

# APPLICATION DE REVETEMENTS TERNAIRES (CrAlN, ZrBN) A L'USINAGE DU BOIS

---

## Introduction

Les nitrures des métaux de transition tels que TiN ont été largement utilisés comme revêtement durs pour la protection des outils de coupe afin d'améliorer leur tenue en service [142,143]. Cependant, l'inconvénient principal de TiN est sa faible résistance à l'oxydation à haute température ( $\approx 500$  °C). Par l'addition d'éléments tel que l'aluminium [144,145], son oxydation à haute température a été améliorée. Pour cette raison, TiAlN a été développé comme alternative à TiN. TiAlN présente une haute résistance à l'oxydation ( $\approx 750$  °C) et une haute dureté ( $\approx 30$  GPa) [146].

Tout comme TiN, CrN a été également utilisé comme revêtement dur pour la protection d'outils de coupe [147,148]. Parmi les nombreux avantages qu'offre CrN on note : de faibles contraintes internes permettant d'élaborer, sur une gamme très étendue de substrats, des films pouvant atteindre  $40 \mu\text{m}$  d'épaisseur [149]. De plus CrN 'optimisé' possède non seulement un faible coefficient de frottement, une haute résistance à la corrosion et à l'usure mais également une haute ténacité [150].

Par ailleurs, il a également été montré que CrN possède une faible résistance à l'oxydation surtout lorsque la température d'emploi avoisine  $650$  °C. Ainsi, et dans le même esprit que TiAlN, l'amélioration des performances de CrN par l'ajout de Al, V, Nb,..... a été explorée [32,72]. Il en découle que parmi ces revêtements, CrAlN est le revêtement le plus prometteur. Comparé à CrN, CrAlN montre une plus haute dureté allant selon les études de  $30$  [151] à  $40$  GPa [152], un faible coefficient de frottement et une haute stabilité thermique à  $800$  [153] et  $900$ °C [154], mais également une haute résistance à l'usure [155] (6 fois plus faible que CrN lors de test d'usure réalisé au pion-disque).

Pour toutes ces raisons, CrAlN a retenu toute notre attention et nous avons donc décidé de nous intéresser à la synthèse et la caractérisation de ce revêtement par pulvérisation magnétron R.F.

Dans l'optique de réaliser des revêtements nouveaux, nous avons également étudié des films de ZrBN. L'intérêt que nous avons porté à ces films trouve son origine dans les bonnes caractéristiques que possède la phase cubique du nitrure de bore 'c-BN'. En effet, le c-BN présente d'exceptionnelles propriétés intrinsèques telles qu'une haute dureté, une bonne stabilité et conductivité thermique ainsi qu'une bonne résistivité électrique.

Cependant, ses applications en films minces sont limitées par sa faible adhérence sur la majorité des substrats. En effet, de nombreuses études ont révélé qu'au-delà de  $200$  nm d'épaisseur, le film se délamine automatiquement de son substrat [76-78]. Des travaux ont été menés afin d'améliorer son adhérence par le chauffage du substrat [78,79] ou par l'introduction de sous-couches entre le substrat et le film [80,81]. Or, les améliorations

---

atteintes en moyennant ces techniques restent insuffisantes pour des applications industrielles.

Récemment, il est apparu que pour dépasser ce verrou technologique qu'est la mauvaise adhérence du c-BN, il serait intéressant de travailler avec des systèmes Me-BN (Me=métal). En effet, l'introduction d'un troisième élément chimique tel que Zr (zirconium) pourrait conduire à diminuer les contraintes internes des films synthétisés, améliorant ainsi leur adhérence.

Enfin, nous avons voulu vérifier l'effet du traitement mécanique de sablage de l'arête de coupe des outils sur la résistance à l'abrasion et aux ébréchures de celle-ci. Pour réaliser cette étude, nous avons traité par sablage, pendant différentes durées, des couteaux de microdéroutage et nous les avons testés en usinage de hêtre. Des mesures de recul des arêtes des outils et des efforts de coupe ont été faites. Pour clore cette étude et afin d'observer les conséquences qu'induit ce genre de traitement sur l'adhérence des films, des essais de microdéroutage de hêtre ont été réalisés avec des couteaux préalablement sablés puis revêtus de CrAlN.

---

# IV.1. DEPOTS DE FILMS DE CrAIN PAR PULVERISATION MAGNETRON

## IV.1.1. Dépôts de films de CrAIN par pulvérisation magnétron

### Introduction

Il est bien connu que les propriétés des revêtements obtenus par des méthodes de dépôts PVD dépendent fortement des paramètres du procédé employé. Les revêtements CrAIN ne font pas exception à cette règle. En effet, les propriétés de ce revêtement dépendent de la concentration molaire en Al [156,157], de la polarisation des substrats, de la proportion d'azote dans le mélange gazeux [151], etc...

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons tout d'abord réalisé une recherche exploratoire qui a consisté à étudier l'effet de l'introduction de l'azote dans la décharge plasma. Par la suite, nous avons fait varier plusieurs conditions de dépôts pour en constater l'influence. Ces conditions sont : le temps de pré-pulvérisation de la cible, la proportion d'azote dans la décharge plasma, la pression totale de travail, la puissance appliquée au générateur R.F et le temps de dépôt.

Nous avons réalisé des caractérisations physico-chimiques et mécaniques dans le but d'optimiser les revêtements. Pour clore l'étude, nous avons effectué des tests de fraisage de MDF. Cette première campagne de dépôts, après modification du bâti de pulvérisation magnétron, nous a également permis de valider les changements survenus (§ II.1.1.1.2).

### IV.1.1.1. Étude exploratoire

Pour réaliser cette partie de l'étude, nous avons fait deux séries de dépôts dont les conditions sont résumées sur le tableau.IV.1.1.

Échantillon/ série	Pression de travail ( $\mu$ bar)	Pression partielle d'azote (%)	Tension d'auto-polarisation (-V)	Temps de dépôt (mn)	Temps de pré- pulvérisation (mn)
(a), série 1	4	0	500	60	0
(b), série 2		25			5

Tableau.IV.1.1 : Conditions de dépôts pour l'étude exploratoire

### IV.1.1.1.1. Analyses chimiques par EDS

Les spectres EDS obtenus après analyses des échantillons sont montrés sur la figure.IV.1.1. Le spectre EDS de l'échantillon a (série 1) (figure.IV.1.1.a) montre clairement la présence des éléments, C, Cr et Al. En effet, on observe la raie  $K_{\alpha}$  du carbone à 0,277 keV, les raies  $K_{\alpha 1,2}$  de l'aluminium à 1,486 keV et les raies  $L_{\alpha 1,2}$  du chrome à 0,572 keV. La raie  $K_{\alpha}$  de l'oxygène à 0,524 keV est « voilée » par celle du chrome.

Dès l'introduction de l'azote dans la chambre de dépôt (figure.IV.1.1.b) la raie  $K_{\alpha}$  de l'azote à 0,3924 keV est visible. La position des raies  $K_{\alpha_{1,2}}$  du silicium 'Si' se situant à 1,7398 keV, elle n'est discernable que pour la série 2, probablement à cause de l'épaisseur plus faible du film analysé.

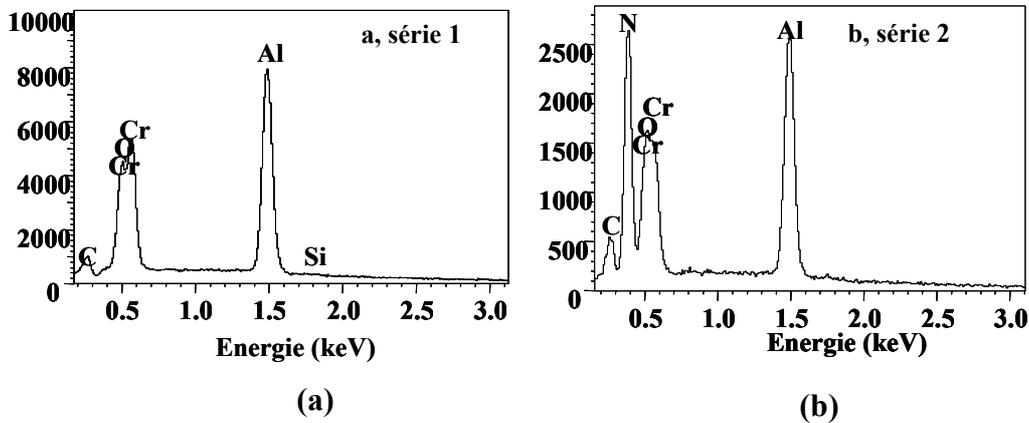


Figure.IV.1.1 : Spectres EDS : (a) échantillon a, série 1, (b) échantillons b, série 2

Les quantités des éléments présents dans les couches (atome %) sont résumées dans le tableau.IV.1.2.

