nous ne nous intéresserons par la suite qu'à cette solution.

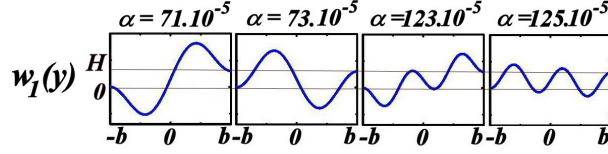


FIG. 2.11 – Courbes représentatives des premières solutions de  $w_1$ , pour un rapport  $H/b = 0,05$  et  $\sigma_0 = 2,5$  GPa (à titre d'exemple). Les valeurs de  $\alpha$  associées sont données en  $\text{nm}^{-1}$ .

L'Eq. (2.13) permet d'obtenir l'expression du déplacement transversal

$$\begin{aligned} \Delta \bar{v}_1(y) &= \rho(b-y) \\ &+ \frac{H^2 \alpha (8 \cos ab \sin \alpha y - \sin 2\alpha y - 3 \sin 2\alpha b)}{32(\sin ab - \alpha b \cos ab)^2} - \frac{H}{\tan \theta}, \end{aligned} \quad (2.23)$$

avec

$$\rho = \frac{h^2 \alpha^2}{12} - \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \sigma_0 + \frac{H^2 \alpha^2 (2 + \cos 2\alpha b)}{16(\sin ab - \alpha b \cos ab)^2}. \quad (2.24)$$

Le profil du film est finalement donné par la courbe paramétrique d'équation  $(y + \Delta \bar{v}_1(y), w_1(y))$ . Ce profil est tracé sur la fig. 2.12 pour différentes valeurs de  $H$ . On observe que pour des valeurs de  $H$  inférieures à une valeur critique  $H_c$  ( $H_1$  sur la fig. 2.12), le profil semble suivre celui de la marche. Par contre, lorsque  $H$  est supérieure à  $H_c$  ( $H_2$  sur la fig. 2.12),  $w_1(y)$  devient négatif, ce qui n'est pas physiquement acceptable du fait de la présence du substrat (Eq. (2.4)).

La valeur particulière  $H_c$  est associée à une valeur critique du paramètre  $\alpha$ , notée  $\alpha_c$ . Afin de déterminer  $\alpha_c$ , il est utile de remarquer que  $w_1(y)$  est susceptible de prendre des valeurs négatives lorsque sa dérivée seconde est négative en  $y = -b$ . On détermine donc la valeur  $\alpha_c$  en résolvant l'équation

$$\left. \frac{\partial^2 w_1}{\partial y^2} \right)_{y=-b} = 0. \quad (2.25)$$

On obtient alors  $\alpha_c = \pi/b$  et l'Eq. (2.22) permet de déterminer la valeur critique  $H_c$  associée

$$H_c = \frac{4b}{3 \tan \theta} - \frac{2}{3} \sqrt{\frac{12b^2(1 - \nu_f^2)}{E_f} \sigma_0 - h^2 \pi^2 + \frac{4b^2}{\tan^2 \theta}}. \quad (2.26)$$

En particulier, cette hauteur critique diminue lorsque  $\sigma_0$  augmente. Lorsque  $H > H_c$ , la solution fondamentale  $w_1$  n'est plus acceptable du fait de la présence du substrat. Cette grandeur joue donc un rôle très important dans l'étude du phénomène de cloquage sur substrats cristallins.

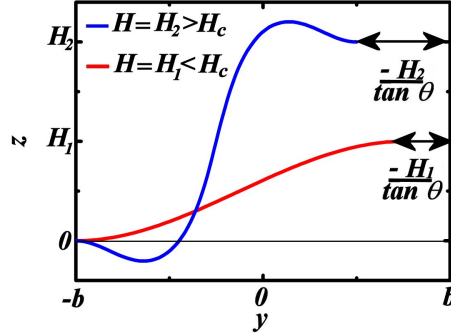


FIG. 2.12 – Courbes représentatives du profil théorique  $(y + \Delta\bar{v}_1(y), w_1(y))$  d'une plaque soumise à des déplacements en  $y = b$ . Profils obtenus pour deux valeurs de  $H$  telles que  $H_1 = 2H_2$ . Lorsque  $H$  est supérieure à la valeur critique  $H_c$ , ce profil prend des valeurs négatives.

### Seconde solution

La seconde solution correspond à la solution flambée. Elle est obtenue pour  $\alpha = n\pi/b$ , avec  $n$  le nombre d'ondulations de la cloque. Lors de nos observations,  $n = 1$ ; on a donc  $\alpha = \alpha_c = \pi/b$ . Il est remarquable de constater que la solution flambée devient favorable au point critique défini précédemment, au delà duquel la solution fondamentale n'est plus physiquement acceptable. La solution flambée est alors donnée par

$$w_{step}(y) = \frac{H}{2} \left( \frac{1}{\pi} \sin \frac{\pi}{b} y + \frac{y}{b} + 1 \right) + c_2 \left( 1 + \cos \frac{\pi}{b} y \right), \quad (2.27)$$

$c_2$  restant à déterminer. On remarque que lorsque  $H = 0$ ,  $w_{step}(0) = 2c_2 = \delta$ , avec  $\delta$  la déflexion maximale de la colonne d'Euler (Eq.(1.28)). On pose donc  $2c_2 = w_m$ .

Dans le cas où  $\alpha = \pi/b$ , on obtient  $\bar{\sigma}_{yy} = -\sigma_c$ , avec

$$\sigma_c = \frac{\pi^2}{12} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \left( \frac{h}{b} \right)^2. \quad (2.28)$$

Cette contrainte correspond à la contrainte critique d'Euler [8] déterminée au chapitre précédent (Eq. (1.19)). La contrainte dans la partie flambée est donc la même, que la cloque soit sur une marche ou non. La variation de contrainte entre l'état initial et l'état cloqué est ainsi donnée par  $\Delta\bar{\sigma}_{yy} = \sigma_0 - \sigma_c$ . L'équation de compatibilité (Eq. (2.12)) se réécrit alors sous la forme

$$\frac{3H^2 + \pi^2 w_m^2}{8b} = \frac{2b}{E_f} (1 - \nu_f^2) (\sigma_0 - \sigma_c) + \frac{H}{\tan \theta}. \quad (2.29)$$

Cette équation permet de déterminer l'expression de  $w_m$

$$w_m = h \sqrt{\frac{4}{3} \frac{\sigma_0}{\sigma_c} - \frac{3H^2}{\pi^2 h^2} + \frac{8Hb}{\pi^2 h^2 \tan \theta}}. \quad (2.30)$$

Cette grandeur physique devant être réelle, il existe une valeur critique de  $H$  à partir de laquelle le film peut cloquer ( $w_m \geq 0$ ). On retrouve alors la valeur critique  $H_c$  obtenue précédemment Eq.(2.26). Lorsque  $\sigma_0 = \sigma_c$ , le critère de cloquage est donné par  $H_c = 0$  (cas de la colonne d'Euler). Cette valeur critique se réécrit en utilisant l'Eq. (2.28)

$$H_c = \frac{4b}{3 \tan \theta} - \frac{2}{3} \sqrt{h^2 \pi^2 \left( \frac{\sigma_0}{\sigma_c} - 1 \right) + \frac{4b^2}{\tan^2 \theta}}. \quad (2.31)$$

Le critère de cloquage  $H > H_c$  peut également s'exprimer en terme de contrainte. La valeur critique de  $\sigma_0$ , notée  $\sigma_c^{step}$ , est alors donnée par

$$\sigma_c^{step}(H) = \sigma_c \left[ 1 - \frac{3}{\pi^2} \left( \frac{2H}{b \tan \theta} - \frac{3H^2}{4b^2} \right) \left( \frac{b}{h} \right)^2 \right]. \quad (2.32)$$

Le critère  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$  n'est qu'une simple réécriture de l'équation  $|\bar{\sigma}_{yy}(H)| \geq \sigma_c$ ,  $|\bar{\sigma}_{yy}(H)|$  augmentant avec  $H$  avant cloquage.

L'Eq.(2.32) permet de réécrire  $w_m$  sous une forme simplifiée

$$w_m = h \sqrt{\frac{4}{3} \frac{\sigma_0 - \sigma_c^{step}}{\sigma_c}}. \quad (2.33)$$

Il est à noter que  $w_m$  ne correspond pas à la déflexion maximale. Cette dernière est donnée par  $w_{max}$  et sera définie plus loin.

Finalement, la forme de la solution flambée est donnée par

$$w_{step}(y) = \frac{H}{2} \left( \frac{1}{\pi} \sin \frac{\pi}{b} y + \frac{y}{b} + 1 \right) + \frac{w_m}{2} \left( 1 + \cos \frac{\pi}{b} y \right). \quad (2.34)$$

Cette équation est la somme de deux termes, le premier prenant en compte l'effet de la marche et le second le flambage. L'expression donnant le dépla-

cement suivant ( $Oy$ ) s'écrit quant à lui (Eq. (2.13))

$$\begin{aligned} \Delta \bar{v}_{step}(y) = & \frac{1}{32b^2 E_f \pi} \\ & \left( -2E_f \pi (3bH^2 + 3bHw_m + b\pi^2 w_m^2 + 3H^2 y + \pi^2 w_m^2 y) \right. \\ & + 32b^2 \pi (b+y)(1-\nu_f^2)(\sigma_0 - \sigma_c) \\ & - 2bHE_f \pi w_m \left( 4 \cos \frac{\pi y}{b} + \cos \frac{2\pi y}{b} \right) \\ & \left. - 8bH^2 E_f \sin \frac{\pi y}{b} + bE_f (\pi^2 w_m^2 - H^2) \sin \frac{2\pi y}{b} \right). \end{aligned} \quad (2.35)$$

Le profil de la cloque, donné par  $(y + \Delta \bar{v}_{step}(y), w_{step}(y))$ , est tracé sur la fig. 2.13. Cette courbe est en accord avec les profils expérimentaux, d'aspect sinusoïdale avec des bords décalés d'une hauteur  $H$ .

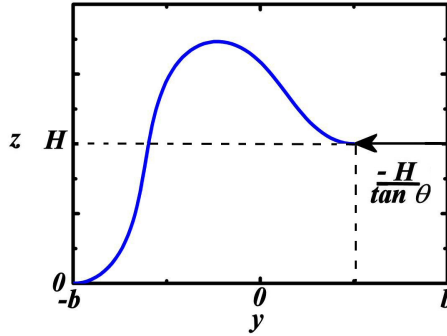


FIG. 2.13 – Courbe représentative du profil de la solution flambée donnée par  $(y + \Delta \bar{v}_{step}(y), w_{step}(y))$ , pour un film soumis à des déplacements en  $y = b$ .

En conclusion, la solution  $w_1(y)$  n'est possible que lorsque  $H \leq H_c$ , et la solution flambée  $w_{step}(y)$  est la seule qui soit physiquement possible pour  $H > H_c$ . La hauteur  $H_c$  apparaît alors comme une valeur critique à double titre. Il n'existe donc qu'une seule et unique solution pour un  $H$  donné alors que les solutions plane et flambée coexistent pour  $\sigma_0 > \sigma_c$  dans le cas classique de la colonne d'Euler.

## 2.4 Discussion

Le cas du film non flambé faisant intervenir des problèmes d'adhésion, il sera traité dans le chapitre suivant. On ne s'intéressera ici qu'au cas où le film est flambé.

### 2.4.1 Localisation des structures de cloquage

Les observations expérimentales montrent une localisation des structures de cloquage, au niveau des zones d'émergence des dislocations à l'interface film/substrat. Ce phénomène est particulièrement bien visible sur le film de 20 nm d'épaisseur (fig. 2.14).

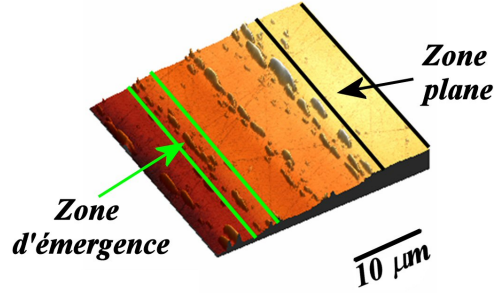


FIG. 2.14 – Film de nickel de 20 nm d'épaisseur déposé sur substrat de LiF. Mise en évidence de la localisation des structures de cloquage au niveau des marches.

Au niveau des marches, le critère de cloquage est donné par  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$ . Par contre, au niveau des zones planes, la contrainte  $\sigma_0$  doit être supérieure à la contrainte critique d'Euler  $\sigma_c$  pour que le film flambe ( $\sigma_c^{step}(0) = \sigma_c$ ). Ainsi, lorsque  $\sigma_c^{step}$  est inférieure à  $\sigma_c$ , le cloquage est préférentiel au niveau des marches. La condition  $\sigma_c^{step} < \sigma_c$  est obtenue lorsque le rapport  $H \tan \theta / b$  vérifie la condition (Eq. (2.32))

$$\frac{H \tan \theta}{b} \leq \frac{8}{3} \quad (2.36)$$

Dans le cas d'un substrat de LiF, l'angle d'émergence des dislocations est tel que  $\tan \theta = 1$ . L'Eq. (2.36) s'écrit alors  $H/b \leq 8/3$ . Expérimentalement, on observe que  $H/b < 1/10 \ll 8/3$ . La formation des cloques est donc toujours plus favorable au niveau des marches que dans les zones restées planes, expliquant la localisation mise en évidence expérimentalement.

De manière plus générale, l'angle  $\theta$  peut varier en fonction de la cristallographie du substrat et de l'orientation de l'axe de sollicitation. Il peut alors être intéressant de déterminer une valeur critique de cet angle à partir de laquelle le cloquage s'effectue préférentiellement au niveau des zones planes ( $\sigma_c < \sigma_c^{step}$ , pour  $\theta > \theta_c$ ). Cette valeur critique est donnée par

$$\theta_c = \arctan \frac{8b}{3H}. \quad (2.37)$$

Lors du cloquage des films au niveau des marches, on observe que le rapport  $H/b$  varie peu du fait du délaminage de l'interface en cours de déformation.

Cet effet sera abordé plus en détail lors chapitre suivant. De part le processus de délaminage du film, il peut être raisonnablement supposé que le rapport  $H/b$  maximal varie peu avec la nature du film et du substrat et que ce dernier n'excède pas  $1/10$  (l'effet de l'adhésion sera abordé plus en détails lors du prochain chapitre). La valeur de  $\theta_c$  est alors égale à  $87,85^\circ$ . Dans la majorité des structures cristallines, le système de glissement primaire (ayant le facteur de Schmidt maximal) est tel que l'angle  $\theta$  ne dépasse pratiquement jamais  $60^\circ$ . Quel que soit le matériau et l'axe de compression, le cloquage des films minces déposés sur substrat cristallin est par conséquent toujours favorisé dans les zones où les dislocations émergent à l'interface<sup>2</sup>.

L'unique paramètre de contrôle du phénomène est donc la hauteur de la marche  $H$ . La localisation des contraintes au niveau des marches implique qu'un film déposé sur un substrat cristallin est plus susceptible de cloquer qu'un film déposé sur un substrat amorphe, pour des taux de déformation globale identiques.

## 2.4.2 Comparaison entre profils théorique et expérimental

Les profils expérimental et théorique d'une ride sont tracés sur la fig. 2.15, pour les paramètres suivants :  $h = 150$  nm,  $H = 298$  nm,  $b = 6,244$   $\mu\text{m}$  et  $\sigma_0 = 1,3$  GPa. On observe une bonne corrélation entre le modèle et l'expérience, malgré un léger écart entre les déflexions maximales. Cette différence est imputable aux effets élastiques mis en évidence lors du chapitre précédent.

A partir des Eqs. (2.28) et (2.32), on obtient la contrainte critique d'Euler  $\sigma_c = 0,105$  GPa. La contrainte critique au niveau de la marche est donnée par  $\sigma_c^{step} = -5,087$  GPa. La valeur négative de  $\sigma_c^{step}$  signifie qu'un film initialement en tension ( $\sigma_0 < 0$ ) aurait également cloqué sous l'effet de l'émergence des dislocations à l'interface film/substrat. La hauteur critique  $H_c$  à partir de laquelle le film est susceptible de cloquer (Eq. (2.31)) est donnée par  $H_c = -222$  nm. Cette valeur négative de  $H$  s'explique par le fait que  $\sigma_0 > \sigma_c$ . Un film initialement délaminé aurait cloqué de manière spontanée. Cet effet de l'adhésion sera abordé plus en détails dans le chapitre suivant.

Enfin, la bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et théoriques permet un éclairage nouveau concernant l'hypothèse de départ impliquant un blocage des dislocations au niveau de l'interface film/substrat. Un cisaille-

---

<sup>2</sup>On a étudié ici le cas d'une géométrie classique de l'échantillon (*i.e.* une surface parallèle à l'axe de compression) mais il est possible d'imaginer des configurations plus complexes où l'angle d'émergence serait de  $90^\circ$ , aboutissant ainsi au retard du processus de cloquage.

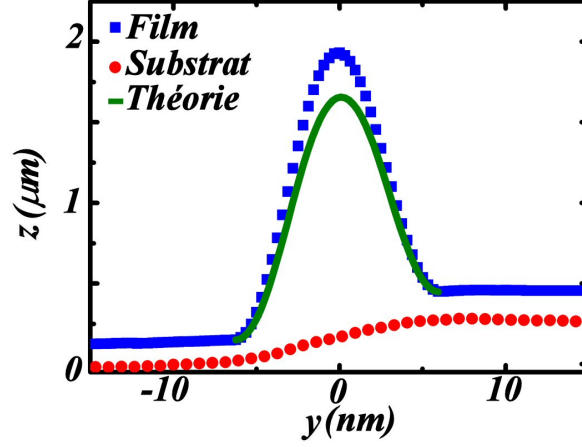


FIG. 2.15 – Film de nickel de 150 nm d'épaisseur déposé sur un mono-cristal de LiF, déformé à  $-2\%$ . Superposition des profils AFM et théorique de la structure cloquée. Le profil de la marche réalisé sur la partie non recouverte de l'échantillon est également représenté.

ment du film par les dislocations aurait induit une relaxation importante des contraintes, et par conséquent une déflexion maximale expérimentale plus faible que la déflexion théorique (à l'inverse de nos observations).

### 2.4.3 Asymétrie des structures de cloquage

Il est expérimentalement observé que les rides ont un profil asymétrique (*c.f.* fig.2.15) : le maximum de la déflexion n'est pas situé au milieu de la structure. Dans l'état final, la demi-largeur de la ride est donnée par

$$b^* = b - \frac{H}{2 \tan \theta}. \quad (2.38)$$

Les mesures expérimentales étant réalisées après cloquage, on mesure en réalité la largeur  $2b^*$ . La largeur initiale  $2b$  de la zone étudiée est déduite à partir de cette mesure. Par exemple, sur la fig. 2.15, on mesure  $b^* = 6,095 \mu\text{m}$ , ce qui permet de déterminer  $b = 6,244 \mu\text{m}$ .

