

G. Geandier, D. Thiaudière

Synchrotron SOLEIL, Gif sur Yvette

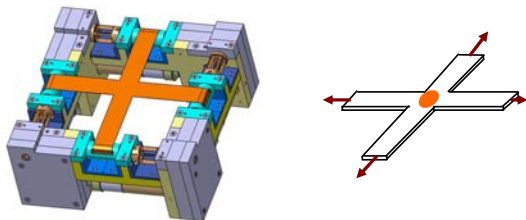
O. Castelnaud, D. Faurie, R. Chiron, R. Randriamazaoro  
LPMTM-CNRS, Université Paris-Nord, Villetaneuse

E. Le Bourhis, P.-O. Renault, P. Goudeau,  
Y. Diot, B. Lamongie

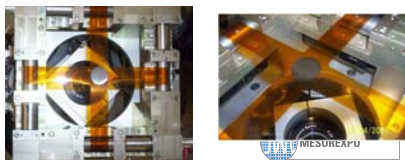
PhyMat, UMR 6630 CNRS, Université de Poitiers

**CONTEXTE:** Comprendre le comportement mécanique de films nanostructurés en relation avec leur microstructure et en particulier leur taille de grain est très important pour le développement d'applications technologiques. Les sources de rayonnement synchrotron permettent la caractérisation de très faibles volumes de matériau dans un temps acceptable (quelques heures). Nous avons développé une **machine de traction biaxiale** dans le but de caractériser les propriétés mécaniques de films minces supportés en utilisant la diffraction des rayons X sur la ligne DiffAbs du synchrotron SOLEIL. Ici nous présentons les premiers essais in-situ réalisés sur un film polycristallin de tungstène de 150nm d'épaisseur déposé sur un substrat polyimide.

### MACHINE BIAXIALE:



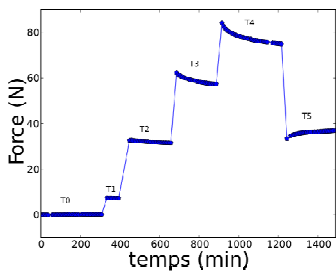
Ci dessus un schéma de la machine de traction biaxiale avec une éprouvette cruciforme en place. Le substrat est un polyimide souple (ici du sofimide de 125 microns d'épaisseur). Le film mince est déposé par PVD (Physical Vapor Deposition) au centre de l'éprouvette. Pour les premiers essais, un film de tungstène a été utilisé en raison de son comportement isotrope.



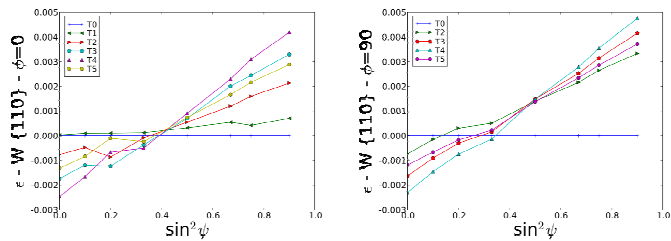
L'éprouvette est maintenue sur la machine de traction par les quatre branches. Un capteur de force est associé à chacune des branches permettant de contrôler parfaitement chacun des axes.

### ESSAIS IN-SITU:

Pour le premier essai, un chargement équi-biaxial est mis en œuvre, le graphique ci contre présente les différentes forces utilisées. La décroissance de la force au cours du temps est due à la relaxation du substrat (Kapton).

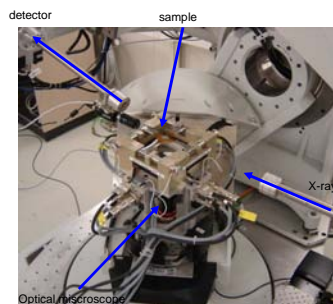


### ANALYSE:



Les figures ci dessus présentent les résultats des mesures de déformations en fonction de  $\sin^2\Psi$  pour deux réflexions du tungstène ( $\{110\}$  et  $\{200\}$ ) pour les deux directions de mesures ( $\Phi=0^\circ$  et  $90^\circ$ ) pour cinq états de charges équi-biaxiaux. Les mesures de déformations sont déduites des déplacements des pics de diffraction pour les différents inclinaisons  $\Psi$  (angle entre la normale à l'échantillon et la normale aux plans diffractant) de la machine. Toutes les courbes sont linéaires comme attendu pour un matériau isotrope. Avec l'augmentation de la charge appliquée à l'échantillon, la pente des droites augmente également (T1 à T4) et décroît pour T5. On peut noter que le point d'intersection des droites se situe aux alentours de  $\sin^2\Psi = 0.4$ , comme attendu. Des décalages avec les états de déformations à T0 sont visibles et sont dus à une variation de la hauteur de l'échantillon au cours de l'essai.

**CONCLUSION-PERSPECTIVES:** Nous avons développé une machine de traction au standard synchrotron permettant de réaliser des essais in-situ biaxiaux sur films minces supportés. L'étude est étendue à des films nanostructurés de type W/Cu multicouche (immiscible).

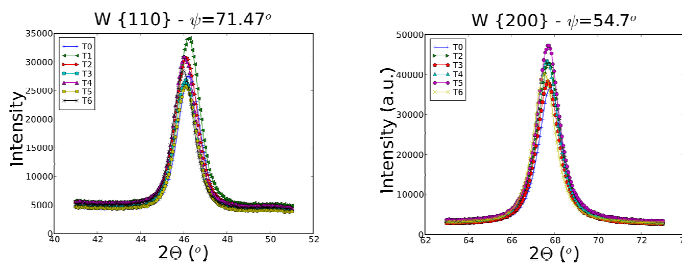


Pour la caractérisation par diffraction des rayons X, la machine est placée au centre du goniomètre 6 cercles de la ligne DiffAbs. L'image ci contre montre l'ensemble du dispositif une fois en place.



Pour l'application de la méthode des  $\sin^2\Psi$ , la machine est inclinée par rapport au faisceau de rayon X, comme illustré sur les images ci dessus.

Diffraction sur DiffAbs : E = 7 keV / détecteur ponctuel



$$\varepsilon_{\theta\psi} = \ln \frac{a}{a_0} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_1 \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2)$$

La mesure du déplacement des pics de diffraction des différentes réflexions du tungstène permet de mesurer les déformations. Connaissant les contraintes appliquées, les propriétés mécaniques du films (E,  $\nu$ , contrainte de rupture, etc.) peuvent être déterminées.