Échantillons	Cr (at%)	Al (at%)	N (at%)	O (at%)	C (at%)	Si (at%)
(a)	55,76	43,34	/	0,90	/	/
(b)	30,82	29,25	36,62	2,96	/	0,34

Tableau.IV.1.2 : Analyses quantitatives réalisées par EDS sur les échantillons a et b

On observe que pour l'échantillon de la série 1 obtenu par la simple pulvérisation de la cible de CrAl sous flux d'argon, la présence attendue de Cr et d'Al. On note tout de même la présence d'oxygène dans la couche (1% atomique). Bien que la raie du carbone soit clairement visible sur le spectre, sa quantification n'a pas été possible (limite de détection de l'appareillage).

Après introduction de l'azote, nous observons la diminution des taux de Cr et Al en faveur du taux d'azote. Avec l'introduction de l'azote, nous notons également une augmentation du taux d'oxygène. Nous avons suspecté que cet oxygène pouvait provenir du système d'introduction de l'azote (ligne de gaz, débitmètres, vannes d'arrêt...) qui mènent à l'enceinte de dépôt mais une détection systématique de fuites (§II.1.2.2) ne nous a pas permis de confirmer cette hypothèse.

#### IV.1.1.1.2. Morphologie des couches

L'observation des morphologies des couches a été réalisée au MEB sur des échantillons de Si revêtus puis clivés grâce à une pointe diamant. La figure.IV.1.3 montre les structures obtenues. Pour les échantillons de la première série, la pulvérisation de la cible a donné lieu à une couche dense sans structure particulière. Les analyses EDS ont montré que cette couche est principalement constituée des éléments de la cible en l'occurrence le chrome et l'aluminium. L'introduction de l'azote dans la décharge plasma change radicalement la structure des films. En effet, on observe un film moins dense avec une structure colonnaire. Cet effet, a déjà été observé pour des revêtements de CrAlN déposés

par différentes méthodes PVD [151,155] mais semble tout de même en désaccord avec les résultats de Sanchette *et al.* [158]. En effet, ils ont constaté que les couches s'amorphisent après l'introduction d'azote dans l'enceinte de dépôt.

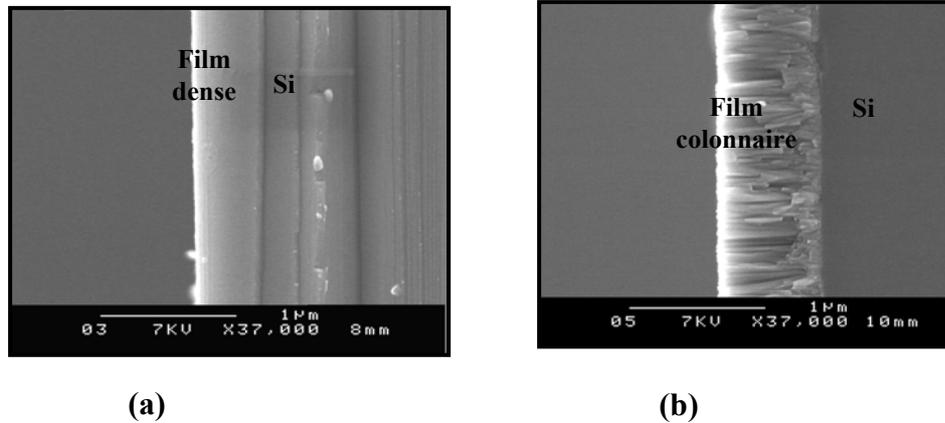


Figure.IV.1.3 : Morphologie des couches : (a) échantillon a, (b) échantillon b

#### IV.1.1.1.3. Analyses structurales 'DRX'

Les analyses DRX ont été réalisées sur des substrats en acier allié '90CMV8' en configuration Bragg-Brentano ( $\theta$ - $2\theta$ ).

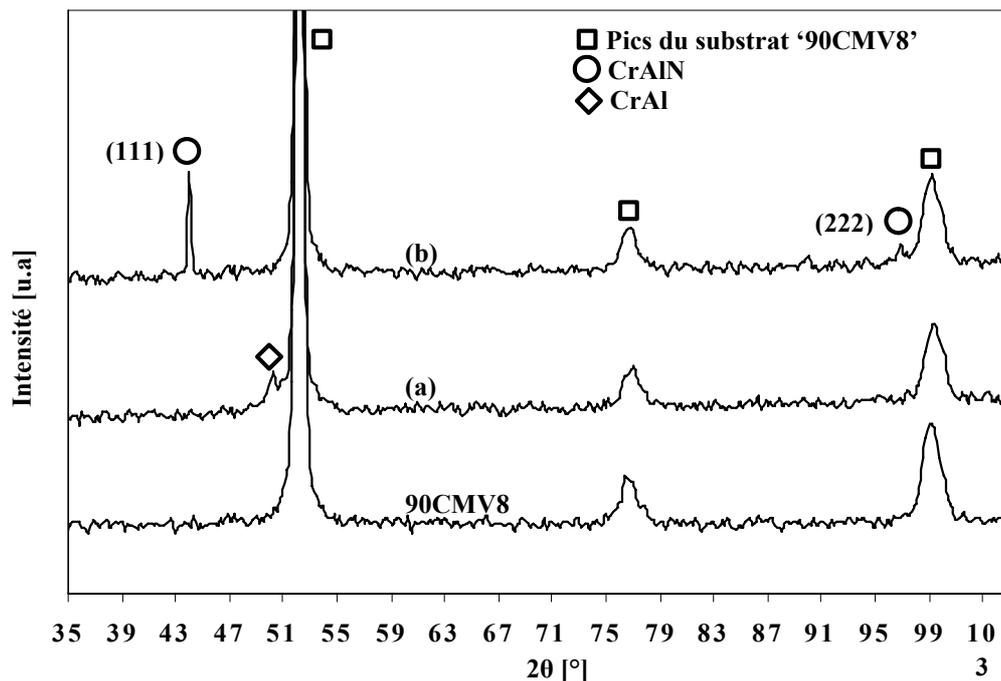


Figure.IV.1.4 : Diffractogrammes des échantillons a, b et de l'acier nu

La figure.IV.1.4 présente les diffractogrammes obtenus après analyses de l'acier non revêtu et des échantillons des séries 1 et 2. L'échantillon de la série 1 présente un pic unique vers  $49^\circ$ . L'identification du composé formé effectuée à l'aide des fichiers JCPDS révèle un mélange de Cr et Al. Le nombre élevé de fiches JCPDS correspondant au mélange Cr-Al ne permet pas de se prononcer avec certitude sur le composé formé ni sur l'orientation préférentielle des cristallites.

Lors d'une étude menée par Sanchette *et al.* [158] sur la pulvérisation magnétron de cibles composées de CrAl sous flux d'argon à différentes teneurs, il a été démontré que le composé obtenu à partir de 40 % de Cr dans la couche est la phase  $\beta$  du chrome (pic vers  $50^\circ$  sur le spectre de diffraction obtenu). Même si les analyses montrent que nous avons 55% de Cr dans nos films, il ne nous ait pas possible au vue du diffractogramme obtenu, d'affirmer que le pic que nous observons à  $49^\circ$  soit caractéristique de la phase  $\beta$  du chrome.

Dès que l'on incorpore de l'azote dans notre couche (échantillon b), nous observons l'apparition d'un pic majeur de cristallisation vers  $44^\circ$  d'orientation (111) et d'un autre de plus faible intensité vers  $97^\circ$  d'orientation (222).