Afin de quantifier cette asymétrie, on définit un nouvel axe des abscisses noté  $(O^*y^*)$ ,  $y^*$  variant entre  $-b^*$  et  $b^*$  (fig. 2.16). Le maximum de la déflexion, donnée par  $w_{max} = w_{step}(y_{max})$ , est ainsi localisé au point  $y_{max} + \Delta \bar{v}_{step}(y_{max})$ . L'abscisse  $y_{max}$  du point associé la déflexion maximale après flambage est donnée par

$$y_{max} = \frac{b}{\pi} \arccos\left(\frac{w_m^2 \pi^2 - H^2}{w_m^2 \pi^2 + H^2}\right). \quad (2.39)$$

La déflexion maximale de la ride s'écrit alors

$$w_{max} = w_m + \frac{H}{2} \left( 1 + \frac{y_{max}}{b} \right). \quad (2.40)$$

L'abscisse de  $w_{max}$  dans le repère final ( $y^*O^*z$ ) est notée  $\lambda^*$  (fig. 2.16)

$$\lambda^* = b - b^* + y_{max} + \Delta \bar{v}_{step}(y_{max}) \quad (2.41)$$

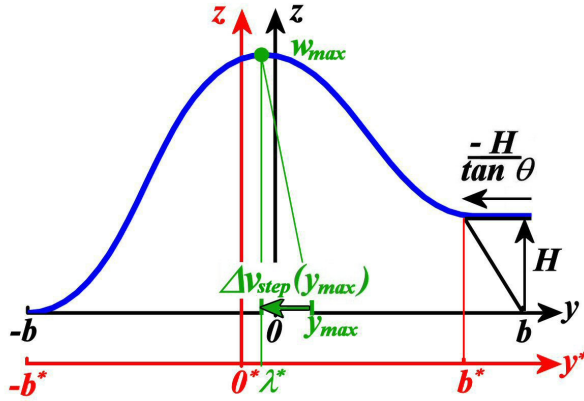


FIG. 2.16 – Représentation de la solution cloquée et explication des différentes notations utilisées. Comparaison entre les deux systèmes de coordonnées  $(y, z)$  et  $(y^*, z)$ .

L'évolution des rapports  $\lambda^*/b^*$  expérimentaux et théoriques, en fonction de  $H$ , sont représentées sur la figure 2.17. On observe que ce paramètre d'asymétrie augmente de manière continue avec  $H$ . La déflexion maximale est donc toujours décalée du côté de la marche. Cette asymétrie apparaît alors comme un paramètre caractéristique des structures de flambage sur substrats cristallins. Il est à noter que la forte incertitude expérimentale est liée au traitement numérique et à la faible résolution de l'AFM dans le plan d'observation (annexe B). Un accord relatif est néanmoins visualisé entre expérience et théorie.

Le sens de l'asymétrie s'inverse en théorie lorsque  $H \geq b/2$ . Comme nous le verrons lors du prochain chapitre, de telles valeurs de  $H/b$  supposent cependant des énergies d'adhésion extrêmement élevées, peu probables dans le cas de films minces.

## 2.5 Généralisation du problème

Jusqu'à présent, nous nous sommes intéressés au cas d'un film initialement en compression. Ce dernier était soumis à des déplacements imposés par

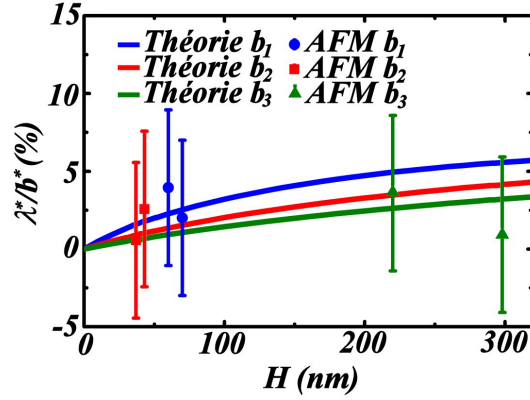


FIG. 2.17 – Comparaison entre les valeurs expérimentale et théorique du paramètre d'asymétrie  $\lambda^*/b^*$  (en %) en fonction de  $H$ , pour différentes cloques observées sur un film de nickel de 150 nm d'épaisseur, déposé sur substrat de LiF ( $b_1 = 2315$  nm,  $b_2 = 4193$  nm et  $b_3 = 6363$  nm).

l'émergence des dislocations induite lors de l'activation d'un seul système de glissement. La résolution analytique réalisée permet cependant d'étudier le rôle de la plasticité du substrat sur le comportement mécanique du film de manière beaucoup plus générale.

### 2.5.1 Cas où plusieurs systèmes de glissement sont activés

Lors de la déformation plastique d'un monocristal, plusieurs systèmes de glissement peuvent être activés. Ces systèmes forment alors des marches d'orientations différentes. Dans le cas où plusieurs systèmes sont activés sous une même cloque, il est nécessaire de modifier les conditions aux limites en  $y = +b$  (Eqs. (2.3) et (2.6)), qui s'écrivent alors

$$\Delta \bar{v}_{nstep}(+b) = - \sum_i \frac{H_i^m}{\tan \theta_i} - \sum_j \frac{H_j^d}{\tan \theta_j}, \quad (2.42)$$

$$w_{nstep}(+b) = \sum_i H_i^m - \sum_j H_j^d, \quad (2.43)$$

avec  $H_i^m$  la hauteur de la marche "montante" associée au système de glissement  $i$  et  $H_j^d$  la hauteur de la marche "descendante" associée au système de glissement  $j$ . La mesure expérimentale de la hauteur des marches doit alors se faire sur la partie non recouverte de l'échantillon afin de déterminer

$\Delta\bar{v}_{step2}(b)$ . Les calculs se font alors sans difficulté majeure comme dans le cas précédent.

Dans le cas des substrats de LiF étudiés, deux systèmes de glissement symétriques (*i.e.* ayant une même valeur de  $\theta$ ) peuvent être activés (*c.f.* fig. 2.2). La fig. 2.18 montre le cas où ces deux systèmes de glissement sont activés sous une même cloque ;  $H_1$  étant la hauteur de la marche montante, associée aux dislocations de vecteurs de Burgers  $a/2[0\bar{1}1]$ , et  $H_2$  de la marche descendante, associée aux dislocations de vecteurs de Burgers  $a/2[011]$ . Les conditions aux limites en  $y = +b$  s'écrivent alors  $\Delta\bar{v}_{2step}(+b) = -(H_1 + H_2)/(\tan \theta)$  et  $w_{2step}(+b) = H_1 - H_2$ . La largeur des rides étant proportionnelle à l'épais-

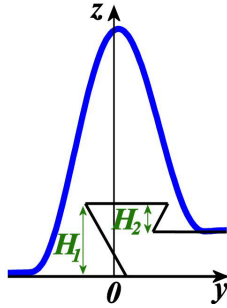


FIG. 2.18 – Schéma représentant une cloque formée suite à l'activation de deux systèmes de glissements symétriques.

seur des films, des expériences sur des films très épais sont en cours afin d'observer ce phénomène.

## 2.5.2 Cas d'un test de traction

Jusqu'à présent, nous nous sommes intéressés au cas d'un film initialement sous contrainte de compression, soumis à un test de compression. Dans le cas général où l'on ne fait pas d'hypothèse particulière sur le signe de la contrainte, deux nouvelles solutions sont alors possibles : le cas où le film est non contraint au niveau de la marche ( $\bar{\sigma}_{yy} = 0$ ) et le cas où le film est en tension ( $\bar{\sigma}_{yy} > 0$ ). Ces solutions sont notamment obtenues dans le cas de films déposés sous contrainte de tension. Cependant, lors de nos études,  $\sigma_0 > 0$ . Il faut alors que  $H$  soit négatif pour que ces solutions soient observées. Expérimentalement, cela correspond à un test de traction ; le déplacement vertical induit par la marche en  $y = +b$  se fait alors vers le bas, comme représentée sur la fig. 2.19. Le paramètre  $H$  apparaît comme une grandeur scalaire, égale à  $N.h_e$  en compression et à  $-N.h_e$  en traction ( $N$  étant le nombre de dislocations émergeant à l'interface et  $h_e$  la hauteur d'une marche

élémentaire). Il est important de noter que l'angle de glissement  $\theta$  est par convention compris entre  $0 < \theta \leq 90^\circ$ .

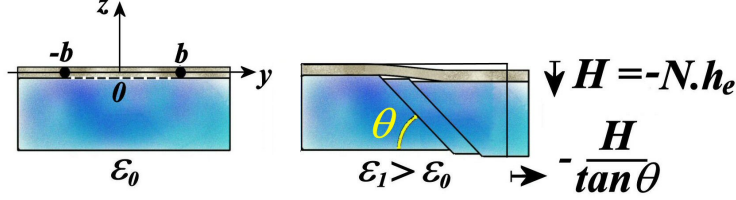


FIG. 2.19 – Schémas représentant l'évolution d'un échantillon lors d'un test de traction. Par convention,  $\theta$  est compris entre  $0 < \theta \leq 90^\circ$  et  $H$  est défini de manière algébrique.

La résolution de ces deux problèmes fait l'objet des parties suivantes. Dans un premier temps, on s'intéressera uniquement au cas où le film est initialement en compression  $\sigma_0 > 0$ , avec  $H < 0$ . Dans un second temps, le modèle sera généralisé au cas d'un film initialement en tension.

### Cas d'un film totalement relaxé au niveau de la marche

Dans ce cas de figure, la déformation induite par la marche annule  $\bar{\sigma}_{yy}$ . L'équation de FvK s'écrit simplement

$$\frac{\partial^4 w}{\partial y^4} = 0. \quad (2.44)$$

La solution générale de cette équation est donnée par

$$w_{nul}(y) = c_1 y^3 + c_2 y^2 + c_3 y + c_4. \quad (2.45)$$

Les constantes  $c_i$  sont déterminées en utilisant les conditions aux limites (Eqs. (2.5) à (2.7)). Cette solution s'écrit

$$w_{nul}(y) = \frac{H}{2} \left( -\frac{y^3}{2b^3} + \frac{3y}{2b} + 1 \right). \quad (2.46)$$

La contrainte  $\bar{\sigma}_{yy}$  étant nulle, l'équation de compatibilité (Eq. (2.12)) se réécrit sous la forme

$$\frac{3H^2}{10b} = 2b \frac{1 - \nu_f^2}{E} \sigma_0 + \frac{H}{\tan \theta}. \quad (2.47)$$

Cette équation permet d'obtenir la valeur particulière de  $H$ , notée  $H_0$ , correspondant à une contrainte  $\bar{\sigma}_{yy}$  nulle dans le film. Cette hauteur limite est donnée par

$$H_0 = \frac{5b}{3 \tan \theta} - \sqrt{\frac{20}{3E}(1 - \nu_f^2)\sigma_0 b^2 + \left(\frac{5b}{3 \tan \theta}\right)^2}. \quad (2.48)$$

La condition de validité de la solution  $w_{nul}(y)$ , donnée par  $H = H_0$ , peut également s'exprimer en terme de contrainte. Un film, sur une marche de hauteur  $H$ , sera non contraint si  $\sigma_0 = \Sigma_0$  avec

$$\Sigma_0(H) = \frac{E}{1 - \nu_f^2} \left[ -\frac{1}{2 \tan \theta} \frac{H}{b} + \frac{3}{20} \left(\frac{H}{b}\right)^2 \right]. \quad (2.49)$$

La contrainte  $\Sigma_0$  augmente lorsque  $|H|$  augmente. Ainsi, plus un film est initialement comprimé, plus la marche doit être "basse" pour relaxer la contrainte  $\sigma_0$ . L'Eq. (2.13) permet de déterminer la variation de déplacement transversal

$$\Delta \bar{v}_{nul}(y) = -\frac{3H^2}{160b} \left[ 3 \left(\frac{y}{b}\right)^5 - 10 \left(\frac{y}{b}\right)^3 + 7 \frac{y}{b} \right] - \frac{H}{2 \tan \theta} \left(\frac{y}{b} + 1\right). \quad (2.50)$$

La courbe correspondant au profil théorique  $(y + \Delta \bar{v}_{nul}(y), w_{nul}(y))$  est tracée sur la fig. 2.20. Ce profil correspond à un film qui tend à suivre au mieux la marche sous-jacente. La largeur est augmentée de  $|H/\tan \theta|$  par rapport à l'état initial de largeur  $2b$ .

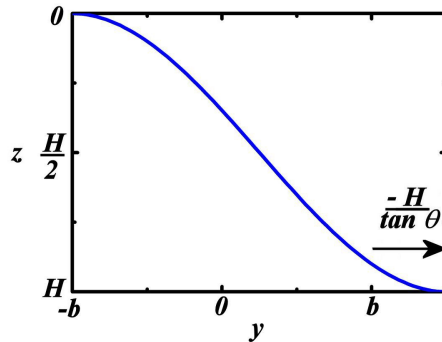


FIG. 2.20 – Courbe représentative du profil  $(y + \Delta \bar{v}_{nul}(y), w_{nul}(y))$  d'un film dont la contrainte  $\bar{\sigma}_{yy}$  est nulle après un test de traction ( $H < 0$ ).

### Cas d'un film sollicité en tension

Dans ce cas de figure  $\bar{\sigma}_{yy} > 0$  et  $H < H_0$  ( $\sigma_0 < \Sigma_0$ ). L'équation de FvK s'écrit

$$\frac{\partial^4 w}{\partial y^4} - \gamma^2 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} = 0 \quad (2.51)$$

avec

$$\gamma^2 = h \frac{\Delta \bar{\sigma}_{yy} - \sigma_0}{D}, \quad (2.52)$$

et

$$\bar{\sigma}_{yy} = \Delta \bar{\sigma}_{yy} - \sigma_0. \quad (2.53)$$

La solution générale de cette équation est donnée par

$$w_{tension}(y) = c_1 e^{\gamma y} + c_2 e^{-\gamma y} + c_3 y + c_4. \quad (2.54)$$

Après détermination des constantes  $c_i$  en utilisant les conditions aux limites (Eqs. (2.5) à (2.7)), l'expression de la flèche est donnée par

$$w_{tension}(y) = \frac{H}{2} \left[ \frac{1}{1 + \gamma b + (\gamma b - 1)e^{2\gamma b}} \left( e^{\gamma(b-y)} - e^{\gamma(b+y)} + \gamma(1 + e^{2\gamma b})y \right) + 1 \right]. \quad (2.55)$$

L'équation de compatibilité (Eq. (2.12)), se réécrit alors en fonction de  $\gamma$ ,

$$\frac{\gamma H^2}{16} \frac{2\gamma b \cosh 2\gamma b - 3 \sinh 2\gamma b + 4\gamma b}{(\sinh \gamma b - \gamma b \cosh \gamma b)^2} = 2b \frac{1 - \nu_f^2}{E} \sigma_0 + \frac{b}{6} h^2 \gamma^2 + \frac{H}{\tan \theta}. \quad (2.56)$$

Cette équation permet de déterminer  $\gamma$  par résolution graphique. L'expression du déplacement transversal s'écrit (Eq. (2.13))

$$\Delta \bar{v}_{tension}(y) = - \frac{A^2 H^2}{8} \left[ -\zeta_1 \left( e^{\gamma y} + e^{\gamma b} - e^{-\gamma y} - e^{-\gamma b} \right) + \zeta_2 \left( e^{2\gamma y} + e^{2\gamma b} - e^{-2\gamma y} - e^{-2\gamma b} \right) \right] + \zeta_3 (y + b), \quad (2.57)$$

avec

$$\begin{aligned} A &= \frac{1}{1 + \gamma b + (\gamma b - 1)e^{2\gamma b}}, & B &= \gamma \left( 1 + e^{2\gamma b} \right) \\ \zeta_1 &= 2B e^{\gamma b}, & \zeta_2 &= \frac{\gamma e^{2\gamma b}}{2}, \\ \zeta_3 &= \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \left( \frac{D}{h} \gamma^2 + \sigma_0 \right) - \frac{A^2 H^2}{8} \left( B^2 + 2\gamma^2 e^{2\gamma b} \right) - \frac{11}{12} h^2 \gamma^2. \end{aligned}$$

Le profil  $(y + \Delta \bar{v}_{tension}(y), w_{tension}(y))$  est tracé sur la fig. 2.21 pour différentes valeurs de  $\sigma_0$ . On observe que le profil tend vers une droite lorsque la contrainte  $\sigma_0$  diminue. Un comportement similaire est observé lorsque  $|H|$  augmente. Ce résultat s'explique par le fait qu'en sollicitant un film en tension, ce dernier a tendance à s'étirer entre les deux appuis.

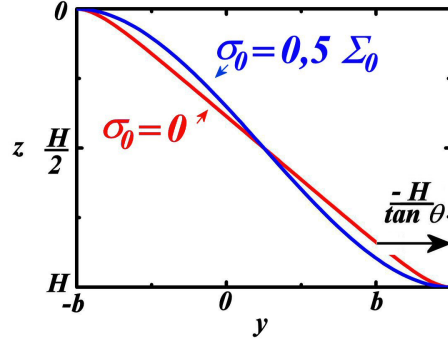


FIG. 2.21 – Courbes représentatives du profil  $(y + \Delta \bar{v}_{tension}(y), w_{tension}(y))$ , pour différentes valeurs de  $\sigma_0$  ( $\sigma_0 = 0,5\Sigma_0$  et  $\sigma_0 = 0$ ).

### 2.5.3 Récapitulatif

Les états d'équilibre d'un film sous contrainte se résument de la façon suivante :

- pour un film dont la contrainte initiale vérifie la condition  $\sigma_0 < \Sigma_0$  (i.e.  $H < H_0$ ), la solution d'équilibre correspond à  $w_{tension}$ . La contrainte dans le film vérifie alors  $\bar{\sigma}_{yy} > 0$ . Cette solution est observable dans le cas d'un film initialement en compression, soumis à un test de traction. Elle peut également être envisagée dans le cas d'un film initialement en tension, soumis à un test de traction ou de compression.
- pour un film dont la contrainte initiale vérifie la condition  $\sigma_0 = \Sigma_0$  (i.e.  $H = H_0$ ), la solution d'équilibre correspond à  $w_{nul}$ . La contrainte dans le film vérifie alors  $\bar{\sigma}_{yy} = 0$ . Cette solution est observable dans le cas d'un film initialement en compression, soumis à un test de traction (ou d'un film initialement en tension, soumis à un test de compression).
- pour un film dont la contrainte initiale vérifie la condition  $\Sigma_0 < \sigma_0 \leq \sigma_c^{step}$  (i.e.  $H_0 < H \leq H_c$ ) la solution d'équilibre correspond à  $w_1$ . La contrainte dans le film vérifie alors  $\sigma_c \geq \bar{\sigma}_{yy} > 0$ . Cette solution est observable dans le cas d'un film initialement en compression, soumis à un test de traction (ou d'un film initialement en tension, soumis à un test de compression).

CHAPITRE 2. INFLUENCE DE LA PLASTICITÉ DU SUBSTRAT SUR LE PHÉNOMÈNE DE CLOQUAGE.

- pour un film dont la contrainte initiale vérifie la condition  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$  (i.e  $H > H_c$ ) la solution d'équilibre correspond à  $w_{step}$ . La contrainte dans le film vérifie alors  $\bar{\sigma}_{yy} > \sigma_c$ . Cette solution flambée est observable dans le cas d'un film initialement en compression, soumis à un test de traction ou de compression. (ou d'un film initialement en tension, soumis à un test de compression).

Des expériences en traction, relativement difficile à mettre en oeuvre, sont actuellement en cours afin d'observer ces différents états équilibre.

En conclusion, nous avons pu démontrer que le phénomène de cloquage était toujours favorisé, lors d'une compression uniaxiale, par la nature cristalline du substrat. D'un point de vue purement théorique, nous avons également pu déterminer les différents états d'équilibre du film, quel que soit le type de sollicitation auquel il est soumis (compression ou traction). Des études expérimentales sont en cours afin de tester ce dernier cas.

Il est intéressant de noter que le processus mis en évidence au cours de cette étude pourrait être modifié dans le cas de films épitaxiés. Les dislocations pourraient alors franchir l'interface et relaxer une partie des contraintes induites dans le film, inhibant ou limitant le phénomène de cloquage. De plus, l'élasticité du substrat ne semble pas totalement négligeable dans le cas de substrats de fluorure de lithium. Il serait alors pertinent d'effectuer des expériences avec des films déposés sur des mono-cristaux métalliques, afin de s'affranchir totalement des effets liés à l'élasticité du substrat. Enfin, les effets induits par le processus d'émergence des dislocations à l'interface ont été caractérisés dans le cas d'une pré-décohésion interfaciale. Ce phénomène d'émergence est cependant également suspecté d'être à l'origine de modifications des propriétés d'adhésion. Cette influence constitue le thème principale du chapitre suivant.



# Chapitre 3

## Délamination et croissance des structures de cloquage

### 3.1 Effet de l'adhésion

#### 3.1.1 Cas de la colonne d'Euler

Comme nous l'avons vu précédemment, la formation de structures de cloquage sous-entend que le film se décolle de son substrat. Ce délamination est obtenu expérimentalement, en comprimant l'échantillon et en augmentant ainsi l'énergie élastique emmagasinée dans le film. Celle-ci devient alors suffisante pour compenser l'énergie d'adhésion à l'interface ; le film peut alors se décoller en certains endroits. Une fois l'interface délaminationnée, ces parties non adhérentes ont alors le même comportement mécanique qu'une plaque mince. La contrainte interne  $|\sigma_{yy}^0|$  (Eq. (1.46)) étant alors supérieure à la contrainte critique  $\sigma_c$ , les rides droites apparaissent à la surface des échantillons de manière soudaine [18, 24] (fig. 3.1(a)). Pour que le film flambe, il est donc nécessaire d'augmenter la contrainte jusqu'à une nouvelle valeur critique  $\sigma_c^{exp} > \sigma_c$ , afin de délaminationner l'interface. L'écart entre les contraintes critiques théorique et expérimentale est directement relié à l'énergie d'adhésion film/substrat [24]. La transition soudaine de l'état plan à l'état cloqué est notamment visible sur l'évolution de la déflexion maximale  $\delta$ , lors du premier chargement (*c.f.* fig. 3.1). L'évolution de la déflexion maximale suit par contre la courbe théorique d'Eq. (1.28) lors d'un second chargement du système :  $\delta$  évolue de manière continue, au delà de  $\sigma_c$ . Cette courbe d'hystérèse, observée lors du premier cycle charge/décharge, traduit directement le décollement préalable de l'interface, avant flambage. L'absence d'hystérèse lors des chargements ultérieurs montre le caractère irréversible de cet endommagement : le film se redépose sur le substrat, mais les propriétés adhésives ne

sont pas restaurées [25]. Des études cinétiques sur des périodes temporelles plus importantes doivent être réalisées afin de confirmer le caractère définitif de cette perte d'adhésion.

Lors de nos expériences réalisées sur des substrats de polycarbonate (*c.f.* chapitre 1), la contrainte  $\sigma_0$  après dépôt est toujours supérieure à la contrainte critique  $\sigma_c^*$  (Eq. (1.36)). Les cloques observées ne se reposent donc pas sur la surface du substrat, après relaxation de la contrainte appliquée (fig. 3.1(b)).

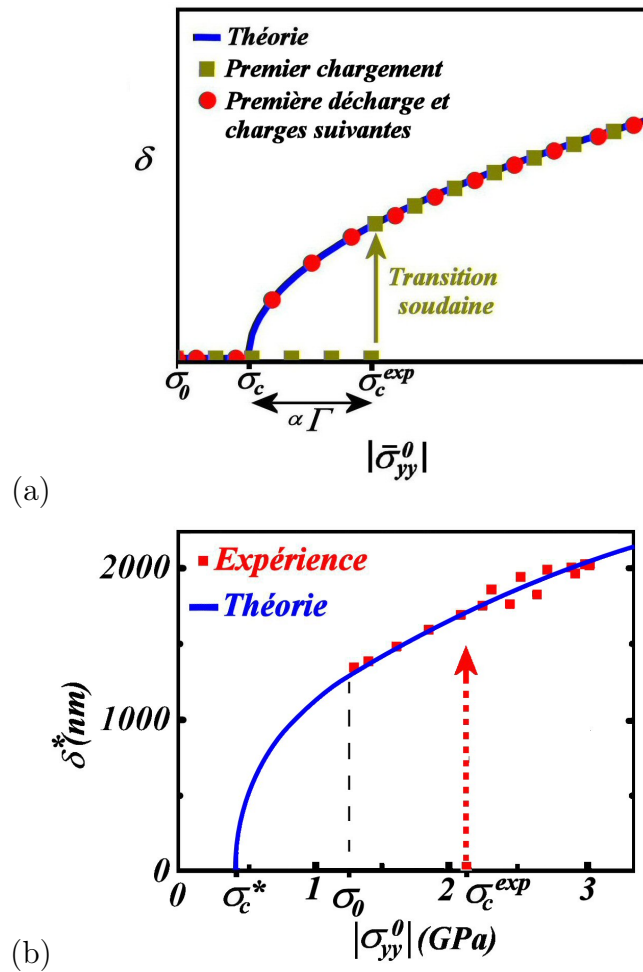


FIG. 3.1 – (a) schéma de principe montrant l'effet de l'adhésion sur l'évolution de la déflexion  $\delta$  d'une ride droite, en fonction de la contrainte (b) courbe expérimentale obtenue lors du premier cycle charge/décharge réalisé sur un film de nickel de 300 nm d'épaisseur déposé sur polycarbonate (*c.f.* chapitre 1). La contrainte critique est donnée par  $\sigma_c^*$  (Eq. (1.36)) et la déflexion par  $\delta^*$  (Eq. (1.37)).

### 3.1.2 Cas d'un substrat cristallin

A la lumière du paragraphe précédent, le délaminage de l'interface nécessite une contrainte supérieure à celle déterminée par  $\sigma_c^{step}$  (Eq. (2.32)). Dans le cas de la colonne d'Euler, la solution plane non cloquée  $w_0 = 0$  continue d'exister tant que l'énergie dans le film n'est pas suffisante pour délaminer l'interface. Par contre, la solution fondamentale définie par  $w_1$  (Eq. (2.34)) n'est plus physiquement acceptable pour  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$  : il est rappelé qu'elle prend des valeurs négatives incompatibles avec la présence du substrat (*c.f.* fig. 2.12). Il est donc nécessaire de déterminer une nouvelle solution non flambée, valide pour  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$  et vérifiant la condition de positivité  $w > 0$ . L'approche la plus simple consiste à supposer que la solution fondamentale obtenue pour  $\alpha = \pi/2$  continue d'exister, même pour des contraintes  $\sigma_0$  supérieures à  $\sigma_c^{step}$ . On obtient ainsi une nouvelle solution définie par

$$w_{adh}(y) = \frac{H}{2} \left( \frac{1}{\pi} \sin \frac{\pi}{b} y + \frac{y}{b} + 1 \right). \quad (3.1)$$

L'Eq. (3.1) correspond en fait au premier terme de l'expression de la solution flambée  $w_{step}$  (*c.f.* Eq. (2.34)). Comme dans le cas de la colonne d'Euler, la solution cloquée apparaît alors comme la somme de deux termes : un terme correspondant à l'état non flambé et un terme de flambage. L'équation de compatibilité donnée par l'Eq. (2.13) permet d'obtenir le déplacement  $\Delta \bar{v}_{adh}$  suivant l'axe ( $Oy$ ). La forme d'équilibre du film non cloqué est alors donnée par  $(y + \Delta \bar{v}_{adh}(y), w_{adh}(y))$ , avec

$$\Delta \bar{v}_{adh}(y) = -\frac{H^2}{2b} \left[ \frac{b+y}{H \tan \theta} + \frac{1}{8\pi} \sin\left(\frac{\pi}{b}y\right) \left( 4 + \cos\left(\frac{\pi}{b}y\right) \right) \right]. \quad (3.2)$$

La validité de cette forme d'équilibre est testée en fig. 3.2 pour un film de nickel de 150 nm d'épaisseur, n'ayant pas subi de délaminage de l'interface et dont la contrainte  $\sigma_0$  est supérieure à  $\sigma_c^{step}$  ( $\sigma_0 = 1,3$  GPa et  $\sigma_c^{step} = -0,51$  GPa). On note une très bonne corrélation entre le profil théorique et le profil expérimental obtenu par AFM. Ce bon accord pourrait s'expliquer par l'accommodation de la distribution des dislocations. Ces dernières émergeraient alors à l'interface film/substrat selon une configuration s'adaptant au mieux à la forme d'équilibre mécanique du film. Des modèles numériques discrets sont envisagés pour étudier cette possible interaction. La solution  $w_{adh}$  apparaît par conséquent comme une bonne approximation de l'état d'équilibre d'un film adhérent, pour une contrainte interne supérieure à la contrainte critique de cloquage ( $\sigma_0 > \sigma_c^{step}$ ).

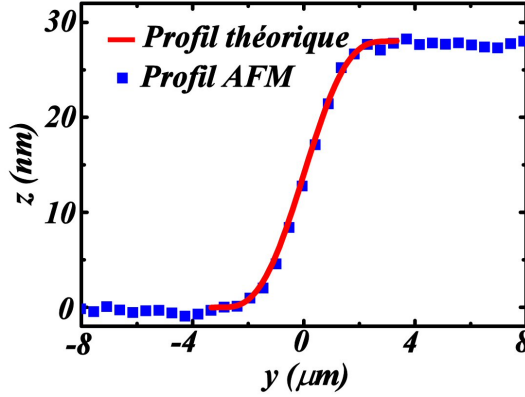


FIG. 3.2 – Film de nickel de 150 nm d’épaisseur déposé sur substrat de LiF déformé plastiquement de -1%. Profil expérimental d’une marche formée par l’empilement de dislocations à l’interface film/substrat, obtenu avant délaminage du film. Le profil théorique correspondant à la nouvelle solution fondamentale  $(y + \Delta v_{adh}(y), w_{adh}(y))$  est également reporté.

On peut également supposer que l’empilement des dislocations à l’interface film/substrat modifie les propriétés d’adhésion au niveau des marches. A l’échelle nanométrique, chaque marche est en effet susceptible de créer localement une zone délaminée. Sur la globalité de la marche, ces décollements nanométriques se traduiraient par une diminution de l’énergie d’adhésion à l’échelle mésoscopique favorisant le cloquage du film. Des tests de traction se sont avérés pertinents pour décorrélérer les effets induits par l’émergence des dislocations, sur le flambage et sur l’adhésion. Pour ce type de sollicitation, les dislocations émergeant à l’interface diminuent les contraintes dans le film, rendant le phénomène de flambage de moins en moins favorable. Par contre, les modifications potentiellement induites sur les propriétés d’adhésion restent a priori inchangées. Lors de nos expériences,  $\sigma_0$  est supérieure à  $\sigma_c$ ; la hauteur critique  $H_c$  est par conséquent négative (Eq. (2.31)). Par exemple, dans le cas du film de nickel de 150 nm d’épaisseur,  $H_c = -222$  nm (*c.f.* fig. 2.15). Si le processus d’émergence des dislocations diminue suffisamment l’énergie d’adhésion, le film est alors susceptible de cloquer, aussi longtemps que le critère  $H > H_c$  est vérifié, avec  $H < 0$  (*i.e.*  $\sigma_0 > \sigma_c^{step}(H)$ ). Une telle évolution lors d’un test de traction est schématisée par la fig. 3.3.

De nombreux tests ont été réalisés sur différents films (or, argent, nickel, tungstène, cuivre et titane), d’épaisseur variable, afin d’observer un tel phénomène. Sur la totalité des échantillons testés, aucune structure de flambage n’a pu être observée avant rupture des éprouvettes. La diminution potentielle des propriétés d’adhésion induite par l’émergence des dislocations ne semble

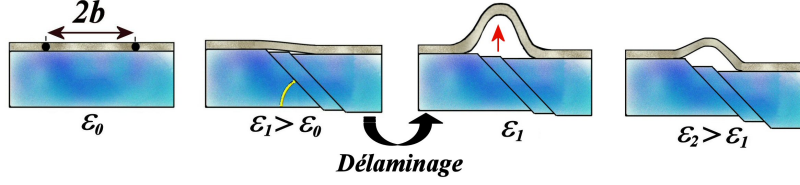


FIG. 3.3 – Schéma illustrant l'évolution d'un échantillon lors d'un test de traction. L'apparition de la ride peut se faire si le film se décolle du substrat lors de l'émergence des dislocations à l'interface. Après cloquage, la déflexion diminue et devient nulle lorsque  $H = H_c$ .

donc pas significative, ou tout du moins n'est pas prépondérante comparée à la décroissance de l'énergie élastique stockée.

En conclusion, la localisation des rides au niveau des marches, observée lors des tests de compression, s'explique principalement par l'augmentation de la contrainte  $|\bar{\sigma}_{yy}|$  avant cloquage. Cette assertion est étayée par la diminution de la largeur des rides avec l'épaisseur du film (*c.f.* fig. 2.8). Si le délaminage du film était induit par l'émergence des dislocations à l'interface, la largeur des rides serait fixée par la largeur des marches et non par l'épaisseur du film.

## 3.2 Théorie du délaminage

### 3.2.1 Cas de la colonne d'Euler

Dans le cas d'une ride droite sur un substrat infiniment rigide, le taux de restitution élastique (dérivée de la variation d'énergie entre l'état plan et l'état cloqué par unité de surface [28]) s'écrit [8]

$$G = G_0 \left(1 - \frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right) \left(1 + 3 \frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right), \quad (3.3)$$

avec

$$G_0 = \frac{h}{2} \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \sigma_0^2. \quad (3.4)$$

L'énergie  $G_0$  correspond à l'énergie par unité d'aire d'un film plan soumis à une contrainte uniaxiale<sup>1</sup>. Le critère d'élargissement d'une ride est alors donné par

$$G > \Gamma(\psi) \quad (3.5)$$

<sup>1</sup>Dans le cas d'un film soumis à des contraintes isotropes, l'énergie par unité d'aire dans le film plan est donnée par  $G_0^* = h \frac{1 - \nu_f}{E_f} \sigma_0^2$ .

avec  $\Gamma(\psi)$  l'énergie d'adhérence [8, 16, 44, 60].

Pour que le film se décolle, il est nécessaire qu'une fissure se propage à l'interface film/substrat. Le mode de propagation de cette fissure modifie l'adhérence, *i.e.* l'énergie nécessaire pour décoller le film. Une approche phénoménologique a montré que l'adhérence pouvait s'écrire sous la forme [8]

$$\Gamma(\psi) = \Gamma_I \cdot f(\psi), \quad (3.6)$$

où  $\Gamma_I$  représente l'énergie d'adhésion film/substrat. Contrairement à l'adhérence, l'adhésion est constante pour un couple donné. Elle correspond à l'ensemble des phénomènes physico-chimiques liant le film et substrat. L'angle  $\psi$  correspond au rapport des facteurs d'intensité de contraintes  $K_{II}/K_I$  des modes d'ouvertures. Le mode *I* correspond à une ouverture en tête de fissure qui écarte les deux surfaces, alors que le mode *II* correspond à un cisaillement pur [61] (fig. 3.4). Pour que la fissure se propage, il est nécessaire d'écartier les deux cotés de cette dernière. Le mode *I* favorise donc la propagation de la fissure contrairement au mode *II* qui a un effet bloquant.

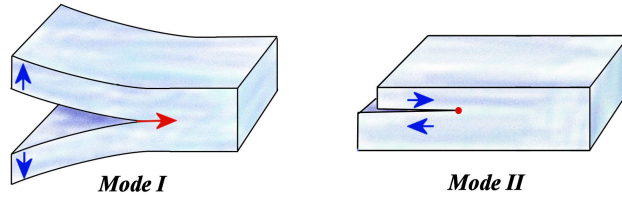


FIG. 3.4 – Modes d'ouvertures interfaciales *I* et *II*.

Le rapport des modes d'ouverture est donné par [8, 44]

$$\tan \psi = \frac{K_{II}}{K_I} = \frac{\cos \omega + \frac{h\Delta N}{\sqrt{12}M} \sin \omega}{-\sin \omega + \frac{h\Delta N}{\sqrt{12}M} \cos \omega} \quad (3.7)$$

avec  $\Delta N = h(\sigma_0 - \sigma_c)$  la variation de force entre l'état cloqué et l'état plan et  $M = Dw''(y)$  en  $y = b$  le moment de flexion sur le bord de la zone délaminée. L'angle  $\omega$  est appelé facteur de phase. Dans le cas des films minces, il ne dépend que des propriétés élastiques des matériaux. Sa valeur a été déterminée numériquement par J. W. Hutchinson et Z. Suo en fonction des coefficients de Dundurs<sup>2</sup>. Dans le cas de la colonne d'Euler, l'équation de

<sup>2</sup>Les coefficients de Dundurs sont donnés par  $\alpha_D$  et  $\beta_D = \frac{1}{2} \frac{\mu_f(1-2\nu_s) - \mu_s(1-2\nu_f)}{\mu_f(1-\nu_s) + \mu_s(1-\nu_f)}$  avec  $\mu_i$  le module de cisaillement.

forme de la cloque est donnée par  $w_b(y)$  (*c.f.* Eq.(1.16)). L'Eq.(3.7) s'écrit alors

$$\tan \psi = \frac{4h \cos \omega + \delta \sqrt{3} \sin \omega}{-4h \sin \omega + \delta \sqrt{3} \cos \omega}. \quad (3.8)$$

La fonction  $f(\psi)$  est une fonction empirique donnée par [44, 60]

$$f(\psi) = 1 + \tan^2(0,75\psi). \quad (3.9)$$

L'angle  $\psi$  varie de 0 à  $-\pi/2$ . Pour  $\psi = 0$ , l'ouverture en pointe fissure est en pur mode  $I$  et l'énergie d'adhérence est minimale ( $\Gamma = \Gamma_I$ ). Pour  $\psi = -\pi/2$ , l'ouverture en pointe de fissure est en pur mode  $II$  et l'énergie d'adhérence (adhésion apparente) est infinie.

Le critère d'arrêt lors de l'élargissement d'une ride droite est finalement donné par l'égalité  $G = \Gamma(\psi)$ . La représentation graphique du rapport  $G/\Gamma(\psi)$  en fonction de la demi-largeur  $b$  est reportée sur la fig.3.5. Il est alors possible de définir des valeurs particulières de  $b$  :

- o  $2b_0$  correspond à la largeur minimale d'une plaque pour qu'elle flambe sous l'action de ses propres contraintes ( $\sigma_0 = \sigma_c$ )

$$b_0 = h \sqrt{\frac{\pi^2}{12} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \frac{1}{\sigma_0}} \quad (3.10)$$

- o  $2b_i$  correspond à la plus petite largeur de délaminage vérifiant le critère d'élargissement  $G/\Gamma(\psi) = 1$ . Ce paramètre ne peut être déterminé que graphiquement.
- o  $2b_f$  correspond à la plus grande valeur de  $b$  vérifiant cette même condition.
- o  $2b_m$  est la largeur maximale d'une ride droite, quelle que soit l'énergie d'adhésion  $\Gamma_I$  associée. Elle correspond à un mode d'ouverture en pointe de fissure qui serait en mode  $II$  ( $\psi \rightarrow -\pi/2$ ). Cette largeur est donnée par

$$b_m = b_0 \sqrt{\frac{5 - 3 \cos 2\omega}{2 \cos^2 \omega}} \quad (3.11)$$

Une ride peut donc se former à partir d'une petite zone et s'élargir suivant la direction ( $Oy$ ) jusqu'à ce que la condition  $G = \Gamma(\psi)$  soit atteinte. Il est alors possible de modéliser une propagation longitudinale suivant la direction ( $Ox$ ), en "tête de ride" (fig.3.6).

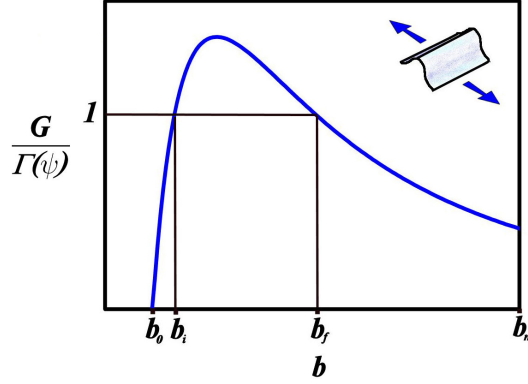


FIG. 3.5 – Rapport du taux de restitution élastique normalisée à l’adhérence lors de l’élargissement d’une colonne d’Euler, en fonction de la demi-largeur  $b$ . Les valeurs particulières de  $b$  ( $b_0$ ,  $b_i$ ,  $b_f$  et  $b_m$ ) sont également reportées en abscisse.