L'identification des phases présentes dans le film a été problématique de par l'absence de données relatives au composé CrAlN, mais également l'existence de plusieurs fiches JCPDS pour un même composé susceptible d'être présent dans nos couches, les combinaisons possibles et multiples entre les éléments qui peuvent constituer les couches ainsi que la présence d'oxygène (formation potentielle d'oxydes ou oxynitrides). De plus, les études menées sur les films du système Cr-Al-N [142-158] ne sont pas formelles quant à la nature du composé formé.

Même si l'on essaie de simplifier l'identification et que l'on ne raisonne que par rapport aux deux composés CrN et AlN, l'identification des phases n'en deviendrait pas plus simple. En effet, la présence possible de CrN cubique vers  $43,8^\circ$  et/ou AlN cubique vers  $44,171^\circ$  d'orientation (111) est possible et le pic apparent vers  $97^\circ$  pourrait aussi être dû à la présence de cristaux de CrN cubique  $96,709^\circ$  et/ou AlN  $97,580^\circ$  d'orientation (222).

Ainsi, des analyses complémentaires sont indispensables pour statuer sur le composé formé. Il est tout de même à signaler que l'oxygène détecté en EDS ne forme pas de composés du type  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ou  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

#### IV.1.1.1.4. Conclusion

De cette étude exploratoire qui a porté sur la pulvérisation de la cible frittée CrAl sous flux d'argon, puis l'introduction d'une fraction volumique d'azote, il en découle que les propriétés des films de CrAlN dépendent fortement des conditions d'élaboration. Après l'introduction d'azote dans la décharge plasma, nous avons observé un changement tant dans la morphologie des films que dans leur composition. La deuxième étape de notre travail porte donc sur une étude des propriétés des films de CrAlN en fonction des paramètres expérimentaux.

#### IV.1.2. Propriétés des films de CrAlN en fonction des paramètres de dépôts

Pour réaliser cette deuxième partie de l'étude, nous avons élaboré des couches de CrAlN en faisant varier les conditions de dépôts afin d'une part de vérifier leur influence sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques des couches et d'autre part afin d'optimiser les revêtements à appliquer sur les outils d'usinage du bois. Notre objectif n'est pas d'étudier toutes les phases susceptibles d'être synthétisées, travail qui nécessiterait une thèse à part entière, mais seulement de montrer la faisabilité de CrAlN ainsi que son apport à l'usinage du bois.

Le tableau.IV.1.3 résume les principaux dépôts réalisés ainsi que leurs conditions d'élaboration.

Échantillons	Pt ( $\mu\text{bar}$ )	% N <sub>2</sub>	T (min)	Pu (W)	- Tap (V)	Tpp (min)
1	4	0	60	200	500	5
2	4	25	60	180	500	5
3	4	50	60	250	500	5
4	4	75	60	180	500	5
5	4	100	60	150	500	5
6	4	25	60	100	300	5
7	4	25	60	280	700	5
8	4	25	60	400	900	5
9	4	25	120	180	500	5
10	4	25	180	180	500	5
11	4	25	240	180	500	5
12	2	25	90	350	900	5
13	8	25	90	400	900	5
14	12	25	90	390	900	5
15	4	25	90	400	900	30
16	4	25	90	400	900	60
17	4	10	90	270	700	5
18	4	10	90	390	900	5
19	4	17,5	90	270	700	5
20	4	17,5	90	400	900	5
21	4	35	90	280	700	5
22	4	35	90	400	900	5

Tableau.IV.1.3 : Paramètres de dépôt des couches de CrAlN

	Variation de la proportion d'azote dans la décharge plasma
	Variation de la tension d'auto-polarisation de la cible
	Variation du temps de dépôt des couches
	Variation de la pression de travail
	Variation du temps de pré-pulvérisation
	Combinaison entre les proportions d'azote dans la décharge plasma et la tension appliquée à la cible

Où :

- Pt : pression de travail dans l'enceinte de dépôts
- %N<sub>2</sub> : proportion d'azote dans la décharge plasma
- T : temps de dépôt
- Pu : puissance appliquée au générateur R.F
- Tap : tension d'auto-polarisation de la cible CrAl
- Tpp: temps de pré-pulvérisation de la cible CrAl

#### IV.1.2.1. Variation du temps de pré-pulvérisation de la cible

La pré-pulvérisation de la cible avant dépôt est un paramètre technologique important, son contrôle permet d'assurer la reproductibilité des couches. Le but de son étude est de minimiser sa durée afin de réduire le temps de dépôt. Pour cela, nous avons réalisé des dépôts avec trois temps de pré-pulvérisation : 5, 30 et 60 mn en gardant les autres

paramètres constants : une pression de travail de 4  $\mu$ bar, une proportion d'azote dans le plasma de 25 %, une tension de cible de -900 V et un temps de dépôt de 90 min.

La figure.IV.1.5 représente les diffractogrammes des couches obtenues en faisant varier le temps de pré-pulvérisation de la cible. Il en ressort que prolonger la durée de pré-pulvérisation n'influe que très peu sur la structure finale des couches. Les films produits semblent avoir la même structure cristalline. Nous avons donc pré-pulvérisé la cible pendant 5 min pour le reste des expérimentations.

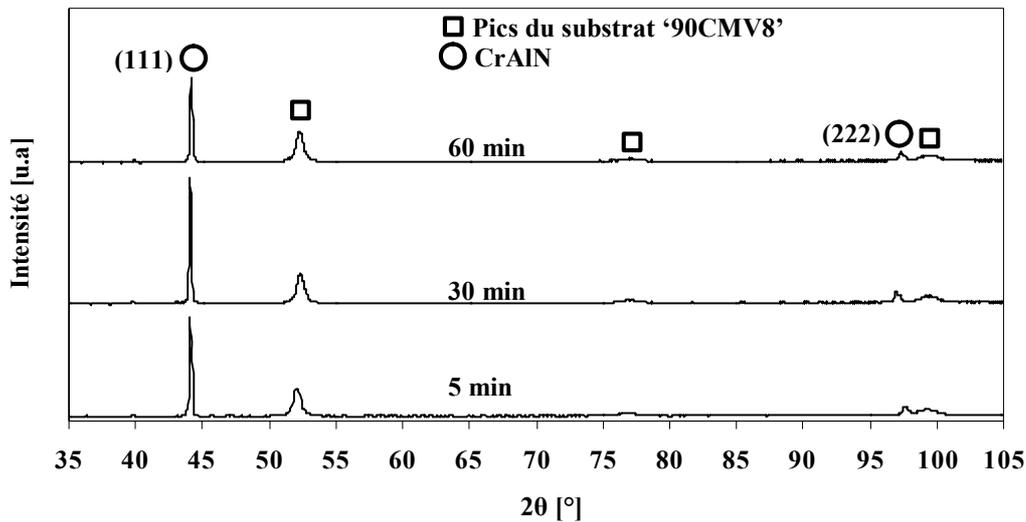


Figure.IV.1.5 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction du temps de pré-pulvérisation de la cible de CrAl

#### IV.1.2.2. Variation des proportions d'azote dans le plasma

Pour réaliser cette campagne de dépôts, nous avons fixé la pression de travail à 4 $\mu$ bar, la tension de cible à -500 V, le temps de dépôt à 60 min et nous avons fait varier les proportions d'azote dans le plasma.

Les analyses quantitatives effectuées par EDS sont portées sur la figure.IV.1.6. Il apparaît que dès l'introduction d'azote dans la décharge plasma, les teneurs en Cr et Al des couches diminuent. Au-delà de 25 % de N<sub>2</sub>, les profils de concentration des éléments N, Cr et Al semblent se stabiliser autour de 30 %. Augmenter la proportion de N<sub>2</sub> ne conduit pas à enrichir en azote les couches produites. Cependant, cette augmentation diminue la vitesse de pulvérisation de la cible et de là même, la vitesse de dépôt. Ce constat vient de l'observation de la réponse du substrat (Si) qui ne cesse d'augmenter au fur et à mesure que l'on augmente la proportion d'azote initiale. Cette augmentation semble affecter également la teneur en oxygène des films. En effet, plus on augmente la proportion d'azote dans l'enceinte de dépôt et plus la teneur en O<sub>2</sub> augmente dans les couches. Là encore nous avons effectué des détections systématiques de fuites sur tout le système d'introduction d'azote mais nous n'avons pas pu les localiser. Cette contamination pourrait être expliquée également par le fait que la diminution de la fraction volumique d'argon dans la décharge plasma conduit à amoindrir l'effet de repulvérisation de l'oxygène qui se serait déposé à la surface des films diminuant par là même leur vitesse de dépôt. Sachant que nous travaillons à des pressions relativement élevées (4 à 12  $\mu$ bar), il se dépose des dizaines voir des centaines de monocouches d'oxygène par seconde à la surface de nos films. Si le taux de

repulvérisation par l'argon ainsi que le nombre de monocouches de matériau déposé par seconde n'est pas assez important, la contamination en oxygène est susceptible d'augmenter.