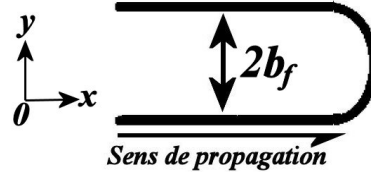


FIG. 3.6 – Propagation en tête de ride d’une colonne d’Euler.

On peut associer un taux de restitution élastique à ce type de propagation, donné par [8]

$$G_{SS} = \frac{1}{b} \int_{b_0}^b G db. \quad (3.12)$$

En remplaçant  $G$  par l’Eq.(3.3) on obtient

$$G_{SS} = G_0 \left( 1 - \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^2. \quad (3.13)$$

Lors de cette propagation, les modes d’ouverture sont également modifiés. En modélisant l’extrémité de la ride par une demi-calotte sphérique de rayon  $b$ , le rapport des modes d’ouverture est donné dans ce cas par [8]

$$\tan \psi^* = \frac{h \cos \omega + 0.2486(1 - \nu_f)\delta \sin \omega}{-h \sin \omega + 0.2486(1 - \nu_f)\delta \cos \omega}. \quad (3.14)$$

Le rapport  $G/\Gamma(\psi)$  est plus important que le rapport  $G_{ss}/\Gamma(\psi^*)$ . Ainsi, la propagation en tête de ride ne se fait a priori que lorsque la ride a atteint la largeur critique  $2b_f$ .

De nombreuses études ont été entreprises récemment pour mesurer l'énergie d'adhésion à partir de l'observation des structures de cloquage [28, 44, 60]. Les résultats expérimentaux obtenus ne semblent à l'heure actuelle pas concluants. Le modèle précédemment décrit n'est en effet valable que dans le cas idéal d'un film cloqué, sur un substrat rigide et sous une forme simple (ride droite ou bulle). De nombreuses approximations sont ainsi faites concernant la déformation élastique du substrat et la forme des cloques. Pour des rapports de modules  $E_f/E_s$  supérieurs à 3, il a été montré que le taux de restitution élastique est fortement augmenté et modifie la largeur des structures observées [42, 45]. Pour des rapports de modules  $E_f/E_s$  supérieurs à 10, il apparaît même plus favorable pour une ride de se propager suivant son axe que de s'élargir (la proportion du mode  $I$  par rapport au mode  $II$  étant alors plus importante en tête de ride que sur ses bords) [45]. L'influence de la morphologie des structures n'est par contre toujours pas connue. C'est une problématique majeure dans la mesure où l'essentiel des études menées, dans l'optique de remonter aux propriétés d'adhésion du film, se focalisent sur les cordons de téléphone. Pour des raisons d'isotropie de contrainte, ces structures sont en effet les plus observées après cloquage spontané [22]. Dans ce contexte, il semble judicieux d'étudier l'influence de la plasticité de substrats monocristallins sur le taux de restitution de l'énergie élastique. Les effets liés à l'élasticité du substrat sont alors négligeables et les structures de cloquage induites sont de type ride droite, comme nous l'avons montré au chapitre précédent.

### 3.2.2 Cas d'un substrat cristallin

Comme nous venons de le voir, le critère d'élargissement d'une structure de cloquage est donné par  $G > \Gamma(\psi)$  (Eq. (3.5)). Dans le cas d'une structure de flambage localisée sur une marche formée lors de l'émergence de dislocations, la variation d'énergie élastique entre l'état initial et l'état cloqué est donnée par

$$\Delta U = U_0 - U_T^{step}. \quad (3.15)$$

$U_0$  est l'énergie du film plan donnée par l'Eq. (1.32). L'énergie du film flambé est donnée par  $U_T^{step} = U_c^{step} + U_f^{step}$ , avec

$$U_c^{step} = U_0 + hbl \frac{1 - \nu_f^2}{E} (\sigma_c^2 - \sigma_0^2), \quad (3.16)$$

$$U_f^{step} = lh \frac{1}{12b^2} \sigma_0 \left( -3H^2 \frac{\sigma_c}{\sigma_0} + 2h^2 \pi^2 \left( 1 - \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right) - 12b \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \frac{H}{\tan \theta} \right), \quad (3.17)$$

obtenus à partir des Eqs. A.47 et A.49,  $l$  étant la longueur de film considérée suivant l'axe ( $Ox$ ),  $H$  la hauteur de la marche et  $\theta$  l'angle d'émergence des dislocations par rapport à la surface. Le taux de restitution élastique étant égal à

$$G = \frac{\partial \Delta U}{\partial (2bl)}. \quad (3.18)$$

Il s'écrit dans le cas d'un film sur un substrat cristallin

$$G_{step} = G_0 \left[ 1 + 2 \frac{\sigma_c}{\sigma_0} + \left( \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^2 - 4 \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \frac{\sigma_c^{step}}{\sigma_0} \right] \quad (3.19)$$

où  $G_0$  est donné par l'Eq. (3.4) et  $\sigma_c^{step}$  est la fonction de  $H$  donnée par l'Eq. (2.32). L'évolution de  $G_{step}$  avec la hauteur  $H$  de la marche sous-jacente est représentée sur la fig. 3.7. On observe que le rapport  $G_{step}/G_0$  augmente de manière continue avec la hauteur de la marche. L'émergence des dislocations à l'interface favorise donc fortement l'élargissement des structures. De plus, la valeur de  $G_0$  augmentant rapidement avec  $\sigma_0$ , le rapport  $G_{step}/G_0$  tend de manière asymptotique vers 1 lorsque  $\sigma_0 \rightarrow \infty$ ; on retrouve alors le cas de la colonne d'Euler [8]. Plus la contrainte initiale est élevée, moins l'effet de la marche prédomine.

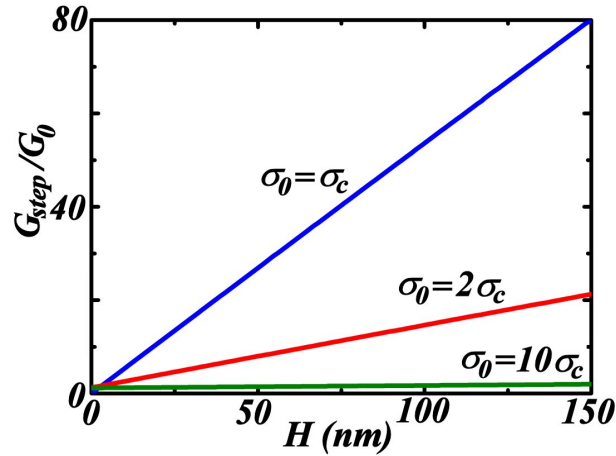


FIG. 3.7 – Courbes représentatives de  $G_{step}/G_0$  en fonction de  $H$ , pour différentes valeurs de  $\sigma_0$  ( $b = 5 \mu\text{m}$  et  $h = 150 \text{ nm}$  à titre d'exemple).

En supposant que la fonction empirique  $f(\psi)$  n'est pas modifiée par l'émergence des dislocations, l'énergie d'adhésion s'écrit sous la forme  $\Gamma(\psi_{step}) = \Gamma_I \cdot f(\psi_{step})$  (Eq. (3.6)). L'angle  $\psi_{step}$  est calculé à partir de l'Eq. (3.7)

$$\tan \psi_{step} = \frac{3w_m \sigma_c \cos \omega + \sqrt{3}h(\sigma_0 - \sigma_c) \sin \omega}{-3w_m \sigma_c \sin \omega + \sqrt{3}h(\sigma_0 - \sigma_c) \cos \omega}. \quad (3.20)$$

Le rapport entre le taux de restitution élastique  $G_{step}$  et la fonction  $f(\psi_{step})$  est représenté sur la fig. 3.8 pour différentes valeurs de  $H$ . On constate que la marche créée par les dislocations induit une très forte augmentation du rapport  $G_{step}/f(\psi_{step})$ . La valeur correspondante de  $G_{step}$  atteint alors facilement plusieurs dizaines de  $\text{J.m}^{-2}$ , alors que l'énergie d'adhésion  $\Gamma_I$  n'est généralement que de quelques  $\text{J.m}^{-2}$  [62]. L'émergence des dislocations favorise par conséquent fortement la croissance des structures de cloquage.

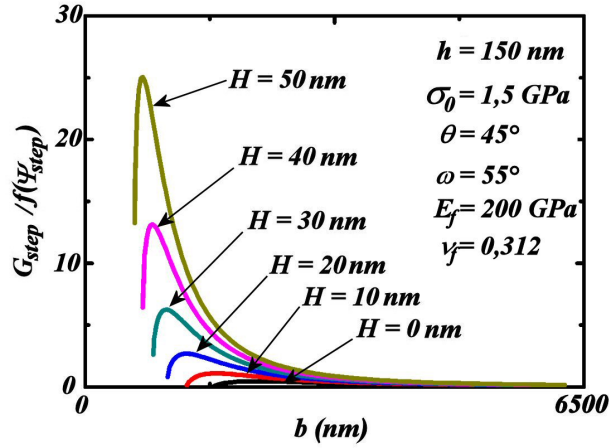


FIG. 3.8 – Courbes représentatives du rapport  $G_{step}/f(\psi_{step})$  pour un film de nickel de 150 nm d'épaisseur déposé sur un substrat de LiF, avec  $\sigma_0 = 1,5$  GPa et  $\theta = 45^\circ$  (à titre d'exemple).

L'augmentation de  $H$  se traduit par une diminution de la largeur minimale  $b_0$  et par une augmentation de la largeur maximale  $b_m$  des rides (*c.f.* fig. 3.5). Ces nouvelles valeurs particulières de  $b$  sont notées  $b_0^{step}$  et  $b_m^{step}$  :

- $2b_0^{step}$  est la largeur de la plus petite plaque susceptible de cloquer à l'aplomb d'une marche. Elle correspond à la condition  $\sigma_0 = \sigma_c^{step}$ . Elle s'écrit

$$b_0^{step} = -\frac{1}{4} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \frac{H}{\tan \theta} \frac{1}{\sigma_0} + \sqrt{\frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \frac{9H^2 + 4h^2\pi^2}{48} \frac{1}{\sigma_0} + \left( \frac{1}{4} \frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \frac{H}{\tan \theta} \frac{1}{\sigma_0} \right)^2} \quad (3.21)$$

- $2b_m^{step}$  est la largeur maximale qu'une ride peut avoir. Elle correspond à la condition  $\psi_{step} \rightarrow -\pi/2$ . La formule analytique étant très complexe, elle n'est pas reportée ici.

L'évolution de ces valeurs particulières de  $b$  est tracée en fonction de la hauteur de la marche sur la fig. 3.9. La diminution de  $b_0^{step}$  et l'augmentation  $b_m^{step}$  avec  $H$  croissant implique d'une part que le cloquage est de plus en plus favorable (résultat majeur du chapitre précédent) et d'autre part que des cloques de plus en plus larges peuvent apparaître.

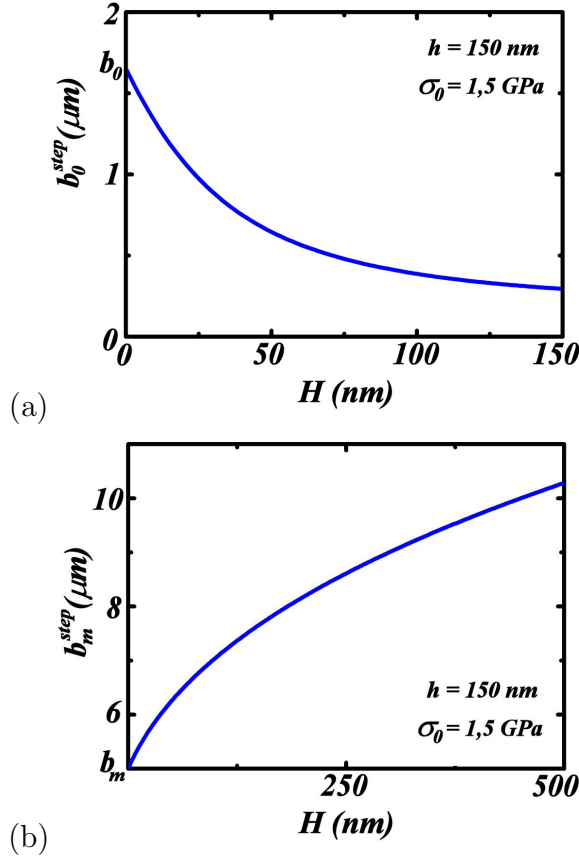


FIG. 3.9 – Évolution théorique de la demi-largeur correspondant à la valeur (a) minimale  $b_0^{step}$  et (b) maximale  $b_m^{step}$  des structures de cloquage en fonction de la hauteur de la marche  $H$ . L'angle  $\theta$  est fixé à  $45^\circ$  en accord avec les expériences réalisées dans le cas d'un film de nickel de 150 nm d'épaisseur, soumis à une contrainte  $\sigma_0 = 1,5$  GPa.

Pour une énergie d'adhésion donnée, le critère d'arrêt (*c.f.* fig. 3.5) est maintenant associé à la valeur  $b_f^{step}$ . Lors d'un processus d'émergence continu,  $H$  croît progressivement. La largeur des cloques donnée par  $2b_f^{step}$  augmentant avec  $H$ , la ride s'élargit de manière continue.

On observe également sur la figure 3.8 que le taux de restitution élastique n'est pas nul lorsque  $b = b_0^{step}$ . Cette valeur initiale de  $G_{step}$  s'explique par

la forme non plane de la solution non cloquée donnée par  $w_1$  (Eq. (2.21)). Dans cet état, l'énergie du film augmente avec  $H$ . Cette énergie peut alors être suffisante pour élargir une zone délaminée du film. L'augmentation du taux de restitution élastique avant et après cloquage, associée à la diminution de la contrainte critique  $\sigma_c^{step}$ , explique alors la localisation des cloques au niveau des marches. Il est important de rappeler que ce taux de restitution  $G_{step}$  est un taux de restitution latéral. Une propagation en tête de ride peut également être envisagée mais n'a pas été traitée en raison de la difficulté de modéliser la pointe de la ride par une demi-calotte sphérique.

Les cloques induites par la plasticité du substrat présentent l'avantage d'être des rides droites, pour lesquelles des fonctions analytiques des différents paramètres d'intérêt viennent d'être déterminées. Ce cloquage induit peut par conséquent être utilisé pour déterminer l'énergie d'adhésion film/substrat de manière précise, en utilisant l'égalité  $\Gamma_I = G_{step}/f(\psi_{step})$  correspondant au nouveau critère d'arrêt d'élargissement des structures rectilignes observées. Cette condition permet en effet de disposer d'une équation analytique de l'énergie d'adhésion sous la forme

$$\Gamma_I = G_0 \frac{1 + 2\frac{\sigma_c}{\sigma_0} + \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right)^2 - 4\frac{\sigma_c}{\sigma_0} \frac{\sigma_c^{step}}{\sigma_0}}{1 + \tan^2(0,75\psi_{step})} \quad (3.22)$$

où  $G_0$  est donnée par l'Eq. (3.4),  $\sigma_c$  est la contrainte critique d'Euler, donnée par l'Eq. (1.19),  $\sigma_c^{step}$  est la contrainte critique de cloquage au niveau des marches ; elle est donnée par l'Eq. (2.32) et dépend du paramètre de contrôle  $H$ . L'angle  $\psi_{step}$  correspond au rapport des modes d'ouverture dans le cas d'une ride sur une marche (Eq. (3.20)). Enfin,  $\sigma_0$  est la contrainte interne après dépôt.

Un protocole expérimental est être élaboré afin de remonter aux propriétés d'adhésion film/substrat à partir des rides observées lors de tests de compression uniaxiale, réalisés sur des échantillons composés de films minces déposés sur des substrats cristallins. Une analyse AFM de ces structures permet alors de mesurer la hauteur des marches sous-jacentes  $H$  ainsi que leurs largeurs données par  $2b^*$  (*c.f.* Eq. (2.38)). A partir de ces deux valeurs et de la mesure de  $\sigma_0$ , réalisée par la méthode de Stoney (Eq. (1.42)), de l'épaisseur  $h$ , des propriétés mécaniques du film et du substrat et de l'angle d'émergence des dislocations  $\theta$ , il est possible de déterminer l'énergie d'adhésion  $\Gamma_I$  en utilisant l'Eq. (3.22). Une étude statistique a été réalisée sur 40 cloques, sur un film de nickel de 20 nm d'épaisseur. La valeur moyenne de  $\Gamma_I$  est alors égale à  $0,5 \pm 0,3 \text{ J.m}^{-2}$ . Si cette valeur d'adhésion est en bon accord avec les valeurs généralement trouvées dans la littérature [62], des variations importantes sont observées. Cet écart type important est notamment imputable à la discontinuité des structures observées pour cette faible

épaisseur de film (*c.f.* fig. 2.8). Dans l'optique d'obtenir des mesures fiables de l'énergie d'adhésion, les films doivent ainsi avoir une épaisseur suffisante pour pouvoir s'affranchir des effets liés à la rugosité des surfaces qui modifie le critère d'arrêt défini précédemment. On observe cependant moins de structures de cloquage sur les films plus épais. Les mesures sur un film de nickel d'épaisseur  $h = 150$  nm n'ont ainsi pu être réalisées que sur dix cloques. Dans ce cas, la valeur moyenne de  $\Gamma_I$  est égale à  $0,4 \pm 0,1$  J.m<sup>-2</sup>. Les variations observées sont alors moins importantes que celles observées sur le film de 20 nm d'épaisseur ( $\pm 25\%$  contre  $\pm 60\%$ ). Une dispersion de l'ordre de 25% reste de plus relativement faible comparée aux incertitudes généralement observées lors d'études réalisées sur des structures plus complexes [16, 44, 63].

En conclusion, l'émergence de dislocations à l'interface film/substrat depuis un substrat cristallin permet d'obtenir des structures de cloquage sous la forme de rides droites. Ces structures simples présentent l'intérêt majeur de pouvoir disposer, dans le cadre défini précédemment, d'une forme analytique de l'énergie d'adhésion donnée par l'Eq. (3.22). Cette équation permet d'obtenir des valeurs précises de l'énergie d'adhésion, à partir des paramètres morphologiques des structures de cloquage observées  $H$  et  $b$ . Les mesures d'adhésion réalisées sur le film de nickel de 150 nm d'épaisseur donnent des résultats prometteurs, du fait de la faible dispersion observée. Une étude statistique sur différents couples film/substrat doit dorénavant être réalisée, de manière à confirmer le caractère reproductif des résultats et valider le protocole expérimental établi.

# Conclusion

Cette thèse a été consacrée à l'étude des modifications induites par le comportement mécanique du substrat, sur le phénomène de cloquage des films minces. Des tests de compression uni-axiale ont été réalisés, afin d'induire le délaminage et le flambage du film. Un protocole permettant l'observation par microscopie à force atomique des structures de flambage, lors de tests de compression, a été élaboré afin d'étudier le rôle joué par les déformations élastiques et plastiques du substrat. Des modifications par rapport au cas classique de la colonne d'Euler ont alors été mises en évidence.

Nous avons tout d'abord montré que l'élasticité du substrat modifiait la morphologie des rides observées. La déflexion maximale des cloques est en effet apparue plus importante que celle prédite par le modèle classique de la colonne d'Euler. Des enfoncements du film dans le substrat ont également été observés au pied des structures, modifiant le profil des rides qui s'apparente alors à un "chapeau mexicain". Ces observations expérimentales ont permis de corroborer les simulations numériques de G. Parry. La compliance du substrat permet d'accommoder les conditions d'encastrement de la zone flambée en tolérant des rotations. La contrainte critique de cloquage est alors diminuée et la déflexion augmentée. Une étude plus approfondie sur l'effet de l'élasticité du substrat nous a également permis de mettre en évidence l'existence de valeurs critiques du rapport de modules élastiques film/substrat : des zones de non cloquage et de cloquage avec endommagement plastique du film ont été mises en évidence. Cette étude s'avère prometteuse car elle pourrait permettre de définir un critère de choix du couple film/substrat, de manière à éviter le flambage sous l'application de fortes contraintes de compression.

Dans une seconde partie, nous avons étudié l'effet de la plasticité du substrat sur le phénomène de cloquage. Nous avons constaté que les dislocations émergeant à l'interface créaient des marches à l'origine d'une surcompression locale dans le film, provoquant un phénomène de cloquage sous la forme de rides droites. Une résolution analytique a été réalisée dans ce cadre, aboutissant à la détermination d'une nouvelle contrainte critique de cloquage, à

l'aplomb des lignes de glissement. Cette dernière est inférieure à la contrainte critique de la colonne d'Euler en deçà d'un angle critique d'émergence des dislocations à l'interface film/substrat. La valeur numérique de cet angle est cependant trop importante pour être compatible avec la plasticité de mono-cristaux de configuration classique, de sorte que le cloquage est toujours préférentiel au niveau des marches, quelle que soit la cristallographie du substrat. La nouvelle morphologie des rides a également pu être obtenue et caractérisée. Un paramètre d'asymétrie caractéristique des structures de cloquage sur marche a été déterminé. Enfin, une généralisation aux cas de tests de traction a permis d'obtenir la totalité des états d'équilibres mécaniques d'un film mince déposé sur un substrat mono-cristallin, déformé plastiquement. Des expériences restent cependant à réaliser afin de vérifier la validité du modèle lors de ce type de sollicitations.

Enfin, dans une dernière partie, nous nous sommes intéressés aux propriétés d'adhésion. Nous avons pu montrer que l'émergence des dislocations à l'interface film/substrat ne modifiait pas de manière significative les propriétés d'adhésion. Par contre, ce phénomène favorise le phénomène de délaminage en modifiant l'adhérence, avant même que le cloquage n'intervienne. De part la morphologie en rides droites des structures induites lors de la déformation plastique du substrat, des mesures d'adhésion ont pu être réalisées. Ces structures simples présentent l'intérêt majeur de pouvoir disposer d'une forme analytique de l'énergie d'adhésion, dépendant des paramètres morphologiques des cloques observées. Cette étude devrait déboucher dans un avenir proche sur une nouvelle méthode fiable permettant de remonter aux propriétés d'adhésion film/substrat à partir de la géométrie des structures de cloquage induites.

Finalement, il apparaît que les déformations du substrat, qu'elles soient élastiques ou plastiques, favorisent le phénomène de cloquage des films minces ; la contrainte critique de cloquage est diminuée par rapport au cas classique de la colonne d'Euler. Ces résultats sont capitaux et doivent être pris en compte lors de l'élaboration des films minces, afin de limiter les risques d'endommagements futurs. De nombreuses études restent encore à réaliser, notamment sur les phénomènes de plasticité pouvant se produire dans les films. En effet, notre étude du comportement mécanique du film a été réalisée dans le cadre de l'élasticité linéaire. Il n'est cependant pas irraisonnable de penser que des phénomènes d'endommagements plastiques puissent être générés dans les revêtements. Le franchissement de l'interface par des dislocations est par exemple envisageable, de même que la formation de plis, au niveau des joints de grains notamment. La modélisation de ces phénomènes plastiques sera difficile du fait de la différence d'échelle entre le phénomène de cloquage, se

## CONCLUSION

produisant à l'échelle micrométrique, et le phénomène de plasticité pouvant se produire dans l'épaisseur du film, à l'échelle nanométrique. L'étude de ces phénomènes complexes est actuellement en cours, afin d'avoir une compréhension globale du comportement mécanique des matériaux revêtus.



# Production scientifique

- Publications
- **«Influence of Dislocation Emergence Process on Buckling : an AFM Experimental Investigation »**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, and J. Grilhé,  
*Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **1021-HH06**, 12 (2007).
- **«Effect of the dislocation emergence on the mechanical behavior of coated materials : elastic energy relaxation or adhesion modification. . .»**,  
F. Foucher and C. Coupeau  
*Surf. & Coat. Tech.*, doi : **10.1016/j.surfcoat.2007.07.106**, 096101 (2007).
- **«How Does Crystalline Substrate Plasticity Modify Thin Film Buckling ?»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, and J. Grilhé,  
*Phys. Rev. Lett.* **97**, 096101 (2006).
- **«Snap-Trough Occurring in Post-Buckling of Thin Films»**,  
G. Parry, J. Colin, C. Coupeau, F. Foucher, A. Cimetière, and J. Grilhé,  
*Appl. Phys. Lett.* **86**, 081905 (2005).
- **«Effect of Substrate Compliance on the Global Unilateral Post-Buckling of Coatings : AFM Observations and Finite Element Calculations»**,  
G. Parry, J. Colin, C. Coupeau, F. Foucher, A. Cimetière, and J. Grilhé,  
*Acta Mater.* **53**, 441-447 (2005).

- Communications orales
  
- **«Effect of Crystalline Substrate Plasticity on Thin Film Buckling Phenomenon.»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, and J. Grilhé,  
*2007 MRS Spring Meeting*, San Francisco, USA, Avril 2007.
  
- **«Evolution Morphologique des Structures de Flambage : Etude de la Transition Ride-Bulles et Phénomène de Claquage.»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé,  
*Colloque Plasticité 2005*, La Rochelle, France, Avril 2005.
  
- Posters
  
- **«Cloquage des films minces : Influence de la nature du substrat et phénomène de claquage»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé,  
*Colloque Plasticité 2007*, Poitiers, France, Mars 2007.
  
- **«Influence de la Nature du Substrat sur le Cloquage des Films Minces»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé,  
*JMC10 (10<sup>emes</sup> Journées de la Matière Condensée)*, Toulouse, France, Août 2006.
  
- **«Influence de l'Émergence de Dislocations sur le Cloquage des Films Minces»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé,  
*Colloque Plasticité 2006*, Sévrier-Annecy, France, Mars 2006.
  
- **«Étude du Cloquage des Films Minces Sous Contrainte de Compression : Phénomène de Claquage et Effet du Substrat.»**,  
F. Foucher, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, et J. Grilhé,  
*Contraintes Internes : de leurs Origines à leur Utilisation dans les Matériaux à Propriétés Électroniques*, École d'été, Nant, France, Septembre 2005.

# Bibliographie

- [1] Föppl, A. (1907) *Vorlesungen uber. Technische Mechanik* **5**, 132.
- [2] Kármán, T. V. (1910) *Ency. der. Math. Wissenschaften* **IV/4C**, 311–385.
- [3] Landau, L. D. and Lifchitz, E. M. (1959) *Theory of Elasticity*, , .
- [4] Langhaar, H. L. (1962) *Energy Methods in Applied Mechanics*, , .
- [5] Audoly, B., Roman, B., and Pocheau, A. (2002) *The Euro. Phys. J. B* **27**, 7–10.
- [6] Audoly, B. (2003) *Phys. Rev. Lett.* **91(8)**, 086105.
- [7] Boudaoud, A., Patricio, P., Couder, Y., and Amar, M. B. (2000) *Nature* **407**, 718–720.
- [8] Hutchinson, J. W. and Suo, Z. (1992) *Adv. Appl. Mech.* **29**, 63–191.
- [9] Amar, M. B. and Pomeau, Y. (1995) *La Recherche* **282**, 45–47.
- [10] Amar, M. B. and Pomeau, Y. (1997) *Proc. R. Soc. London A* **453**, 729–755.
- [11] Sultan, E. and Boudaoud, A. (2006) *Phys. Rev. Lett.* **96**, 136103.
- [12] DiDonna, B. A. (2002) *Phys. Rev. E* **66**, 016601.
- [13] Cerda, E. and Mahadevan, L. (2003) *Phys. Rev. Lett.* **90(7)**, 074302.
- [14] Mahadevan, L. and Rica, S. (2005) *Science* **307**, 1740.
- [15] Matuda, N., Baba, S., and Kinbara, A. (1981) *Thin Solid Films* **81(4)**, 301–305.
- [16] Moon, M. W., Jensen, H. M., Hutchinson, J. W., Oh, K. H., and Evans, A. G. (2002) *J. Mech. Phys. Sol.* **50**, 2355–2377.
- [17] Volinsky, A. A. (2003) *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **749**, W10.7.1–W10.7.6.
- [18] Cleymand, F. Comportement mécanique des films minces sur substrats, sous contrainte de compression PhD thesis Université de Poitiers (2001).

- [19] George, M. Endommagement de films minces sur substrats sous contraintes. Observations in situ par AFM et analyse par éléments finis. PhD thesis Université de Poitiers (2003).
- [20] Audoly, B. (1999) *Phys. Rev. Lett.* **83(20)**, 4124–4127.
- [21] Colin, J., Cleymand, F., Coupeau, C., and Grilhé, J. (2000) *Philos. Mag. A* **80(11)**, 2559–2565.
- [22] Parry, G., Cimetière, A., Coupeau, C., Colin, J., and Grilhé, J. (2006) *Phys. Rev. E* **74**, 066601.
- [23] Parry, G., Coupeau, C., Colin, J., Cimetière, A., and Grilhé, J. (2004) *Acta Mater.* **52**, 3959–3966.
- [24] Coupeau, C., Naud, J. F., Cleymand, F., Goudeau, P., and Grilhé, J. (1999) *Thin Solid Films* **353**, 194–200.
- [25] Cleymand, F., Coupeau, C., and Grilhé, J. (2002) *Philos. Mag. Lett.* **82(9)**, 477–482.
- [26] Foucher, F. Etude du cloquage des films minces Master’s thesis Université de Poitiers (2004).
- [27] Paumier, F., Gaboriaud, R. J., and Coupeau, C. (2003) *Appl. Phys. Lett.* **82(13)**, 2056–2058.
- [28] Volinsky, A. A., Moody, N. R., and Gerberich, W. W. (2002) *Acta Mater.* **50**, 441–466.
- [29] Crosby, K. M. and Bradley, R. M. (1999) *Phys. Rev. E* **59(3)**, R2542–R2545.
- [30] Moldovan, D. and Golubovic, L. (1999) *Phys. Rev. Lett.* **82(14)**, 2884–2887.
- [31] Parry, G., Colin, J., Coupeau, C., Foucher, F., Cimetière, A., and Grilhé, J. (2005) *Appl. Phys. Lett.* **86**, 081905.
- [32] Suo, Z. and Hutchinson, J. W. (1989) *Int. J. Sol. Struc.* **25(11)**, 1337–1353.
- [33] Suo, Z. and Hutchinson, J. W. (1990) *Int. J. Frac.* **43**, 1–18.
- [34] Jagla, E. A. (2006) *Phys. Rev. E* **74**, 036207.
- [35] Jagla, E. A. (2007) *Phys. Rev. B* **75**, 085405.
- [36] Hutchinson, J. W. (2001) *J. Mech. Phys. Sol.* **49**, 1847–1864.
- [37] Faulhaber, S., Mercer, C., Moon, M. W., Hutchinson, J. W., and Evans, A. G. (2006) *J. Mech. Phys. Sol.* **54**, 1004–1028.
- [38] Hutchinson, J. W., He, M. Y., and Evans, A. G. (2000) *J. Mech. Phys. Sol.* **48**, 709–734.

## BIBLIOGRAPHIE

- [39] Moon, M. W., Chung, J. W., Lee, K. R., Oh, K. H., Wang, R., and Evans, A. G. (2002) *Acta Mater.* **50**, 1219–1227.
- [40] Storakers, B. and Nilsson, K. F. (1993) *Int. J. Sol. Struc.* **30(8)**, 1057–1074.
- [41] Moon, M. W., Lee, K. R., Oh, K. H., and Hutchinson, J. W. (2004) *Acta Mater.* **52**, 3151–3159.
- [42] Cotterell, B. and Chen, Z. (2000) *Int. J. Frac.* **104**, 169–179.
- [43] Chen, Z., Cotterell, B., and Wang, W. (2002) *Eng. Frac. Mech.* **69**, 597–603.
- [44] Cordill, M. J., Moody, N. R., and Bahr, D. F. (2005) *Acta Mater.* **53(9)**, 2555–2562.
- [45] Yu, H. H. and Hutchinson, J. W. (2002) *Int. J. Frac.* **113**, 39–55.
- [46] Parry, G. Flambage unilatéral d’un film mince en compression biaxiale. Etats post-critiques, transitions, influence de la compliance du substrat. PhD thesis Université de Poitiers (2005).
- [47] Parry, G., Colin, J., Coupeau, C., Foucher, F., Cimetière, A., and Grilhé, J. (2005) *Acta Mater.* **53**, 441–447.
- [48] Coupeau, C., Girard, J. C., and Grilhé, J. (1999) *Probe Mic.* **1**, 313–321.
- [49] Coupeau, C., Girard, J. C., and Rabier, J. (2004) Scanning probe microscopy and dislocations In F. R. N. Nabarro and J. P. Hirth, (ed.), *Dislocations in Solids*, volume **12**, pp. 275–338 Elsevier.
- [50] Haghiri-Gosnet, A. M., Ladan, F. R., Mayeux, C., and Launois, H. (1989) *Appl. Phys. Lett.* **38(1-4)**, 295–303.
- [51] Coupeau, C. Etude in situ de la déformation plastique par microscopie à force atomique PhD thesis Université de Poitiers (1997).
- [52] Coupeau, C., Girard, J. C., and Grilhé, J. (1998) *J. Vac. Sci. Technol. B* **16(4)**, 1964–1970.
- [53] Coupeau, C. and Grilhé, J. (2001) *J. Micro.* **203(1)**, 99–107.
- [54] Boubeker, B., Talea, M., Goudeau, P., Coupeau, C., and Grilhé, J. (2000) *Mater. Charac.* **45**, 33–37.
- [55] Colin, J., Coupeau, C., and Grilhé, J. (2007) *Phys. Rev. Lett. (à paraître)* **99**, 046101.
- [56] Takayanagi, K. (1998) *Surf. Sci.* **205**, 637.
- [57] Junqua, N. and Grilhé, J. (1997) *Philos. Mag. Lett.* **75**, 125.
- [58] Dynna, M., Vassent, J. L., Marty, A., and Gilles, B. (1996) *J. Appl. Phys.* **80**, 2650.

- [59] Coupeau, C., Cleymand, F., and Grilhé, J. (2000) *Scripta Mater.* **43**, 187–192.
- [60] Lee, A., Litteken, C. S., Dauskardt, R. H., and Nix, W. D. (2005) *Acta Mater.* **53**, 609–616.
- [61] Grilhé, J. (1990) *Mat. Sci. Forums* **59 & 60**, 527.
- [62] Pundt, A., Nikitin, E., Pekarski, P., and Kirchheim, R. (2004) *Acta Mater.* **52**, 1579–1587.
- [63] Pundt, A., Brekerbohm, L., Niehues, J., Wilbrandt, P.-J., and Nikitin, E. (2007) *Scripta Mater.* **57**, 889–892.
- [64] Robinson F. Bunshah, (ed.) *Science, Technology and Applications : Handbook of deposition technologies for films and coatings*, Noyes publications, .
- [65] Stoney, G. G. (1909) *Proc. R. Soc. A* **82**, 172–175.
- [66] Binnig, G. and Rohrer, H. (1986) *Nobel Lecture*.
- [67] Binnig, G., Quate, C. F., and Gerber, C. (1986) *Phys. Rev. Lett.* **56(9)**, 930.
- [68] Martin, Y., Williams, C. C., and Wickramasinghe, H. K. (1987) *J. Appl. Phys.* **61(10)**, 4723–4729.
- [69] McLelland, G. M., Erlandsson, R., and Chiang, S. (1987) *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation* **6B**, 307.
- [70] Horcas, I., Fernandez, R., Gomez-Rodriguez, J. M., Colchero, J., Gomez-Herrero, J., and Baro, A. M. (2007) *Rev. Sci. Instrum.* **78**, 013705.

# Annexe A

## Le modèle des plaques minces de Föppl von Kármán

Nous décrirons dans cette annexe les méthodes permettant d'établir les équations devant être vérifiées par une plaque mince pour être à l'équilibre mécanique. Cette annexe reprend les travaux réalisés par H. L. Langhaar [4].

### A.1 Déformation d'un corps

Le modèle des plaques minces de Föppl et von Kármán (FvK) a été élaboré dans le cadre de l'élasticité linéaire. Dans ce cadre, on considère un corps initialement au repos. Les coordonnées cartésiennes d'un point de ce corps sont données par  $(x, y, z)$ . Après déformation élastique, les coordonnées de ce point s'écrivent  $(x + u, y + v, z + w)$  où  $u$ ,  $v$  et  $w$  sont les composantes du vecteur déplacement, qui dépendent des variables  $x$ ,  $y$  et  $z$ . Si on note la longueur initiale élémentaire entre deux points de ce corps  $dl$ , et la longueur finale  $dl'$ , la déformation de cet élément de ligne est donnée par

$$\epsilon = \frac{dl' - dl}{dl}. \quad (\text{A.1})$$

Dans l'état initial, il est possible d'écrire

$$dl^2 = dx^2 + dy^2 + dz^2 = \sum_{i=1,3} dx_i^2, \quad (\text{A.2})$$

et dans l'état final

$$\begin{aligned}
dl'^2 &= (dx + du)^2 + (dy + dv)^2 + (dz + dw)^2 \\
&= \sum_{i=1,3} dx_i^2 + du_i^2 + 2dx_i du_i \\
&= dl^2 + \sum_{i=1,3} du_i^2 + 2dx_i du_i,
\end{aligned} \tag{A.3}$$

avec  $x_i = x, y$  ou  $z$  et  $u_i = u, v$  ou  $w$ . En développant les composantes  $du_k$  sous la forme

$$du_k = \frac{\partial u_k}{\partial x} dx + \frac{\partial u_k}{\partial y} dy + \frac{\partial u_k}{\partial z} dz \tag{A.4}$$

avec  $k = x, y$  ou  $z$ , on obtient

$$du_k^2 = \sum_{p,q} \frac{\partial u_k}{\partial x_p} dx_p \frac{\partial u_k}{\partial x_q} dx_q \tag{A.5}$$

et

$$\begin{aligned}
2 \sum_{i=1,3} dx_i du_i &= 2 \sum_{i,j} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} dx_j dx_i \\
&= \sum_{i,j} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) dx_i dx_j.
\end{aligned} \tag{A.6}$$

Finalement, à partir des Eqs. (A.3), (A.5) et (A.6),  $dl'^2$  se réécrit sous la forme

$$dl'^2 = dl^2 + \sum_l \sum_{i,j} \left( \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_j} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) dx_i dx_j. \tag{A.7}$$

La déformation  $\epsilon$  vérifie alors l'équation suivante

$$\begin{aligned}
\epsilon + \frac{1}{2}\epsilon^2 &= \frac{1}{2} \frac{dl'^2 - dl^2}{dl^2} \\
&= \epsilon_{xx}l^2 + \epsilon_{xy}lm + \epsilon_{xz}ln \\
&\quad + \epsilon_{yx}ml + \epsilon_{yy}m^2 + \epsilon_{yz}mn \\
&\quad + \epsilon_{zx}nl + \epsilon_{zy}nm + \epsilon_{zz}n^2,
\end{aligned} \tag{A.8}$$

où  $(l, m, n)$  sont les directions cosines initiales de l'élément de ligne  $dl^1$  et

$$\epsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u^2}{\partial x} + \frac{\partial v^2}{\partial x} + \frac{\partial w^2}{\partial x} \right) \tag{A.9}$$

---

<sup>1</sup>On rappelle que les directions cosines d'un élément de ligne  $dl$  sont données par  $l = dx/dl$ ,  $m = dy/dl$  et  $n = dz/dl$

$$\epsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u^2}{\partial y} + \frac{\partial v^2}{\partial y} + \frac{\partial w^2}{\partial y} \right) \quad (\text{A.10})$$

$$\epsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u^2}{\partial z} + \frac{\partial v^2}{\partial z} + \frac{\partial w^2}{\partial z} \right) \quad (\text{A.11})$$

$$2\epsilon_{xy} = 2\epsilon_{yx} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial u}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y} \quad (\text{A.12})$$

$$2\epsilon_{xz} = 2\epsilon_{zx} = \frac{\partial w}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial u}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial v}{\partial x} \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial z} \quad (\text{A.13})$$

$$2\epsilon_{yz} = 2\epsilon_{zy} = \frac{\partial w}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial u}{\partial y} \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial v}{\partial y} \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \frac{\partial w}{\partial z} \quad (\text{A.14})$$

Ces équations permettent de relier les déformations aux déplacements.