En ce qui concerne la localisation de cet oxygène, les résultats que donnent les analyses EDS sont calculés à partir du signal obtenu sur toute la poire d'interaction (profondeur de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ ). La question est de savoir si le fort taux d'oxygène que l'on obtient n'est pas dû à une oxydation de surface des films ou bien provient de la couche elle-même. En effet, les films montrant la contamination la plus importante en oxygène sont les plus minces. Des analyses par XPS sont nécessaires pour répondre à cette question.

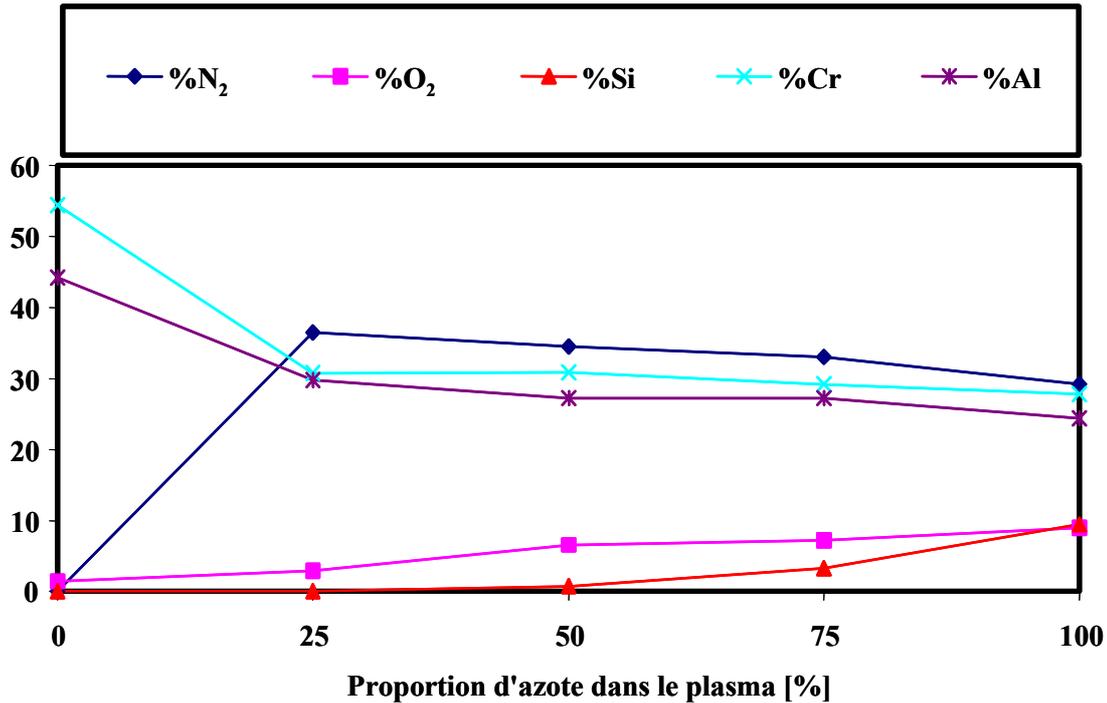


Figure.IV.1.6 : Composition du revêtement de CrAlN en fonction du taux d'azote dans le plasma

Les diffractogrammes issus des analyses DRX réalisées sur les échantillons élaborés avec variations des proportions d'azote dans le plasma sont résumés sur la figure.IV.1.7. On remarque que les pics de CrAlN (111) vers  $44^\circ$  et (222) vers  $97^\circ$  tendent progressivement à disparaître au fur et à mesure que l'on augmente le taux d'azote dans le plasma. À 50%, on note la diminution de l'amplitude du pic (111) et la disparition du pic (222). À 75%, le pic (111) est difficilement décelable et disparaît entièrement à 100% d'azote.

L'observation de la morphologie de la couche élaborée à 100% d'azote confirme le caractère non cristallisé de celle-ci (figure.IV.1.8). À partir de cette micrographie on confirme également la faible épaisseur de cette couche. Les couches élaborées à partir de 50% d'azote dans le plasma tendent à être amorphes. Cette tendance à l'amorphisation avec l'augmentation du taux d'azote a déjà été observée lors d'une étude portant sur l'effet de l'azote sur la cristallisation de couches de CrAlN déposées à partir de cibles composites [158].

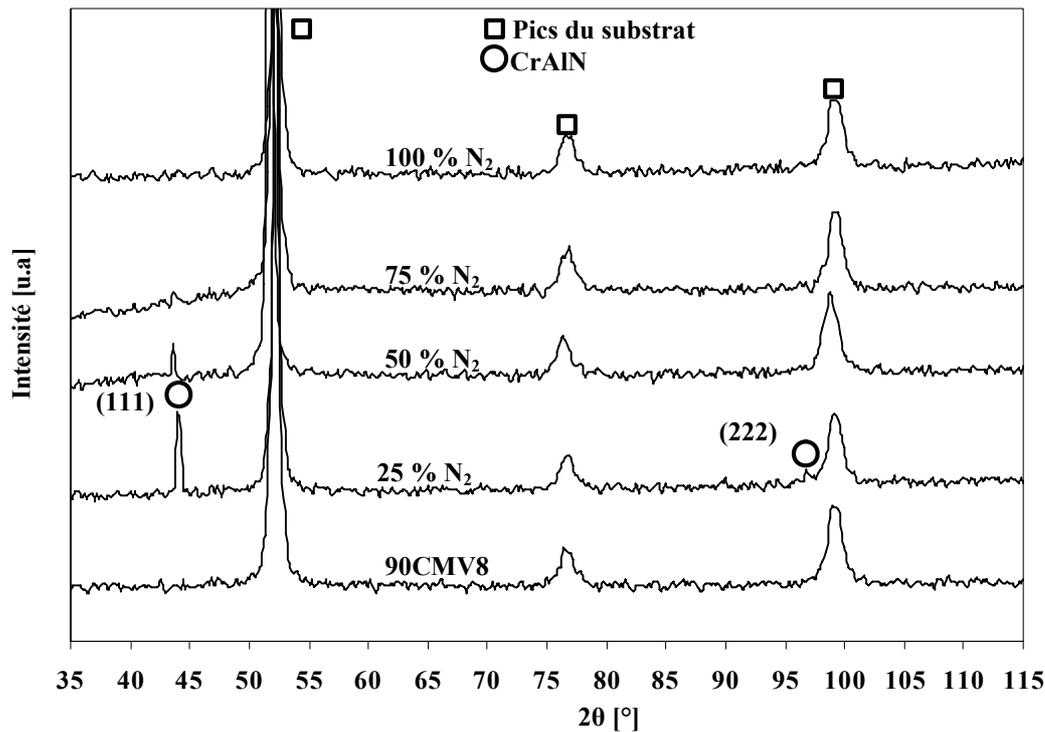


Figure.IV.1.7 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction du taux d'azote dans le plasma

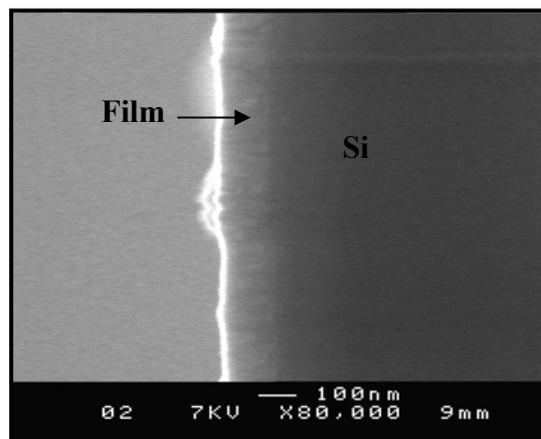


Figure.IV.1.8 : Morphologie de la couche élaborée à 100% d'azote dans le plasma

### IV.1.2.3. Variation de la pression de travail

Pour cette partie de l'étude, nous avons fixé la proportion d'azote dans le plasma à 25%, la tension de cible à -900 V et le temps de dépôt à 90 mn et nous avons élaboré des dépôts sous 2, 4, 8 et 12  $\mu$ bar de pression de travail.

Sur les diffractogrammes de la figure.IV.1.9, seule l'intensité des pics à 44 et 97° varie. Il apparaît clairement que la pression de travail permettant d'obtenir des couches bien cristallisées est de 4  $\mu$ bar. Il est bien connu que lors de la croissance de films sous bombardement ionique, il existe une valeur optimale de la pression de travail. Au-dessus de cette valeur, le nombre de collisions entre espèces augmente ce qui diminue l'énergie de ces dernières et par conséquent l'effet du bombardement ionique. En-dessous, c'est le nombre d'espèces qui diminue ce qui a aussi pour conséquence de diminuer l'effet du

bombardement ionique. Dans les deux cas de figure, on note non seulement une diminution de l'intensité des pics mais aussi leur élargissement, ce qui est significatif d'une moins bonne cristallinité.

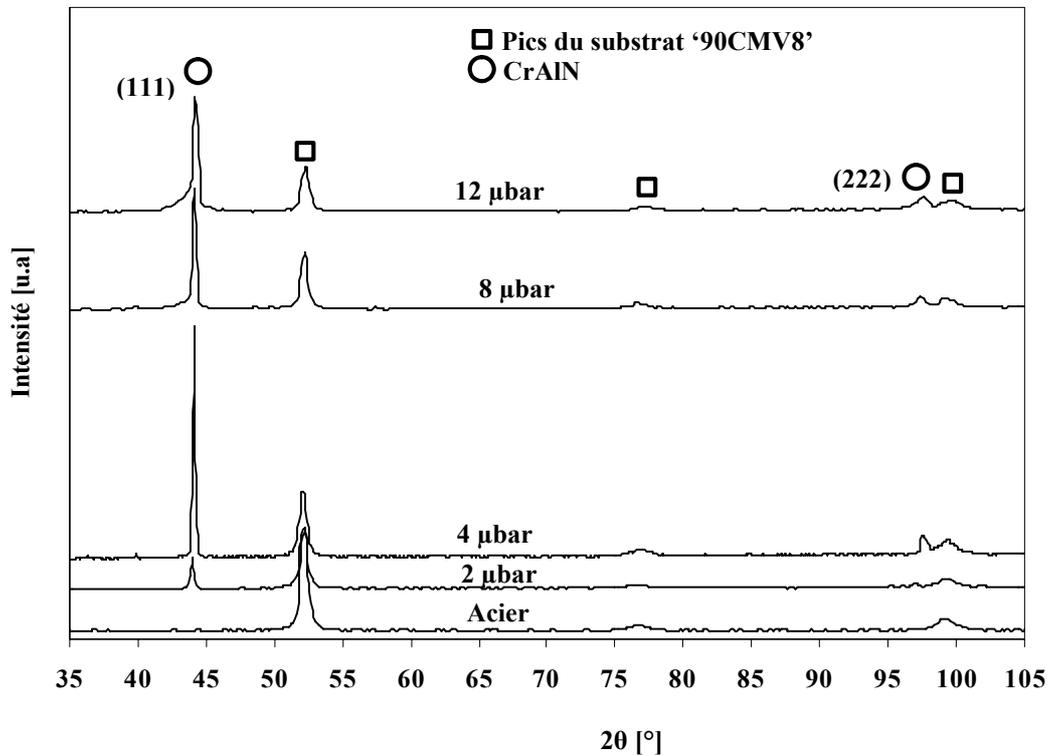


Figure IV.1.9 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la pression de travail

#### IV.1.2.4. Variation de la tension d'auto-polarisation de la cible

Cette campagne de dépôts a été réalisée en faisant varier les puissances appliquées au générateur R.F mais il nous a semblé pertinent de raisonner en tension d'auto-polarisation de la cible car cette dernière reflète l'état du plasma. En effet, la tension d'auto-polarisation dépend non seulement de la puissance imposée au générateur mais également de l'impédance du plasma qui, elle-même dépend de la pression dans la chambre, de la nitruration de la cible et des parois donc du taux d'azote injecté dans l'enceinte de dépôt et de la vitesse de pompage (évacuation des gaz).

Les diffractogrammes de la figure IV.1.10, montrent qu'à basse tension de polarisation, les couches sont amorphes ou constituées de grains fins. Par contre il apparaît intéressant de travailler à haute tension de polarisation et donc à haute puissance : en effet, l'intensité des pics à 44 et 97° montre que plus la tension augmente, plus les couches sont cristallisées. Nous remarquons également la progressive diminution de l'amplitude des pics du substrat qui est représentative d'une augmentation de l'épaisseur des couches, d'où un double avantage de travailler à haute puissance appliquée à la cible.

Néanmoins, il ne nous a pas été possible d'augmenter plus la puissance puisque nous avons une cible de 100 mm de diamètre ce qui correspond, pour 900 W de puissance, à une densité de puissance de l'ordre de  $10 \text{ W/cm}^2$  (limite de puissance au risque de détériorer le générateur).

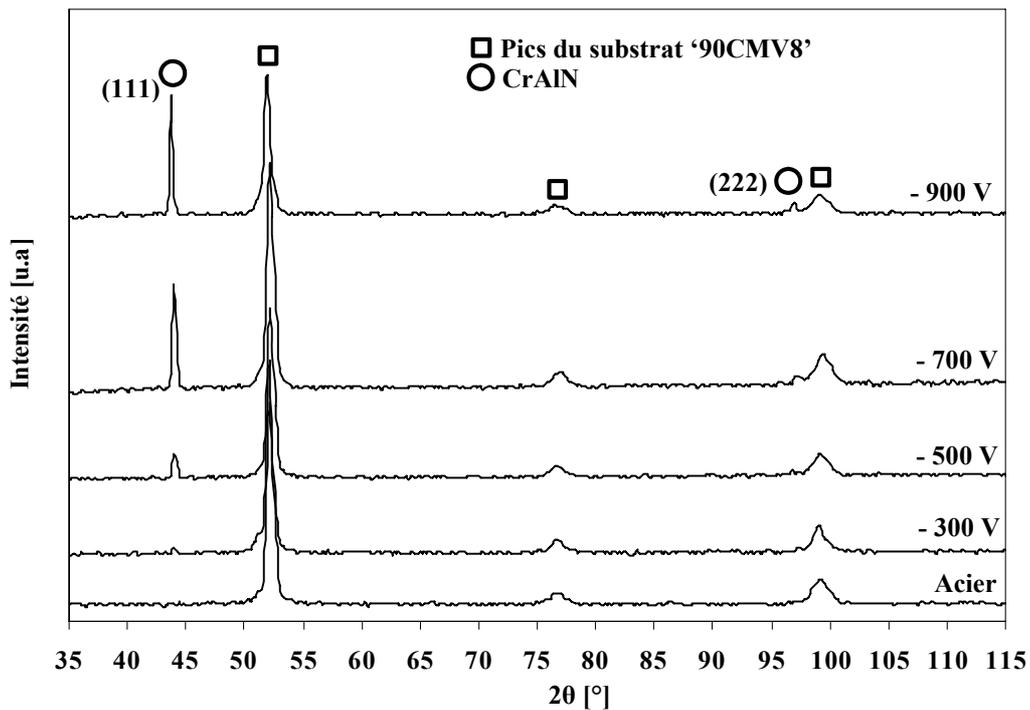


Figure.IV.1.10 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la tension d'auto-polarisation de la cible

#### IV.1.2.5. Variation du temps de dépôt

Afin d'obtenir des informations en ce qui concerne l'effet du temps de dépôt, nous avons fixé la proportion d'azote dans le plasma à 25%, la pression de travail à 4  $\mu\text{bar}$ , la tension de cible à -500V et nous avons fait varier le temps de dépôt : 60, 120, 180 et 240 mn. La figure.IV.1.11 résume les diffractogrammes des couches obtenues.