## A.2 Théorie des plaques et énergie élastique

Dans l'état initial, les deux surfaces d'une plaque sont planes et parallèles ; elles sont appelées "faces" de la plaque. La distance entre ces faces correspond à l'épaisseur de la plaque, notée  $h$ . Une plaque se distingue par le fait que son épaisseur est faible par rapport aux deux dimensions définissant les faces. Le plan à mi-chemin dans l'épaisseur entre les faces est appelé "plan moyen" de la plaque. On travaille en coordonnées orthonormées  $(x, y, z)$ , les axes  $(Ox)$  et  $(Oy)$  étant orientés dans le plan moyen (fig. A.1).

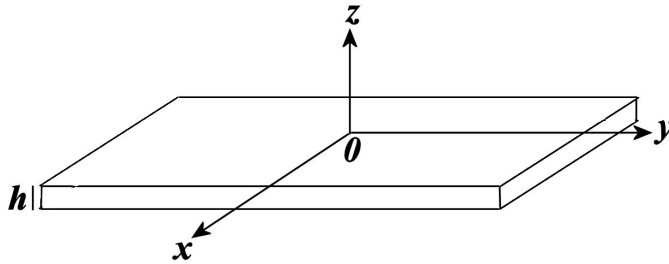


FIG. A.1 – Schéma d'une plaque et orientation du système.

Lors du flambage d'une plaque, on observe que le déplacement hors plan (suivant l'axe  $(Oz)$ ) est beaucoup plus important que les déplacements dans

le volume de la plaque. Von Kármán suggéra donc qu'il était possible de négliger les termes quadratiques  $(\partial u_i/\partial x_i)^2$  dans le tenseur des déformations excepté les termes  $(\partial w/\partial x)^2$  et  $(\partial w/\partial y)^2$ . Ces termes correspondant aux pentes des profils du plan moyen après flambage, ils sont importants comparés aux autres termes quadratiques. Les déformations s'écrivent finalement (Eqs. (A.9) à (A.14)) :

$$\epsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2, \quad (\text{A.15})$$

$$\epsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2, \quad (\text{A.16})$$

$$\epsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z}, \quad (\text{A.17})$$

$$2\epsilon_{xy} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y}, \quad (\text{A.18})$$

$$2\epsilon_{xz} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x}, \quad (\text{A.19})$$

$$2\epsilon_{yz} = \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y}. \quad (\text{A.20})$$

La plaque étant mince, la variation du profil, correspondant au déplacement  $w(x, y)$ , est négligeable dans l'épaisseur. On pose donc également  $\partial w/\partial z = 0$ , c'est-à-dire  $\epsilon_{zz} = 0$ . La condition d'équilibre des forces sur les surfaces impose  $\epsilon_{yz} = \epsilon_{xz} = 0$  sur les faces. Dans ce contexte, on suppose ainsi que cette égalité est vrai en tout point de l'épaisseur. Dans le plan moyen, on note les déplacements  $\bar{u}_i$  et les composantes de la déformation  $e_{ij}$ . Les Eqs. (A.15) à (A.20) conduisent finalement à

$$u = \bar{u} - z \frac{\partial w}{\partial x}, \quad (\text{A.21})$$

$$v = \bar{v} - z \frac{\partial w}{\partial y}, \quad (\text{A.22})$$

$$w = \bar{w}, \quad (\text{A.23})$$

et

$$\epsilon_{xx} = e_{xx} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}, \quad (\text{A.24})$$

$$\epsilon_{yy} = e_{yy} - z \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}, \quad (\text{A.25})$$

$$\epsilon_{xy} = e_{xy} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y}, \quad (\text{A.26})$$

ANNEXE A. LE MODÈLE DES PLAQUES MINCES DE FÖPPL VON KÁRMÁN

avec

$$e_{xx} = \frac{\partial \bar{u}}{\partial x} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2, \quad (\text{A.27})$$

$$e_{yy} = \frac{\partial \bar{v}}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2, \quad (\text{A.28})$$

$$2e_{xy} = \frac{\partial \bar{v}}{\partial x} + \frac{\partial \bar{u}}{\partial y} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y}. \quad (\text{A.29})$$

Afin de déterminer les contraintes, on utilise la loi de Hooke généralisée, dans le cas isotrope, donnée par

$$\sigma_{ij} = 2\mu\epsilon_{ij} + \lambda\delta_i\delta_{ij}, \quad (\text{A.30})$$

avec  $\mu$  et  $\lambda$  les coefficients de Lamé<sup>2</sup>,  $\delta_i$  la trace du tenseur des déformations et  $\delta_{ij}$  le symbole de Kronecker. De même que  $\epsilon_{yy}$  était négligeable par rapport aux autres composantes du tenseur des déformations,  $\sigma_{zz}$  est négligeable devant les autres composantes du tenseur des contraintes. Cet état, appelé état de contraintes planes, conduit à

$$\sigma_{zz} = 2\mu\epsilon_{zz} + \lambda(\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy} + \epsilon_{zz}) = 0. \quad (\text{A.31})$$

On peut donc écrire  $\epsilon_{zz}$  sous la forme

$$\epsilon_{zz} = -\frac{\lambda}{2\mu + \lambda}(\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy}). \quad (\text{A.32})$$

Après simplifications, on obtient les composantes du tenseur des contraintes

$$\sigma_{xx} = \frac{E_f}{1 - \nu_f^2}(\epsilon_{xx} + \nu_f\epsilon_{yy}), \quad (\text{A.33})$$

$$\sigma_{yy} = \frac{E_f}{1 - \nu_f^2}(\epsilon_{yy} + \nu_f\epsilon_{xx}), \quad (\text{A.34})$$

$$\sigma_{xy} = \frac{E_f}{1 + \nu_f}\epsilon_{xy}, \quad (\text{A.35})$$

ce qui revient à écrire

$$\epsilon_{xx} = \frac{1}{E_f}(\sigma_{xx} - \nu_f\sigma_{yy}), \quad (\text{A.36})$$

$$\epsilon_{yy} = \frac{1}{E_f}(\sigma_{yy} - \nu_f\sigma_{xx}), \quad (\text{A.37})$$

$$\epsilon_{zz} = -\frac{\nu_f}{E_f}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}), \quad (\text{A.38})$$

$$\epsilon_{xy} = \frac{1 + \nu_f}{E_f}\sigma_{xy}. \quad (\text{A.39})$$

---

<sup>2</sup>Les coefficients de Lamé sont donnés par  $\mu = \frac{E_f}{2(1+\nu_f)}$  et  $\lambda = \frac{\nu_f E_f}{(1+\nu_f)(1-2\nu_f)}$

L'énergie élastique par unité de volume est donnée par

$$W = \frac{1}{2} \sum_{i,j} \sigma_{ij} \epsilon_{ij}. \quad (\text{A.40})$$

Dans le cas d'une plaque, cette énergie s'écrit en fonction des contraintes sous la forme :

$$W = \frac{1}{2E_f} \left[ \sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 - 2\nu_f \sigma_{xx} \sigma_{yy} + 2(1 + \nu_f) \sigma_{xy}^2 \right], \quad (\text{A.41})$$

et s'écrit en fonction des déformations

$$W = \frac{E_f}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ \epsilon_{xx}^2 + \epsilon_{yy}^2 + 2\nu_f \epsilon_{xx} \epsilon_{yy} + 2(1 - \nu_f) \epsilon_{xy}^2 \right]. \quad (\text{A.42})$$

L'énergie élastique emmagasinée dans la plaque  $U$  est donnée par l'intégrale de  $W$  sur le volume :

$$U = \int_x \int_y \int_z W \, dx dy dz. \quad (\text{A.43})$$

La résolution de l'Eq. (A.43) permet de décomposer l'énergie en une somme de trois termes,  $U = U_1 + U_2 + U_3$ , avec

$$U_1 = \frac{E_f}{2(1 - \nu_f^2)} \int \int \int \left[ e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + 2\nu_f e_{xx} e_{yy} + 2(1 - \nu_f) e_{xy}^2 \right] dx dy dz, \quad (\text{A.44})$$

$$U_2 = -\frac{E_f}{1 - \nu_f^2} \int \int \int \left[ \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) + \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) + 2(1 - \nu_f) \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} e_{xy} \right] z \, dx dy dz, \quad (\text{A.45})$$

$$U_3 = \frac{E_f}{2(1 - \nu_f^2)} \int \int \int \left[ \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right)^2 + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)^2 + 2\nu_f \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + 2(1 - \nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \right] z^2 \, dx dy dz. \quad (\text{A.46})$$

L'épaisseur  $h$  étant constante, on a finalement

$$U_1 = U_c = \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \int \int \left[ e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + 2\nu_f e_{xx} e_{yy} + 2(1 - \nu_f) e_{xy}^2 \right] dx dy, \quad (\text{A.47})$$

$$U_2 = 0 \quad (\text{A.48})$$

$$U_3 = U_f = \frac{E_f h^3}{24(1 - \nu_f^2)} \int \int \left[ \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right)^2 + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)^2 + 2\nu_f \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + 2(1 - \nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \right] dx dy. \quad (\text{A.49})$$

L'énergie  $U_c$  est appelée énergie de membrane ; elle est liée à la compression dans le volume. L'énergie  $U_f$  correspond à l'énergie de flexion.

A partir de cette expression de l'énergie, Föppl et von Kármán ont obtenu les équations d'équilibre d'une plaque mince en utilisant l'équation d'Euler.

### A.3 Détermination de l'équation d'Euler

Le détermination de l'équation d'Euler est basée sur une méthode variationnelle. L'état d'équilibre est obtenu en minimisant l'énergie potentielle du système étudié. Dans le cas d'une plaque, le problème se réduit à un problème à deux variables  $x$  et  $y$ . On exprime  $w$  en fonction de ces variables ;  $w(x, y)$  correspond ainsi à une surface dans un espace orthonormé  $(x, y, w)$ . L'énergie potentielle  $U$  du système est donnée par une intégrale double sur une région  $R$  de forme générale

$$U = \int \int_R F \left( x, y, w, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right). \quad (\text{A.50})$$

Le potentiel  $F$  est une fonction donnée de huit variables :  $x, y, w, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y}$ . On applique tout d'abord une variation  $\epsilon \cdot \eta(x, y)$  à  $w$ , où  $\epsilon$  est un paramètre et  $\eta$  une fonction quelconque. La variation de l'énergie potentielle est alors donnée par

$$\begin{aligned} \Delta U = & \int \int_R \left[ F \left( x, y, w + \epsilon \eta, \frac{\partial w}{\partial x} + \epsilon \frac{\partial \eta}{\partial x}, \right. \right. \\ & \left. \left. \frac{\partial w}{\partial y} + \epsilon \frac{\partial \eta}{\partial y}, \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + \epsilon \frac{\partial^2 \eta}{\partial x^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + \epsilon \frac{\partial^2 \eta}{\partial y^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} + \epsilon \frac{\partial^2 \eta}{\partial x \partial y} \right) \right. \\ & \left. - F \left( x, y, w, \frac{\partial w}{\partial x}, \frac{\partial w}{\partial y}, \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}, \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right) \right] dx dy. \quad (\text{A.51}) \end{aligned}$$

Au moyen du théorème de Taylor, on développe la fonction  $F$  en ne gardant que les terme d'ordre  $\epsilon$ . On obtient

$$\begin{aligned}
F(x, y, w + \epsilon\eta, \dots) &= F(x, y, w, \dots) \\
&+ \epsilon \left[ \eta \frac{\partial F}{\partial w} + \frac{\partial \eta}{\partial x} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial x})} + \frac{\partial \eta}{\partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial y})} \right. \\
&+ \frac{\partial^2 \eta}{\partial x^2} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} + \frac{\partial^2 \eta}{\partial y^2} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} \\
&\left. + \frac{\partial^2 \eta}{\partial x \partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} \right]. \tag{A.52}
\end{aligned}$$

La variation d'énergie potentielle à l'ordre  $\epsilon$  s'écrit alors

$$\begin{aligned}
\delta U = \epsilon \int \int_R \left( \eta \frac{\partial F}{\partial w} + \frac{\partial \eta}{\partial x} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial x})} + \frac{\partial \eta}{\partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial y})} + \frac{\partial^2 \eta}{\partial x^2} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} \right. \\
\left. + \frac{\partial^2 \eta}{\partial y^2} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} + \frac{\partial^2 \eta}{\partial x \partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} \right) dx dy. \tag{A.53}
\end{aligned}$$

L'Eq. (A.53) se simplifie par intégration par parties. On emploie alors le théorème de Green, qui s'écrit dans le cas de deux fonctions quelconques  $u(x, y)$  et  $v(x, y)$ , continues et ayant des dérivées premières incluses dans  $R$ ,

$$\int \int_R \left( \frac{\partial v}{\partial x} - \frac{\partial u}{\partial y} \right) dx dy = \oint_C (u dx + v dy). \tag{A.54}$$

La courbe  $C$  correspond à la frontière de la région  $R$ . La variation d'énergie au premier ordre en  $\epsilon$ ,  $\delta U$  (Eq. (A.53)), se développe alors sous la forme

$$\begin{aligned}
 \delta U = & \epsilon \int \int_R \left[ \frac{\partial F}{\partial w} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial x})} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial y})} \right) + \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} \right) \right. \\
 & + \left. \frac{\partial^2}{\partial y^2} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} \right) + \frac{\partial^2}{\partial x \partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} \right) \right] \eta dx dy \\
 & + \epsilon \oint_C \left[ \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial x})} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} \right) \right] \eta dy \\
 & - \epsilon \oint_C \left[ \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial y})} - \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} \right) \right] \eta dx \\
 & + \epsilon \oint_C \frac{\partial \eta}{\partial x} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} dy - \epsilon \oint_C \frac{\partial \eta}{\partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} dx \\
 & + \epsilon \oint_C \eta \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} dx + \epsilon \oint_C \frac{\partial \eta}{\partial y} \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} dy \tag{A.55}
 \end{aligned}$$

Pour que l'énergie potentielle du système soit minimale, la variation d'énergie potentielle totale  $\Delta U$  doit être positive quelle que soit la perturbation appliquée à  $w$ . Cette condition implique que  $\delta U \geq 0 \forall \epsilon$  et  $\forall \eta$ . La seule et unique solution est alors  $\delta U = 0$  et l'intégrale double doit s'annuler indépendamment des intégrales de lignes. Cette condition conduit à

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial F}{\partial w} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial x})} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial w}{\partial y})} \right) + \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x^2})} \right) \\
 + \frac{\partial^2}{\partial x \partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})} \right) + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \left( \frac{\partial F}{\partial (\frac{\partial^2 w}{\partial y^2})} \right) = 0 \tag{A.56}
 \end{aligned}$$

Cette équation différentielle est connue sous le nom d'équation d'Euler. Pour que l'énergie potentielle du système soit minimale, cette équation doit également être vérifiée pour une perturbation de  $u$  et pour une perturbation de  $v$ . On obtient donc autres deux équations identiques à l'Eq. (A.56) en fonction de  $u$  et de  $v$ .

## A.4 Équations de Föppl-von Kármán

A partir des Eqs. (A.27) à (A.29), les déformations  $e_{xx}$ ,  $e_{yy}$  et  $e_{xy}$  dans le plan moyen s'expriment en fonction des termes  $\bar{u}$ ,  $\bar{v}$  et  $w$ . L'énergie potentielle

totale de la plaque  $U$  doit alors vérifier les trois équations d'Euler définies précédemment. Le potentiel  $F$  est obtenu à partir des Eqs. (A.47) et (A.49), et s'écrit

$$F = \frac{E_f h}{2(1-\nu_f^2)} \left[ e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + 2\nu_f e_{xx} e_{yy} + 2(1-\nu_f) e_{xy}^2 \right. \\ \left. + \frac{h^2}{12} \left[ \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right)^2 + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)^2 + 2\nu_f \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + 2(1-\nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \right] \right] \quad (\text{A.57})$$

Dans le cas d'une perturbation appliquée à  $w$ , on note certaines simplifications lors du calculs des dérivées partielles intervenant dans l'Eq. (A.56) et notamment

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial e_{xx}^2}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)} \right) = 2 \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} e_{xx} + 2 \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial e_{xx}}{\partial x} \quad (\text{A.58})$$

$$\frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial e_{yy}^2}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)} \right) = 2 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} e_{yy} + 2 \frac{\partial w}{\partial y} \frac{\partial e_{yy}}{\partial y} \quad (\text{A.59})$$

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial e_{xy}^2}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)} \right) = \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} e_{xy} + \frac{\partial w}{\partial y} \frac{\partial e_{xy}}{\partial x} \quad (\text{A.60})$$

$$\frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial e_{xy}^2}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)} \right) = \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} e_{xy} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial e_{xy}}{\partial y} \quad (\text{A.61})$$

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial e_{xx} e_{yy}}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)} \right) = \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} e_{yy} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial e_{yy}}{\partial x} \quad (\text{A.62})$$

$$\frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial e_{xx} e_{yy}}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)} \right) = \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} e_{xx} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial e_{xx}}{\partial y}. \quad (\text{A.63})$$

Le premier terme dans l'Eq.(A.56) est donc

$$\frac{\partial F}{\partial w} = 0 \quad (\text{A.64})$$

le second

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial F}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)} \right) = \frac{E_f h}{2(1-\nu_f^2)} \left[ 2 \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) \right. \\ \left. + 2 \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial}{\partial x} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) \right. \\ \left. + 2(1-\nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} e_{xy} + \frac{\partial w}{\partial y} \frac{\partial e_{xy}}{\partial x} \right) \right] \quad (\text{A.65})$$

le troisième

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)} \right) &= \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ 2 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) \right. \\ &+ 2 \frac{\partial w}{\partial y} \frac{\partial}{\partial y} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) \\ &+ \left. 2(1 - \nu_f) \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} e_{xy} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial e_{xy}}{\partial y} \right) \right] \end{aligned} \quad (\text{A.66})$$

le quatrième

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} \left( \frac{\partial F}{\partial \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right)} \right) = \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ \frac{h^2}{6} \left( \frac{\partial^4 w}{\partial x^4} + \nu_f \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2} \right) \right] \quad (\text{A.67})$$

le cinquième

$$\frac{\partial^2}{\partial y^2} \left( \frac{\partial F}{\partial \left( \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right)} \right) = \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ \frac{h^2}{6} \left( \frac{\partial^4 w}{\partial y^4} + \nu_f \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2} \right) \right] \quad (\text{A.68})$$

et le sixième

$$\frac{\partial^2}{\partial x \partial y} \left( \frac{\partial F}{\partial \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)} \right) = \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ \frac{h^2}{3} (1 - \nu_f) \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2} \right]. \quad (\text{A.69})$$

En rassemblant tous ces termes en fonctions des dérivées de même ordre de  $w$ , on obtient

$$\begin{aligned} \frac{E_f h}{2(1 - \nu_f^2)} \left[ \right. &- \left( 2 \frac{\partial}{\partial x} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) + 2(1 - \nu_f) \frac{\partial e_{xy}}{\partial y} \right) \frac{\partial w}{\partial x} \\ &- \left( 2 \frac{\partial}{\partial y} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) + 2(1 - \nu_f) \frac{\partial e_{xy}}{\partial x} \right) \frac{\partial w}{\partial y} \\ &- \left( 2(e_{xx} + \nu_f e_{yy}) \right) \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \\ &- \left( 2(e_{yy} + \nu_f e_{xx}) \right) \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \\ &- \left( 4(1 - \nu_f) e_{xy} \right) \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \\ &+ \left. \frac{h^2}{6} \left( \frac{\partial^4 w}{\partial x^4} + \frac{\partial^4 w}{\partial y^4} + 2 \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2} \right) \right] = 0. \end{aligned} \quad (\text{A.70})$$