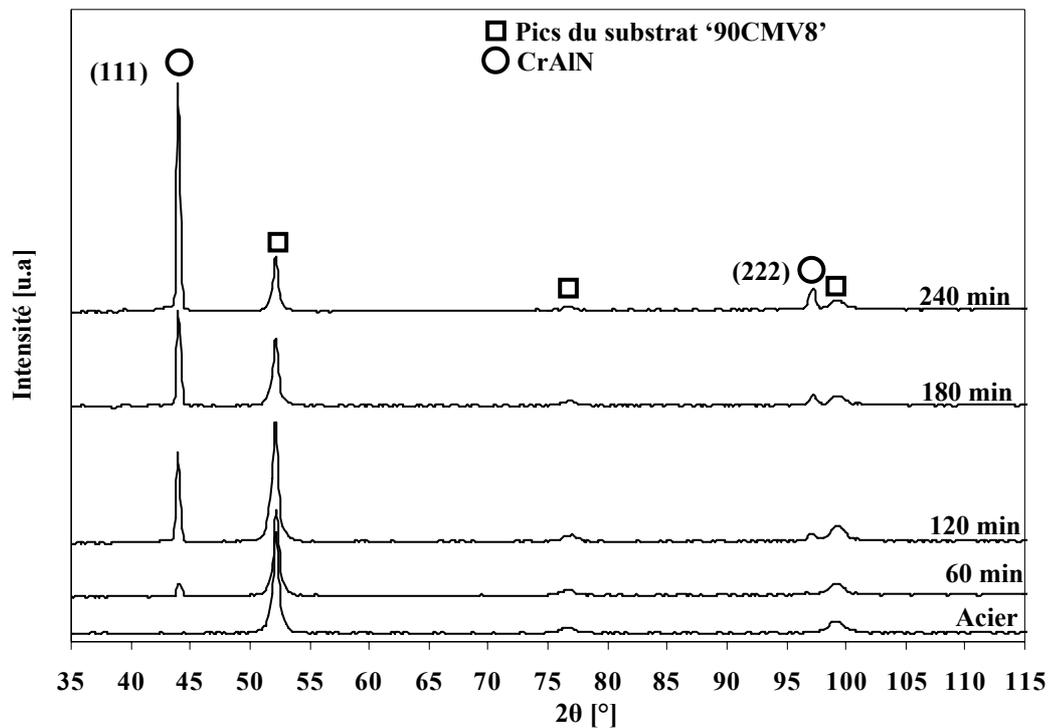


Figure.IV.1.11 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la durée du dépôt

On observe que plus le temps de dépôt est long et plus les films produits sont cristallisés. Les amplitudes des pics (111) et (222) augmentent et leur largeur à mi-hauteur (FWHM) a tendance à diminuer lorsque le temps de dépôt augmente. Produire des couches plus épaisses ne semble pas altérer leur qualité cristalline, bien au contraire.

#### IV.1.2.6. Proportions d'azote/tension de cible

La proportion d'azote dans le plasma ainsi que la tension de cible permettent d'obtenir un panel de revêtements avec des structures, compositions et morphologies différentes. Nous avons donc fixé la pression de travail à 4  $\mu$ bar et le temps de dépôt à 90 mn puis nous avons appliqué deux tensions d'auto-polarisation de la cible : -700 et -900 V et nous avons fait varier les proportions d'azote dans le plasma (10, 17,5, 25 et 35%).

Il apparaît qu'à 10% d'azote dans le plasma (figure.IV.1.12), les couches sont amorphes et de faibles épaisseurs, ceci quelle que soit la tension d'auto-polarisation de la cible. À 17,5% d'azote dans la décharge plasma, on note la présence du pic (111). Son amplitude est plus importante en comparaison avec celle obtenue sous -700V de tension de cible. Pas de différence notable entre les couches obtenues à 17,5 et 35% d'azote à part un léger décalage 'shift' des pics (111) vers des angles de diffraction plus faibles lors de l'augmentation de l'azote dans le plasma. Ce décalage est certainement dû à l'augmentation des contraintes internes avec le taux d'azote.

Ainsi, nous constatons que si notre critère d'optimisation est la cristallinité des films, la proportion optimale d'azote dans le plasma est de 25%. En effet, on a alors, sous -900V de tension de cible, un film qui semble bien cristallisé. De plus, nous notons la présence du pic à 97° de CrAlN d'orientation (222).

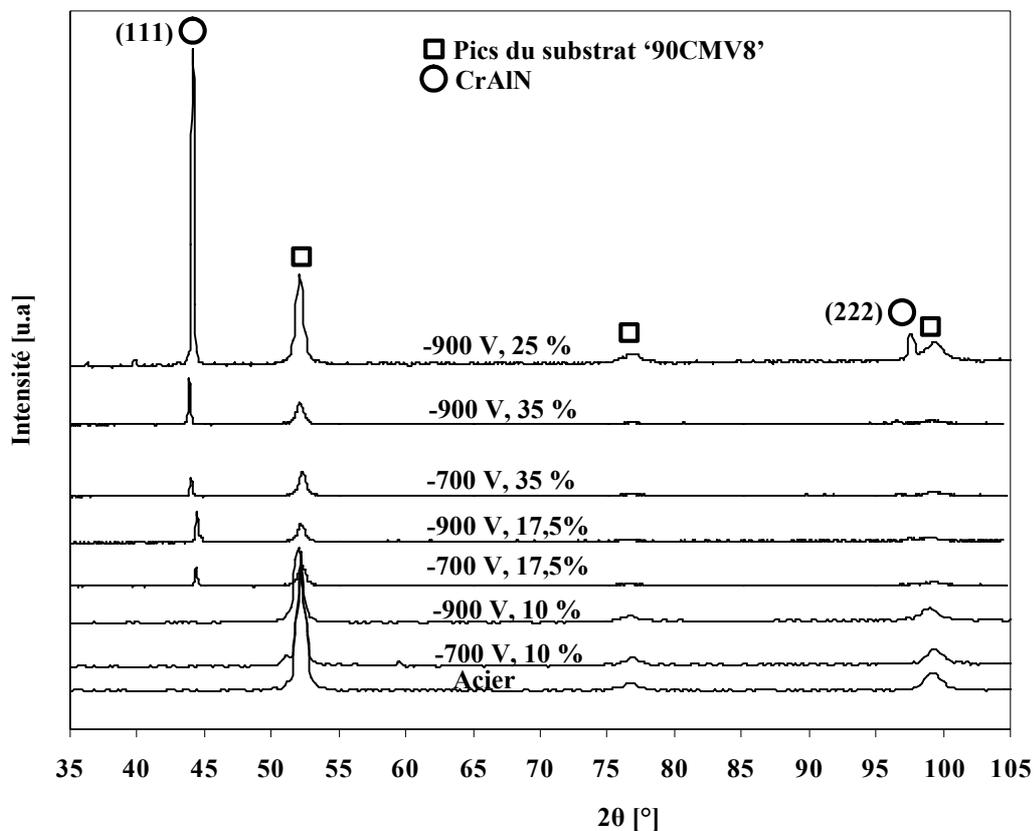


Figure.IV.1.12 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la proportion d'azote dans le plasma à différentes tensions de cible

### Vitesse de dépôt

Pour revêtir des outils de coupe, il ne suffit pas que le revêtement possède de bonnes propriétés, l'épaisseur est également un facteur influant sur son comportement lors de la coupe.

Les conditions que nous avons définies comme optimales pour l'obtention d'un bon taux de cristallisation des couches sont résumées dans le tableau.IV.1.4.

Pt ( $\mu\text{bar}$ )	%N <sub>2</sub>	Tap (-V)	Tpp (min)
4	25	900	5

Tableau.IV.1.4 : Conditions optimales d'élaboration des films de CrAlN

La micrographie de la figure.IV.1.13.a montre une tranche d'un échantillon élaboré sous ces conditions. Nous pouvons observer que ce dernier présente une structure en colonnes (cristalline) d'une épaisseur avoisinant les 1350 nm. Cette valeur est confirmée par les mesures réalisées au profilomètre. Sur la figure.IV.1.13.b est reportée l'évolution de l'épaisseur des couches en fonction du temps de dépôt. On constate que l'épaisseur augmente linéairement avec le temps de dépôt ce qui donne une vitesse moyenne de l'ordre de 15 nm/min. Une épaisseur de film de 2  $\mu\text{m}$  peut donc être obtenue après deux heures de dépôt.