Le même raisonnement est alors appliqué à  $\bar{u}$  et à  $\bar{v}$ . Dans le cas où la variation est appliquée à  $\bar{u}$ , l'Eq. (A.56) s'écrit

$$\frac{\partial}{\partial x}(e_{xx} + \nu_f e_{yy}) + (1 - \nu_f) \frac{\partial e_{xy}}{\partial y} = 0, \quad (\text{A.71})$$

et dans le cas où la variation est appliquée à  $\bar{v}$ , l'Eq. (A.56) s'écrit

$$\frac{\partial}{\partial y}(e_{yy} + \nu_f e_{xx}) + (1 - \nu_f) \frac{\partial e_{xy}}{\partial x} = 0. \quad (\text{A.72})$$

L'Eq. (A.70) se simplifie finalement à partir des Eqs. (A.71) et (A.72) sous la forme

$$\nabla^2 \nabla^2 w = \frac{12}{h^2} \left[ (e_{xx} + \nu_f e_{yy}) \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + (e_{yy} + \nu_f e_{xx}) \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right]$$

avec  $\nabla^2 \nabla^2$  le double Laplacien donné par

$$\nabla^2 \nabla^2 w = \frac{\partial^4 w}{\partial x^4} + \frac{\partial^4 w}{\partial y^4} + 2 \frac{\partial^4 w}{\partial x^2 \partial y^2}. \quad (\text{A.74})$$

Un élément rectangulaire de la plaque est soumis à des forces  $N_{xx}$ ,  $N_{yy}$ ,  $N_{xy}$  et  $N_{yx}$  qui s'expriment en fonction des contraintes

$$N_{xx} = \int_{-h/2}^{h/2} \sigma_{xx} dz, \quad N_{yy} = \int_{-h/2}^{h/2} \sigma_{yy} dz \quad \text{et} \quad N_{xy} = N_{yx} = \int_{-h/2}^{h/2} \sigma_{xy} dz \quad (\text{A.75})$$

En utilisant les Eqs.(A.24) à (A.26) et (A.33) à (A.35) on obtient

$$\begin{aligned} N_{xx} &= \frac{E_f h}{1 - \nu_f^2} (e_{xx} + \nu_f e_{yy}), \\ N_{yy} &= \frac{E_f h}{1 - \nu_f^2} (e_{yy} + \nu_f e_{xx}), \\ N_{xy} &= N_{yx} = \frac{E_f h}{1 + \nu_f} e_{xy}. \end{aligned} \quad (\text{A.76})$$

Les Eqs. (A.71) à (A.73) s'écrivent alors

$$\frac{\partial N_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial N_{xy}}{\partial y} = 0 \quad (\text{A.77})$$

$$\frac{\partial N_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial N_{xy}}{\partial x} = 0 \quad (\text{A.78})$$

$$D \nabla^2 \nabla^2 w = N_{xx} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + N_{yy} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + 2 N_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \quad (\text{A.79})$$

ANNEXE A. LE MODÈLE DES PLAQUES MINCES DE FÖPPL VON KÁRMÁN

avec

$$D = \frac{E_f h^3}{12(1 - \nu_f^2)} \quad (\text{A.80})$$

le module de rigidité à la flexion. La solution générale des Eqs.(A.77) et(A.78) s'écrit

$$N_{xx} = \frac{\partial^2 \psi}{\partial y^2}, \quad N_{yy} = \frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2}, \quad N_{xy} = -\frac{\partial^2 \psi}{\partial x \partial y}, \quad (\text{A.81})$$

où  $\psi$  est appelée fonction de Airy. L'Eq.(A.79) s'écrit ainsi

$$D \nabla^2 \nabla^2 w = \frac{\partial^2 \psi}{\partial y^2} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} - 2 \frac{\partial^2 \psi}{\partial x \partial y} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \quad (\text{A.82})$$

Une seconde relation peut également être obtenue. Les Eqs.(A.76) et (A.81) conduisent à

$$he_{xx} = \frac{1}{E_f} (N_{xx} - \nu_f N_{yy}) = \frac{1}{E_f} \left( \frac{\partial^2 \psi}{\partial y^2} - \nu_f \frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} \right) \quad (\text{A.83})$$

$$he_{yy} = \frac{1}{E_f} (N_{yy} - \nu_f N_{xx}) = \frac{1}{E_f} \left( \frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} - \nu_f \frac{\partial^2 \psi}{\partial y^2} \right) \quad (\text{A.84})$$

$$he_{xy} = \frac{1 + \nu_f}{E_f} N_{xy} = -\frac{1 + \nu_f}{E_f} \frac{\partial^2 \psi}{\partial x \partial y}. \quad (\text{A.85})$$

Les déformations dans le plan moyen (Eqs.(A.27) à (A.29)) permettent d'écrire

$$\frac{\partial^2 e_{xx}}{\partial y^2} = \frac{\partial^3 \bar{u}}{\partial x \partial y^2} + \frac{\partial^3 w}{\partial x \partial y^2} \frac{\partial w}{\partial x} + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \quad (\text{A.86})$$

$$\frac{\partial^2 e_{yy}}{\partial x^2} = \frac{\partial^3 \bar{v}}{\partial x^2 \partial y} + \frac{\partial^3 w}{\partial x^2 \partial y} \frac{\partial w}{\partial y} + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \quad (\text{A.87})$$

$$2 \frac{\partial^2 e_{xy}}{\partial x \partial y} = \frac{\partial^3 \bar{v}}{\partial x^2 \partial y} + \frac{\partial^3 \bar{u}}{\partial x \partial y^2} + \frac{\partial^3 w}{\partial x^2 \partial y} \frac{\partial w}{\partial y} \quad (\text{A.88})$$

$$+ \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + \frac{\partial^3 w}{\partial x \partial y^2} \frac{\partial w}{\partial x} + \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 \quad (\text{A.89})$$

$$(\text{A.90})$$

ce qui conduit à l'équation

$$\frac{\partial^2 e_{xx}}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 e_{yy}}{\partial x^2} - 2 \frac{\partial^2 e_{xy}}{\partial x \partial y} = \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 - \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}. \quad (\text{A.91})$$

A partir des Eqs. (A.83) à (A.85), l'Eq.(A.91) se réécrit finalement

$$\nabla^2 \nabla^2 \psi + E_f h \left( \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} - \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \right)^2 = 0 \quad (\text{A.92})$$

Les Eqs. (A.82) et (A.92) sont les relations fondamentales de la théorie des plaques minces de Föppl von Kármán. Pour être à l'équilibre, une plaque devra vérifier ces deux équations.

# Annexe B

## Dispositifs expérimentaux

### B.1 Techniques de dépôts

De nombreuses techniques de dépôts sont utilisées pour élaborer les films minces. La plus utilisée dans le domaine industriel est la méthode électrolytique. Cependant, les méthodes dites physiques permettent généralement d'obtenir de meilleurs états de surfaces. Lors de nos recherches, deux techniques de dépôt ont été utilisées : la technique de type "Physical Vapour Deposition" (PVD) et la technique de type Magnétron. Nous n'expliquerons que très brièvement le principe de ces méthodes, celles-ci ayant déjà été décrites dans de nombreux ouvrages [18, 19, 26, 64].

#### B.1.1 Technique de type PVD

Cette technique consiste à bombarder une cible constituée de l'élément à déposer, avec un faisceau d'ions. Ces ions sont obtenus en injectant un gaz inerte, généralement de l'argon, dans une boîte à plasma. Deux machines de ce type sont utilisées pour nos études : EVASION et NORDIKO. La machine NORDIKO a la particularité de ioniser le gaz avec un appareillage de type magnétron et non avec un filament comme sur EVASION (où la source est de type Kaufman). Le plasma est alors créé par radio fréquences, permettant d'éviter toute pollution. Des aimants sont placés tout autour de l'enceinte circulaire afin de piéger les électrons et d'accélérer le processus. Les ions sont extraits de l'enceinte magnétron à l'aide d'une grille chargée négativement, avant d'être accélérés et focalisés sur la cible. Des atomes sont arrachés de la cible et viennent se déposer sur les substrats. L'enceinte de dépôt est maintenue sous vide secondaire durant toute la durée du dépôt. La machine de dépôt EVASION dispose en plus d'un système de refroidissement du porte-échantillon, contrairement à NORDIKO.

### B.1.2 Technique de type magnétron

La technique de type magnétron a la particularité de ne pas utiliser de canon à ions pour pulvériser la cible. L'argon pénètre à l'intérieur de l'enceinte par des conduits appelés gardes, situés de chaque côté de la cible. Il est alors ionisé par radio-fréquences. Une différence de potentiel de 1000 V est appliquée entre le porte-échantillon (cathode) et la cible (anode). Les ions  $\text{Ar}^+$  contenus dans le plasma viennent alors pulvériser la cible. Cette dernière est placée sur des aimants permettant de localiser le plasma au niveau de la cible.

## B.2 La profilométrie mécanique

La profilométrie mécanique est une méthode d'analyse des surfaces. Elle consiste à faire se déplacer une pointe sur la surface d'un échantillon, afin d'en tracer le profil. L'appareil utilisé pour notre étude est un appareil de type *DEKTAK<sup>TM</sup>* permettant des mesures avec une précision verticale de l'ordre du nanomètre. Cette méthode permet en particulier de remonter à l'épaisseur d'un film, ainsi qu'à ses contraintes internes.

Lors des dépôts, un masque est disposé sur un morceau de silicium de manière à ne recouvrir qu'une partie de la surface. En ôtant ce masque après dépôt, il est possible de mesurer la hauteur de la marche créée, entre la partie recouverte et la partie vierge, et ainsi de déterminer l'épaisseur des films déposés.

La détermination des contraintes internes se fait à partir de la mesure des rayons de courbure d'éprouvettes de silicium. Des poutres de silicium de faible épaisseur ( $\approx 200$  nm) sont placées dans l'enceinte de dépôt. Sous l'effet des contraintes résiduelles dans les films qui les recouvrent, ces poutres se courbent de façon concave ou convexe (fig. B.1).

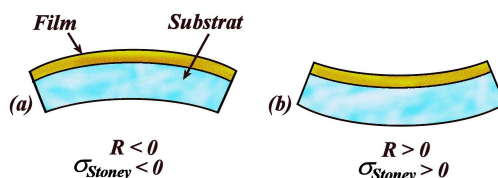


FIG. B.1 – Courbures d'une poutre induites par les contraintes internes d'un film. Cas de contraintes (a) de compression et (b) de tension.

A partir de la mesure des rayons de courbure avant et après dépôt, notés respectivement  $R_i$  et  $R_f$ , il est possible d'estimer les contraintes internes à

partir de la formule de Stoney [65] :

$$\sigma_{Stoney} = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{A_s^2}{6h} \left( \frac{1}{R_f} - \frac{1}{R_i} \right) \quad (\text{B.1})$$

avec  $E_s$  le module d'Young du substrat,  $\nu_s$  son coefficient de Poisson et  $A_s$  son épaisseur. Cette équation présente l'avantage d'être indépendante des propriétés mécaniques du film, qui sont généralement mal connues, du fait de sa basse dimensionnalité.

## B.3 La microscopie à force atomique

La microscopie en champ proche est une méthode d'analyse des surfaces regroupant différents types de microscopies et notamment la microscopie à effet tunnel (STM) et la microscopie à force atomique (AFM).

Le STM a été inventé en 1981 par Gerd Binnig et Heinrich Rohrer, deux chercheurs d'IBM, qui reçurent le prix Nobel de physique en 1986 pour cette invention [66]. Cette technique de microscopie est basée sur le phénomène quantique, appelé effet tunnel. En mesurant l'intensité du courant tunnel entre une pointe et la surface de l'échantillon, il est possible de remonter à la topographie en effectuant un balayage de la surface. Cette technique est cependant limitée aux surfaces conductrices. L'invention de la microscopie à force atomique en 1985, par Gerd Binnig, Calvin Quate et Christopher Gerber [67], permettra de s'affranchir de cette spécificité.

### B.3.1 Principe

Cette méthode consiste à balayer la surface avec une pointe. Il est alors possible de mesurer la force entre la pointe et l'échantillon, liée aux interactions physiques de types Van Der Waals, coulombienne, magnétique, contact... Il existe d'ailleurs en théorie autant de microscopes potentiels que d'interactions physiques mesurables. L'évolution de cette technique d'imagerie doit beaucoup aux travaux des ingénieurs Y. Martin, C. C. Williams et H. K. Wickramasinghe [68] et G. M. McLelland, R. Erlandsson et S. Chiangde [69]. Ils eurent l'idée de fixer la pointe à l'extrémité d'un bras de levier, appelé cantilever, et de mesurer la déflexion de ce dernier de manière optique. Ce cantilever, d'épaisseur microscopique, est sensible à des forces de très faible intensité. Il joue un rôle de ressort et permet de mesurer des forces de l'ordre de la centaine de piconewtons. L'obtention de la topographie de la surface est alors obtenue en mesurant les variations de la déflexion du cantilever.

### B.3.2 Instrumentation

Deux systèmes entrent en jeu dans l'acquisition des images AFM. Le premier permet le balayage de la surface par la pointe. Celui-ci se fait à l'aide d'une céramique piézo-électrique cylindrique, pouvant s'étendre et se rétracter suivant les axes  $(Ox)$ ,  $(Oy)$  et  $(Oz)$ . La pointe balaye la surface en 512 allers-retours, suivant un axe appelé axe rapide, tout en se décalant suivant la direction perpendiculaire, appelée axe lent (fig.B.2). Chaque ligne étant constituée de 512 points, une image a donc une résolution de 512x512 pixels.

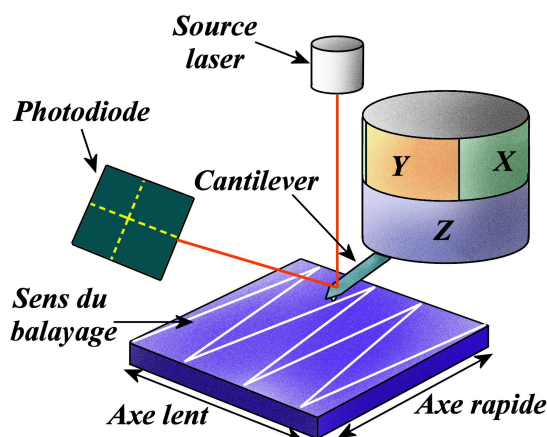


FIG. B.2 – Principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique.

Le principe d'agrandissement est simplement basé sur la taille de la zone balayée. L'AFM utilisé lors de notre étude (*Dimension3100*, *Veeco<sup>TM</sup>*) balaye une zone de  $90 \times 90 \mu\text{m}^2$  au maximum (ce qui correspond à une résolution latérale de 176 nm). La taille minimale est expérimentalement de  $\approx 100 \times 100 \text{ nm}^2$  (ce qui correspond à une résolution de 0,2 nm). Cette limite inférieure est en théorie plus faible, mais elle est limitée notamment par des problèmes de dérives thermiques du système ou de capillarité.

Le second système permet la mesure de la déflexion du bras de levier. Cette mesure se fait à l'aide d'un laser venant se réfléchir sur le cantilever en direction d'une photo-diode. Une boucle d'asservissement est appliquée à la céramique piézo-électrique afin de maintenir le spot au centre de la photo-diode. La déflexion du cantilever est maintenue constante ce qui permet d'imager des zones non planes sans crainte de casser le bras de levier. La mesure des variations de la tension appliquée à la céramique permet d'obtenir une image dite en signal d'erreur. Ce signal est alors intégré afin d'obtenir l'élongation de la céramique. On remonte ainsi aux variations de hauteur sur

la surface de l'échantillon. L'allongement de la céramique suivant l'axe ( $Oz$ ) est encodé sur 65536 niveaux. Un code de couleur est appliqué à ces niveaux et permet l'obtention d'une image en trois dimensions de la surface. L'allongement maximal de la céramique utilisée au cours de nos études étant de  $6,415 \mu\text{m}$ , la précision est d'environ  $0,1 \text{ nm}$ . Il est cependant possible d'encoder un allongement plus faible. L'allongement minimal étant de  $200 \text{ nm}$ , la résolution théorique est par conséquent abaissée à  $0,003 \text{ nm}$ . La précision est donc cent fois plus grande suivant la direction ( $Oz$ ) que suivant les directions planaires ( $Ox$ ) et ( $Oy$ ).

L'AFM utilisé pour notre étude dispose d'une platine de translation et d'une caméra vidéo. Ce système permet de se positionner sur les zones d'intérêt à caractériser.

### B.3.3 Limitations de la technique

De nombreux problèmes sont liés à l'acquisition, mais aussi à l'analyse des images réalisées. Le principal problème lors de l'acquisition provient de la dérive et des vibrations. L'AFM utilisé n'étant pas sous vide, les vibrations sonores peuvent faire vibrer le cantilever et ainsi perturber l'acquisition des données. La dérive de l'image est principalement imputable à la dérive thermique, qui modifie l'allongement des céramiques piézo-électriques. Elle peut aussi être liée à une mauvaise fixation de l'échantillon sur son support ou à des instabilités mécaniques lors des tests de compression in-situ. Ces effets sont d'autant plus importants que la zone imagée est petite.

Les défauts liés à l'appareillage sont également nombreux. On notera notamment des problèmes liés à l'asservissement du déplacement de la pointe. Si une structure trop abrupte (une marche par exemple) est présente à la surface, la pointe va avoir tendance à flotter le temps de retrouver le contact. La structure va apparaître "lissée" ou élargie sur l'image. Il faut donc asservir au maximum le déplacement de la pointe afin qu'elle suive au mieux les variations topographiques de la surface. Cependant, un asservissement trop important induit un phénomène de vibration de la pointe, sous l'effet de mouvements trop rapides de la céramique suivant l'axe ( $Oz$ ). On notera également des problèmes liés à la pointe elle-même (pointe arrondie, sale ou abîmée). Ces défauts sont généralement facilement identifiables. Enfin, l'allongement de la céramique piézo-électrique n'est pas parfaitement linéaire. Ceci induit des courbures sur l'image, d'autant plus importantes que la zone observée est grande.

Il est important de noter qu'un traitement numérique des images est également nécessaire après acquisition : le "line by line" et le "plane fit". Le premier consiste à ramener chaque ligne dans un plan moyen, de façon à éli-

miner les défauts engendrés lors des allers-retours successifs de la pointe. Le second permet de compenser l'inclinaison éventuelle de la surface de l'échantillon. Ces traitements permettent également de corriger les effets liés à la courbure de la céramique piézo-électrique. Le traitement type d'une image AFM est présentée en fig. B.3. Le traitement numériques des images est réalisé à l'aide du logiciel WSxM [70].

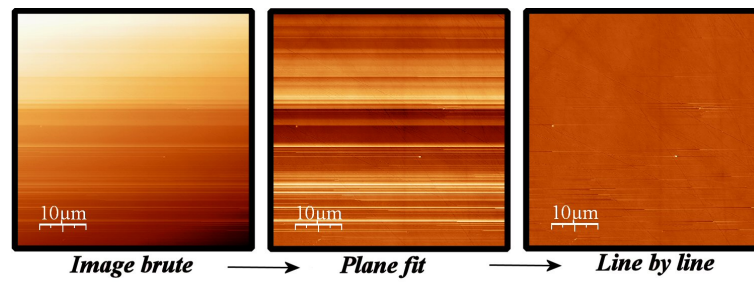


FIG. B.3 – Traitement classique d'une image AFM.

## Annexe C

# Dynamique de la transition morphologique des structures de flambage.

Les évolutions morphologiques de structures de flambage ont été mises en évidence lors d'observations sur des films d'acier inoxydable, déposés sur des substrats de polycarbonate, après relaxation de la contrainte appliquée [18]. Plus récemment, l'évolution d'une ride vers un réseau de bulles a également été observée sur la surface d'un CD déformé [17]. En fonction de l'orientation des contraintes s'appliquant sur la structure de flambage, celle-ci passe d'une forme en ride droite à une forme en réseau de bulles (c.f. fig.C.1).

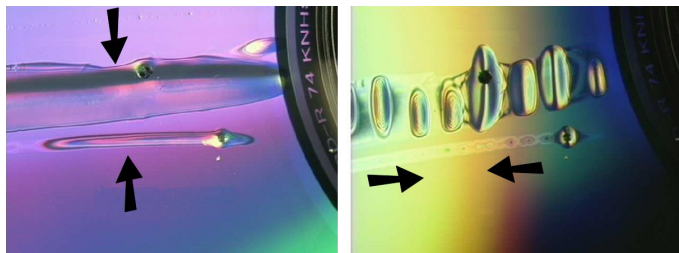


FIG. C.1 – Image optique de structure de flambage observées à la surface d'un CD, après déformation. Modification de la forme des cloques en fonction du sens de la flexion appliquée au système (flèches noires) [17].

G. Parry a modélisé la dynamique de ces transitions par une méthode numérique par éléments finis. J'ai alors réalisé des expériences de compression, in-situ sous AFM, afin de confronter mes résultats avec ces simulations. Cette étude a été publiée en 2005 [31]. Une copie de cet article est reportée ici.

## Snapthrough occurring in the postbuckling of thin films

G. Parry,<sup>a)</sup> J. Colin, C. Coupeau, F. Foucher, A. Cimetière, and J. Grilhé  
 University of Poitiers, LMP-UMR6630 CNRS, France

(Received 2 September 2004; accepted 20 January 2005; published online 15 February 2005)

The postbuckling transition from an initially straight-sided wrinkle to a distribution of bubbles has been investigated by means of finite element simulations in the case of a thin film relying on a rigid substrate. The calculations show that a snapthrough occurs when the buckling wavelength exceeds a critical value. Experimental atomic force microscopy observations of this transition have been reported and found to be in good agreement with the calculations. © 2005 American Institute of Physics. [DOI: 10.1063/1.1868878]

The buckling and delamination of stressed thin films on substrates have been widely investigated as their applications in industry are numerous. For instance, the buckling without delamination of metallic thin films deposited on compliant elastomeric substrates has applications in microelectronics since these structures may be used as stretchable devices.<sup>1-3</sup> In the framework of Föppl-Von Karman theory of plates, different buckled delamination patterns have been analyzed, such as straight-sided wrinkles, wormlike or bubbles structures.<sup>4-6</sup> The formation of such structures induced by external compression of the substrate has been recently investigated by an original experimental device allowing *in situ* atomic force microscopy (AFM) observations of the sample surface during compression.<sup>7-9</sup> It has been emphasized that both the wormlike and bubble patterns are buckling modes of the straight-sided wrinkle, energetically favorable for high stress levels.<sup>8,10</sup> Those patterns are hence referenced in thin-film literature as “secondary buckling patterns.”

Energetically optimal wavelengths provided by the linear stability analysis of initially straight-sided structures have been computed and compared to experiments.<sup>8,10,11</sup> This linear approach gives only equilibrium states close to the straight-sided wrinkle, whereas experimental observations generally reveal very different postcritical equilibria. Some attempts have recently been made to determine the main conditions for those transitions to occur in the context of postbuckling analysis.<sup>12,13</sup>

In this letter, the postbuckling behavior encountered during the transition from the straight-sided wrinkle to bubbles has been first investigated by means of a nonlinear finite element calculation. The results have then been compared with atomic force microscopy observations of nickel thin films deposited on substrates by a sputtering method.

The calculations are carried out for an elastic strip loaded by a biaxial in-plane compression. The problem is highly nonlinear. The successive postbuckling patterns of the initially plane film are characterized by large out of plane displacements  $\zeta(x, y)$ , which means that the complete geometrical nonlinear Green-Lagrange strain tensor has to be used. The successive equilibrium states are thus depending on the loading history, although the behavior of the material is elastic. The substrate is taken into account by introducing a rigid plane. The second source of nonlinearity comes from

the unilateral character of the problem. The out-of-plane displacements and the contact reaction forces are positive on the strip. The contact is supposed frictionless. The numerical resolution of the problem is carried out with the finite element code ABAQUS.<sup>14</sup>

The elastic strips are rectangular plates of length  $a$ , width  $b$  and thickness  $h$ . The straight-sided wrinkle of width  $b$  is supposed to turn into a row of bubbles periodically spatially distributed, each bubble being of length  $a$ . The width  $b$  is a given data, resulting from the delamination. The length  $a$  of the studied bubble is in the range  $[0.8, 1.2]$ , which is neighboring an optimal value previously determined in Ref. 12. The domain is meshed with quadrilateral shell elements including a finite membrane strain formulation. Periodicity conditions are prescribed along the transversal edges of the wrinkle ( $x=0$  and  $x=a$ ) separating neighboring bubbles, whereas the borders of the delaminated zone ( $y=0$  and  $y=b$ ) are clamped (see Ref. 12 for more details). The borders are loaded by biaxial in-plane displacements  $(U_x, U_y)$ . Although the loading is a controlled displacement, it will be further expressed as a function giving the stresses along the boundaries of the domain. The loading history fits with the experimental loading procedure, in which the film is first loaded and then unloaded.<sup>15</sup> During the first calculations stage, the longitudinal  $\sigma_{xx}$  and transversal  $\sigma_{yy}$  stress components (see Fig. 1 for axis configuration) increase, in such a way that  $\sigma_{yy} > \sigma_{xx}$ . The initially flat thin film then changes into a straight-sided wrinkle found to be the most stable pattern. A second calculation stage is performed, during which the transversal stress  $\sigma_{yy}$  decreases, while the longitudinal stress  $\sigma_{xx}$  increases proportionally to a dimensionless control parameter  $\lambda$ , increasing from 0 to 1. An intermediate loading state between the initial loading  $(\sigma_{xx}^0, \sigma_{yy}^0)$  and the final loading  $(\sigma_{xx}^0 + \Delta\sigma_{xx}^f, \sigma_{yy}^0 - \Delta\sigma_{yy}^f)$  is hence defined by  $(\sigma_{xx}^0 + \lambda\Delta\sigma_{xx}^f, \sigma_{yy}^0 - \lambda\Delta\sigma_{yy}^f)$ . The stable equilibrium evolves thus from the straight-sided wrinkle ( $\lambda=0$ ) to the distribution of bubbles relying on the substrate ( $\lambda=1$ ) (see Fig. 1). For each value of  $a$ , the straight-sided wrinkle buckles into bubbles for the critical loading value  $\lambda(a)$ , with  $0 < \lambda(a) < 1$ . Calculations have been carried out with the Riks method<sup>16</sup> in order to pass the limit points and obtain the different solution branches.

In order to give a convenient representation of the load-displacement response of the buckling patterns, the vertical displacement  $\zeta_P$  is computed for the particular point  $P$  situated in the middle of the transversal edge as shown Fig. 1. In

<sup>a)</sup>Electronic mail: guillaume.parry@etu.univ-poitiers.fr

## ANNEXE C. DYNAMIQUE DE LA TRANSITION MORPHOLOGIQUE DES STRUCTURES DE FLAMBAGE.

081905-2 Parry *et al.*

Appl. Phys. Lett. **86**, 081905 (2005)

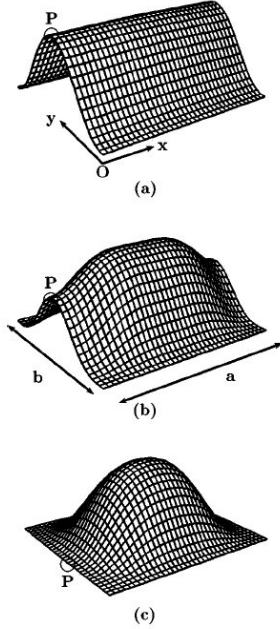


FIG. 1. Calculated buckling patterns, for various values of the loading parameter  $\lambda$ . (a) The straight-sided wrinkle pattern is observed at the beginning of the loading stage for  $\lambda=0$ . (b) The collapsing wrinkle is progressively taking the form of a bubble pattern (example for  $\lambda=0.6$ ). (c) The bubbles are completely relying on the substrate at the end of the loading stage ( $\lambda=1$ ). The vertical displacement of the point  $P$  is used to follow the transition.

Fig. 2, the evolution of  $\zeta_p$  is depicted as a function of  $\lambda$ . The height  $\zeta_p(\lambda)$  gradually decreases as the wrinkle is setting onto the substrate. For each given length  $a$ ,  $\lambda$  reaches a critical load  $\lambda_c^l(a)$ , for which the wrinkle collapses, and  $P$  falls

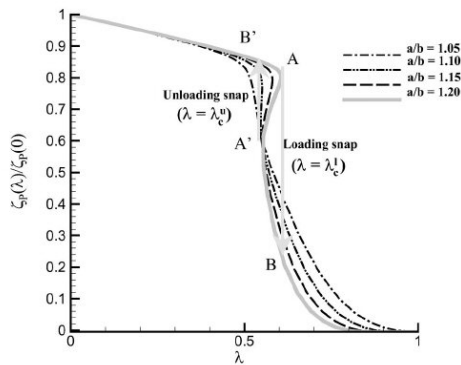


FIG. 2. Reduced displacement  $\zeta_p(\lambda)/\zeta_p(0)$  as a function of the loading parameter  $\lambda$  for several geometrical ratio  $a/b$ . Snapthrough highlighted for  $a/b=1.2$  occurs for the two limit points  $A$  (loading) and  $A'$  (unloading). The hysteresis width increases with the ratio  $a/b$ .

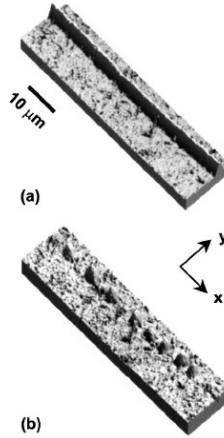


FIG. 3. Buckling pattern observed by AFM on the same area of a Ni 50 nm thick film for various transversal  $\sigma_{yy}$  and longitudinal  $\sigma_{xx}$  stresses: (a) straight-sided wrinkle for  $\lambda=0$ , and (b) bubbles structure for  $\lambda=1$ .

from  $\zeta_p(A)$  to  $\zeta_p(B)$ . After this collapse, the structure evolves again gradually until the loading  $\lambda=1$  is reached. The whole boundary of the bubble is then relying on the substrate. During the unloading stage, while  $\lambda$  decreases, the structure follows the same path up to a critical value of  $\lambda$ , denoted  $\lambda_c^u$  and such that  $\lambda_c^u < \lambda_c^l$ . Then, the structure jumps back and the vertical displacement of  $P$  suddenly increases from  $\zeta_p(A')$  to  $\zeta_p(B')$ . During the further unloading (until  $\lambda=0$ ), the structure gradually recovers the shape of a wrinkle.

Both the hysteresis and abrupt transitions at points  $A$  and  $A'$  in Fig. 2 are characteristic of a snapthrough. Macroscopic elastic systems may exhibit a similar behavior; see, for example, the shallow arch loaded at its center,<sup>17</sup> also recently revisited in physics.<sup>18</sup> For the limit critical points  $A$  and  $A'$ , the load-displacement response exhibits a negative stiffness and the structure must release its strain energy to remain in equilibrium. Point  $P$  can never set in the region  $AA'$  during an increasing loading sequence; however, the use of the Riks procedure allows one to compute the successive equilibria of the structure between points  $A$  and  $A'$ . The load-displacement response of the buckled wrinkle has been investigated for different values of  $a$  (Fig. 2). The buckling patterns exhibit a great sensitivity to the aspect ratio  $a/b$  in the post-critical regime. For relatively short bubbles, a continuous transition occurs. In the case of longer bubbles (above a critical length of approximately  $a=1.1b$ ), a snap through transition unlikely occurs. Moreover, the hysteresis offset  $\lambda_c^l - \lambda_c^u$  increases as  $a$  increases.

The transition from a straight-sided wrinkle to bubbles has been experimentally investigated by AFM, for a nickel film about 50 nm thick. The AFM images presented in Fig. 3 only correspond to the initial ( $\lambda=0$ ) and final ( $\lambda=1$ ) equilibrium states of the buckling patterns. The whole evolution has also been observed *in situ* with the help of a compression device interfaced with AFM and allowing the investigation of the sample surface with increasing or decreasing stress. In this context, the deflection  $\zeta_p$  of the buckling structure is

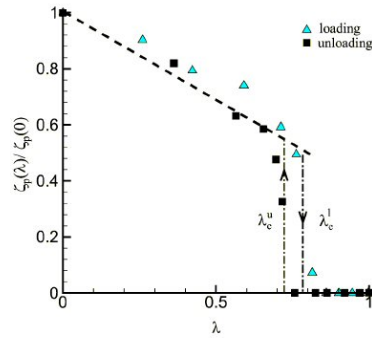


FIG. 4. Experimental reduced displacement  $\zeta_p(\lambda)/\zeta_p(0)$  deduced from *in situ* AFM observations versus loading parameter  $\lambda$ . The two different critical values  $\lambda_c^l$  and  $\lambda_c^u$  are characteristics of the hysteresis cycle.

presented in Fig. 4 as a function of the parameter  $\lambda$ , for increasing and decreasing loading. In agreement with the calculations presented in this letter, the initial state for  $\lambda=0$  is the straight-sided wrinkle and the final state ( $\lambda=1$ ) is the bubbles. As can be clearly observed, the experimental results deduced from AFM analysis are in good agreement with the finite element method (FEM) simulations, with a continuous decrease of  $\zeta_p$  versus  $\lambda$ , up to a critical value characterizing the beginning of the hysteresis phenomenon.

In conclusion, a snapthrough phenomenon has been evidenced by FEM simulations during the transition from a buckling straight-sided wrinkle to a bubbles structure. This transition, experimentally followed in the case of a Ni 50 nm thick film by means of *in situ* AFM observations, well

matches the results of the numerical calculations. The snapthrough described in this work results from the competition between stress in the two directions. The existence of a critical length  $a$  above which the snapthrough occurs is consistent with the fact that the global flexural strength of the bubble in the longitudinal direction decreases as  $a$  increases. Such a phenomenon can be damaging for thin-film structures, since an important amount of energy stored in the film is suddenly released for a very small loading variation.

- <sup>1</sup>N. Bowden, S. Brittain, A. Evans, J. Hutchinson, and G. Whitesides, *Nature (London)* **393**, 146 (1998).
- <sup>2</sup>S. P. Lacour and S. Wagner, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 2404 (2003).
- <sup>3</sup>X. Chen and J. Hutchinson, *Scr. Mater.* **50**, 797 (2004).
- <sup>4</sup>G. Gille and B. Rau, *Thin Solid Films* **120**, 109 (1984).
- <sup>5</sup>G. Gioia and M. Ortiz, *Adv. Appl. Mech.* **33**, 119 (1997).
- <sup>6</sup>M. Moon, H. Jensen, J. Hutchinson, K. Oh, and A. Evans, *J. Mech. Phys. Solids* **50**, 2355 (2002).
- <sup>7</sup>F. Cleymand, C. Coupeau, and J. Grilhé, *Scr. Mater.* **44**, 2623 (2001).
- <sup>8</sup>M. George, C. Coupeau, J. Colin, F. Cleymand, and J. Grilhé, *Philos. Mag. A* **82**, 633 (2002).
- <sup>9</sup>F. Cleymand, C. Coupeau, J. Colin, and J. Grilhé, *Eur. Phys. J. A* **10**, 3 (2000).
- <sup>10</sup>J. Colin, F. Cleymand, C. Coupeau, and J. Grilhé, *Philos. Mag. A* **80**, 2559 (2000).
- <sup>11</sup>B. Audoly, B. Roman, and A. Pocheau, *Eur. Phys. J. B* **27**, 7 (2002).
- <sup>12</sup>G. Parry, C. Coupeau, J. Colin, A. Cimetière, and J. Grilhé, *Acta Mater.* **52**, 3959 (2004).
- <sup>13</sup>M.-W. Moon, K.-R. Lee, K. Oh, and J. Hutchinson, *Acta Mater.* **52**, 3151 (2004).
- <sup>14</sup>Hibbit, Karlsson, and Sorensen, *ABAQUS Version 6.3 User's Manual*, 2003.
- <sup>15</sup>C. Coupeau, J. Naud, F. Cleymand, P. Goudeau, and J. Grilhé, *Thin Solid Films* **353**, 194 (1999).
- <sup>16</sup>E. Riks, *J. Appl. Mech.* **39**, 1060 (1972).
- <sup>17</sup>J. Thompson and G. Hunt, *A General Theory of Elastic Stability* (Wiley, New York, 1973).
- <sup>18</sup>P. Patricio, M. Adda-Bedia, and M. B. Amar, *Phys. Plasmas* **124**, 285 (1998).

## ***Influence du substrat sur le phénomène de cloquage de matériaux revêtus.***

Résumé :

Ce travail s'intéresse au phénomène de décollement des films minces déposés sur substrats. Des expériences de microscopie à force atomique sont réalisées, afin d'étudier le délaminage et le cloquage de films sous contraintes.

L'influence de l'élasticité du substrat a ainsi été caractérisée et comparée à des simulations par éléments finis. Les principales modifications induites concernent la forme des cloques ainsi que la contrainte critique de cloquage.

La partie centrale de cette étude s'intéresse à l'effet de la plasticité de substrats cristallins sur le comportement mécanique des films. Les déformations plastiques du substrat sont induites lors de tests de compression, réalisés *in situ* sous un microscope à force atomique. Une localisation des structures de cloquage est observée au niveau des marches créées par l'empilement des dislocations à l'interface film/substrat. Afin d'expliquer ce phénomène, un modèle analytique est réalisé dans le cadre de la théorie des plaques minces de Föppl et von Karman; les différentes formes d'équilibre du film sont étudiées, avant et après cloquage. Une nouvelle contrainte critique de cloquage dépendant de la densité de dislocations est également déterminée. Enfin, l'influence de l'orientation cristallographique du substrat est étudiée et un angle critique d'émergence des dislocations, à partir duquel le cloquage n'est plus favorisé sur les marches, est déterminé.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude de l'influence de la plasticité du substrat sur les propriétés d'adhésion. Une méthode astucieuse pour mesurer l'énergie d'adhésion film/substrat à partir des paramètres morphologiques des structures de cloquage est alors élaborée.

Mots-clés : Microscope à force atomique, Films Minces, Cloquage, Elasticité, Plasticité, Dislocations, Délaminage.

## ***Influence of the substrate on the buckling phenomenon of coated materials.***

Abstract:

This work is concerned with the problem of thin film buckling from its substrate. Experiments are carried out which consist in studying, with the help of an atomic force microscope, the delamination and buckling of strained thin films deposited on substrates.

The influence of substrate elasticity has been thus characterized and compared with finite element simulations. The main result is that the buckle shape of the film and the critical stress for buckling are modified by the substrate compliance.

The main part of the report focus on the effect of crystalline substrate plasticity on the mechanical behaviour of the films. The plastic deformation of the substrate is induced by compressive tests, realized *in situ* under an atomic force microscope. A localization of the buckling structures is evidenced near the step structures created by the dislocations pile-up at the film/substrate interface. To explain this phenomenon, an analytical model is then developed in the framework of the Föppl-von Karman theory of thin plates and the different equilibrium shapes are characterized, before and after buckling. A new critical stress for buckling is also determined as a function of dislocation density. Finally, the influence of the crystal orientation is studied and a critical angle for dislocation emergence, above which buckling cannot occur on step structures, is determined.

The last chapter is dedicated to the study of the influence of the substrate plasticity on the adhesion properties. A clever method for adhesion-energy measurement from the morphological buckle parameters is then elaborated.

Keywords: Atomic Force Microscopy, Thin Films, Buckling, Elasticity, Plasticity, Dislocations, Delamination.