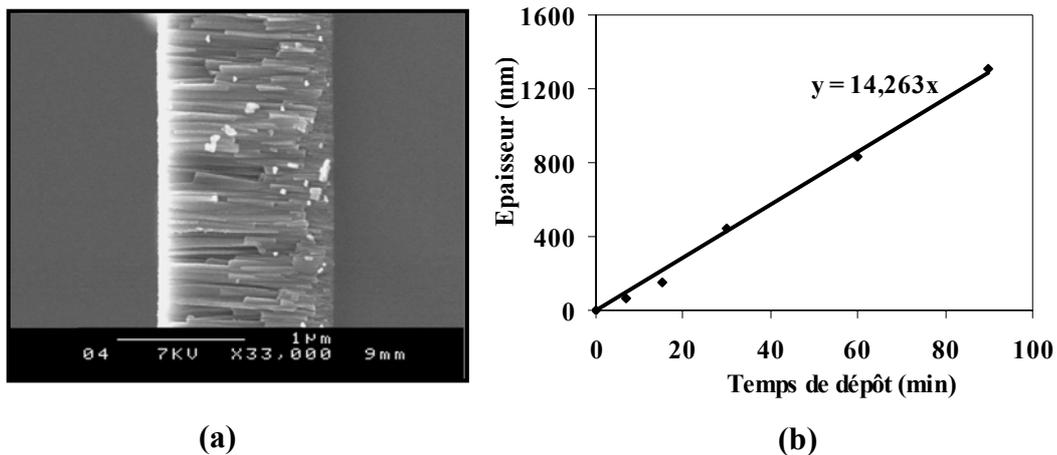


Figure.IV.1.13 : (a) Morphologie de la couche de CrAlN obtenue sous des conditions optimales, (b) Épaisseur de dépôt en fonction du temps

### IV.1.2.7. Conclusion

Des résultats précédents nous avons pu constater que les propriétés des films de CrAlN dépendent énormément des conditions expérimentales. En effet, on obtient des films de composition, morphologie et structure très différentes en fonction des paramètres expérimentaux. Nous avons donc fait varier plusieurs paramètres de dépôts (pression de travail, pression partielle d'azote, tension de la cible et temps de dépôt) avec pour objectif de définir un certain nombre de points de fonctionnement qui nous permettront d'obtenir un panel de revêtements à tester en usinage bois. Nous nous sommes aussi intéressés à la cristallinité des films et il s'avère que 5 mn de pré-pulvérisation de la

cible, une pression de travail de 4  $\mu$ bar, une tension de polarisation de -900 V ainsi qu'un temps de dépôt de 90 mn permettent d'obtenir des films bien cristallisés. Néanmoins, il subsiste un certain nombre d'interrogations :

Le fort taux d'oxygène que l'on obtient dans les couches est-il dû à une oxydation de surface des films ou bien provient-il de la couche alors que les analyses DRX ne montrent pas la présence d'oxydes ? Est-on en présence de CrN, AlN, une combinaison entre ces deux cristaux (CrN dans une matrice d'AlN ? AlN dans une matrice de CrN ?), ou bien sommes-nous en présence d'un composé nouveau dans le système Cr-Al-N ? Pour répondre à ces interrogations, des analyses par SIMS et XPS ont été réalisées.

### IV.1.3. Nature des composés formés

Le profil SIMS des éléments C, Al et O (figure.IV.1.14) a été réalisé sur un échantillon élaboré à 4  $\mu$ bar de pression de travail, 50% d'azote dans le plasma, -900V de tension de cible pendant 90 mn. Le décapage a été réalisé en partant de la surface de la couche vers le substrat. L'analyse quantitative réalisée par EDS pour cet échantillon a donné 5% d'oxygène.

L'homogénéité du signal de l'oxygène sur toute la profondeur de la couche après 600 s de décapage nous a permis de conclure que la présence de cet élément n'est pas due à une oxydation de la surface du film mais qu'il est bien présent dans la couche élaborée. Afin de savoir si nous sommes en présence d'oxyde, d'oxynitride ou bien d'oxygène non lié mais aussi de connaître la nature des phases que l'on a obtenues et l'homogénéité de nos couches, nous avons réalisé des analyses par XPS.

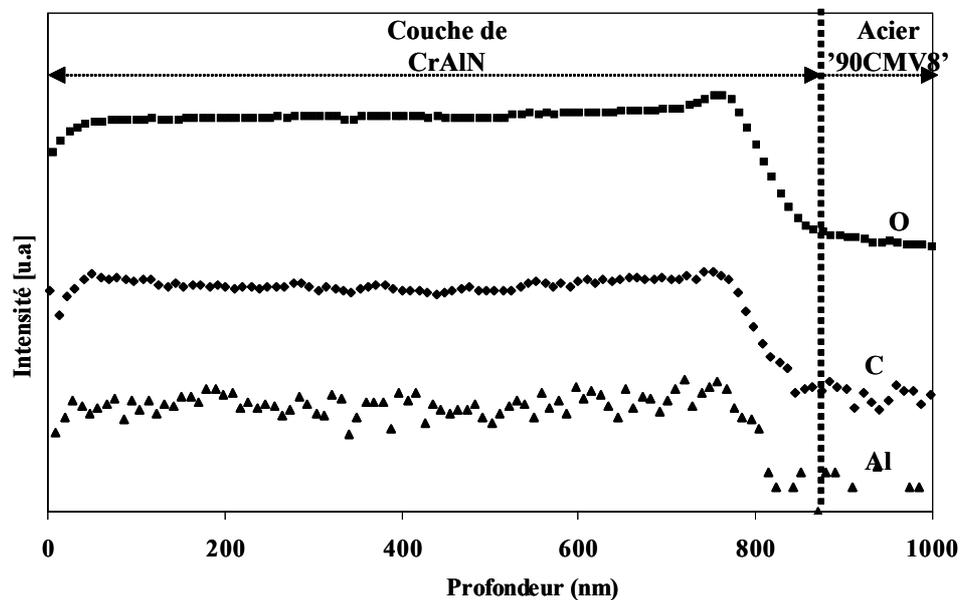


Figure.IV.1.14 : Profil SIMS d'une couche de CrAlN élaborée à 50%N<sub>2</sub>, 4 $\mu$ bar, -900V, 90min

Les analyses ont été réalisées sur des échantillons revêtus dans des conditions de dépôts différentes. Les spectres XPS des échantillons élaborés à 0, 50 et 100% de N<sub>2</sub> sont montrés sur la figure.IV.1.15. Les conditions de dépôts étaient les suivantes : une pression de 4  $\mu$ bar, -500 V de tension de cible, un temps de dépôt de 60 mn. L'analyse de la surface s'est déroulée sans décapage.

Le but premier de cette analyse était de voir réellement quels sont les éléments présents dans nos films et leur concentration. Il s'avère que seuls les éléments Cr, Al, N, O et C ont été détectés.

Le tableau.IV.1.5 résume les concentrations des éléments pris sur le pic correspondant. Nous notons que les concentrations en carbone sont très importantes. Augmenter le taux d'azote dans le plasma a pour effet d'enrichir la surface en carbone. L'azote remplace en partie l'oxygène. Toutefois la concentration en oxygène reste importante même pour l'échantillon élaboré à 100 % de N<sub>2</sub>.

Lors des analyses réalisées par EDS, l'échantillon élaboré à 0% d'azote dans le plasma a montré une concentration atomique en O<sub>2</sub> de 0,9 % tandis que l'analyse XPS montre un taux avoisinant 36 %. Certes, ce genre d'analyse est plus sensible et donne des résultats sur les premières couches atomiques qui peuvent être généralement oxydées lors de la remise à l'air de l'échantillon mais une telle différence n'est pour le moment pas explicable.

Ainsi, en première approximation, nous avons pu constater que nos films contiennent un fort taux de carbone et d'oxygène mais qu'en est-il des liaisons des éléments contenus dans le film ?

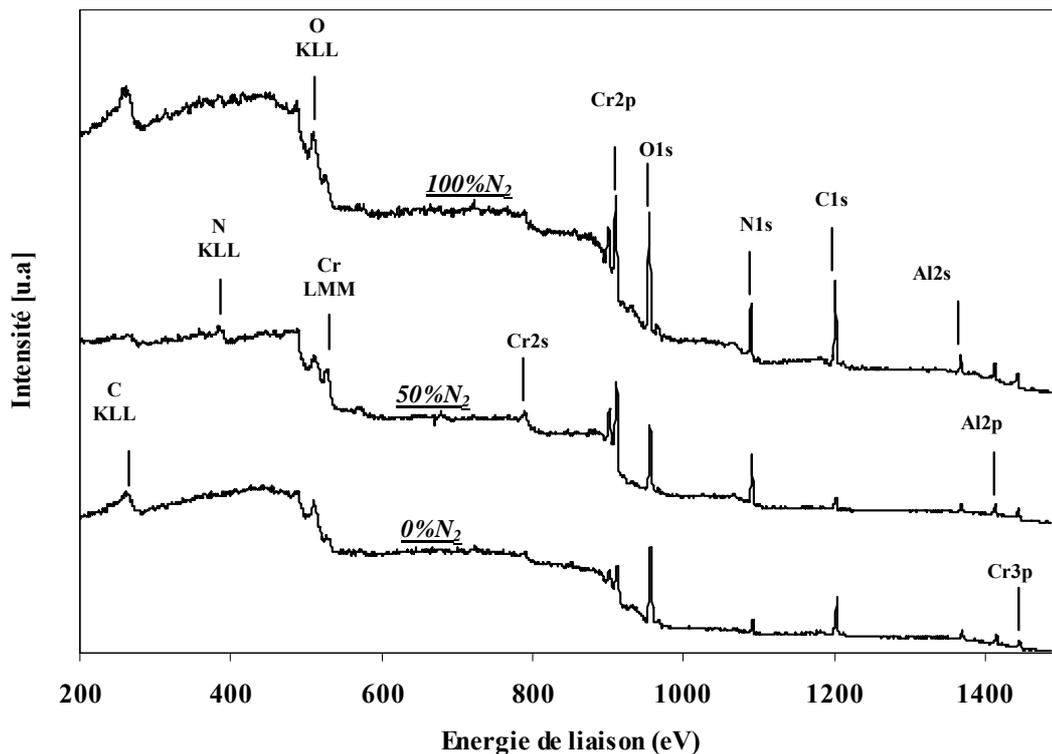


Figure.IV.1.15 : Spectres XPS de dépôts de CrAlN obtenus à différents taux d'azote

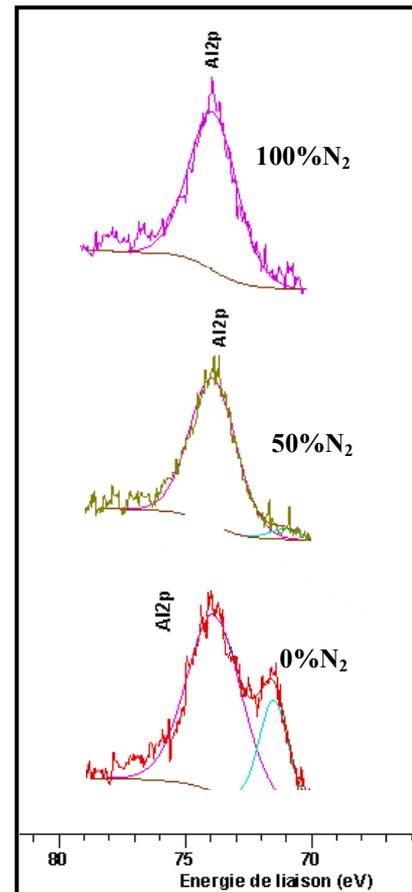
%N <sub>2</sub>	Élément/niveau	Position (eV)	Concentration (at %)
0	Al/2p	73.8	25.2
	C/1s	284.5	31.2
	Cr/2p	573.1	7.2
	N/1s	396.0	0.8
	O/1s	530.4	35.7
50	Al/2p	73.5	15.5
	C/1s	284.5	44.6
	Cr/2p	576.2	6.7
	N/1s	396.6	14.8
	O/1s	531.9	18.4
100	Al/2p	73.6	16.2
	C/1s	284.5	39.4
	Cr/2p	575.0	8.7
	N/1s	396.1	18.1
	O/1s	531.1	17.5

Tableau.IV.1.5 : Analyse quantitative globale XPS

Une analyse fine avec déconvolution des pics peut permettre l'identification des phases en présence. Pour l'aluminium, les positions de Al2p pour Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (73.4 à 75.8 eV) et AlN (73.5 eV) se superposent (figure.IV.1.16). En ce qui concerne l'azote, les pics AlN et CrN sont très proches (autour de 396.5 eV). Le composé Cr<sub>2</sub>N donne un pic à plus haute énergie de liaison (environ 397.6 eV).

Sur Al2p, il y a deux composantes sur l'échantillon ne contenant pas d'azote et une seule composante sur les deux autres échantillons (figure.IV.1.16). La composante unique à haute énergie de liaison (73.5-73.7 eV) peut être attribuée à un oxyde ou un nitrure, et la composante à plus faible énergie de liaison (71.36 eV) peut être attribuée à une liaison Al-Cr (pour l'aluminium métallique, l'énergie de liaison du niveau 2p est de 73 eV).

Nous retenons ici qu'il n'est pas aisé de statuer sur la nature des composés que l'on a dans nos couches uniquement en se basant sur ces résultats. La seule certitude que l'on a pu avoir est que les films analysés ne contiennent pas la phase hexagonale du nitrure de chrome, Cr<sub>2</sub>N. Nous nous sommes demandés si le fait de réaliser les analyses sans décapage des premières couches atomiques pouvait être la cause de ces résultats. Aussi nous avons effectué des analyses sur d'autres échantillons décapés sous flux d'Ar<sup>+</sup> pendant 120 et 3600 s. Il est important de noter qu'un décapage prolongé n'est pas conseillé car il peut modifier la structure du matériau de base et fausser la nature des liaisons existantes.

Figure.IV.1.16 : Désommission du pic Al2p pour les échantillons 0, 50 et 100% de N<sub>2</sub>

Les résultats enregistrés montrent encore une fois que même si l'échantillon est érodé en surface, la concentration en oxygène est tout de même importante. Si l'on prend l'exemple de l'échantillon élaboré sous 4  $\mu$ bar de pression de travail, -900 V de tension d'auto-polarisation, 17,5 % de N<sub>2</sub> dans le plasma pendant 90 mn, la quantité d'oxygène relevée après 4500 s de décapage est de 37 % tandis que le taux de carbone n'est plus que de 0,9 %. Le carbone est donc bien une impureté de surface ce qui n'est pas le cas de l'oxygène. L'identification des phases est restée problématique avec les appareillages utilisés. D'autres analyses se révèlent donc nécessaires pour répondre à ces interrogations (MET-HR et/ou EBSD).

## IV.1.4. Caractérisations mécaniques

### IV.1.4.1. Contraintes et épaisseur

Un des paramètres pouvant influencer sur le niveau de contraintes dans les revêtements est leur épaisseur.

Au refroidissement, en fin d'opération, apparaissent des contraintes résiduelles dans les échantillons à cause de la différence du coefficient d'expansion thermique entre le film et son substrat. Si ces contraintes sont élevées, elles peuvent conduire à la délamination (décollement) du revêtement ou des craquelures dans celui-ci. Autant dire qu'un revêtement trop contraint soumis à des efforts de coupe tels que ceux de l'usinage du bois (déroulage par exemple) se comportera très mal et s'endommagera très vite. Il s'agit donc de vérifier que des épaisseurs de l'ordre du micron ne présentent pas de contraintes susceptibles d'entraîner le décollement des revêtements.

Nous avons ainsi réalisé des dépôts de CrAlN sous les conditions qui donnaient une vitesse de dépôt uniforme avec comme seule variable le temps. La figure.IV.1.17 montre les résultats obtenus.

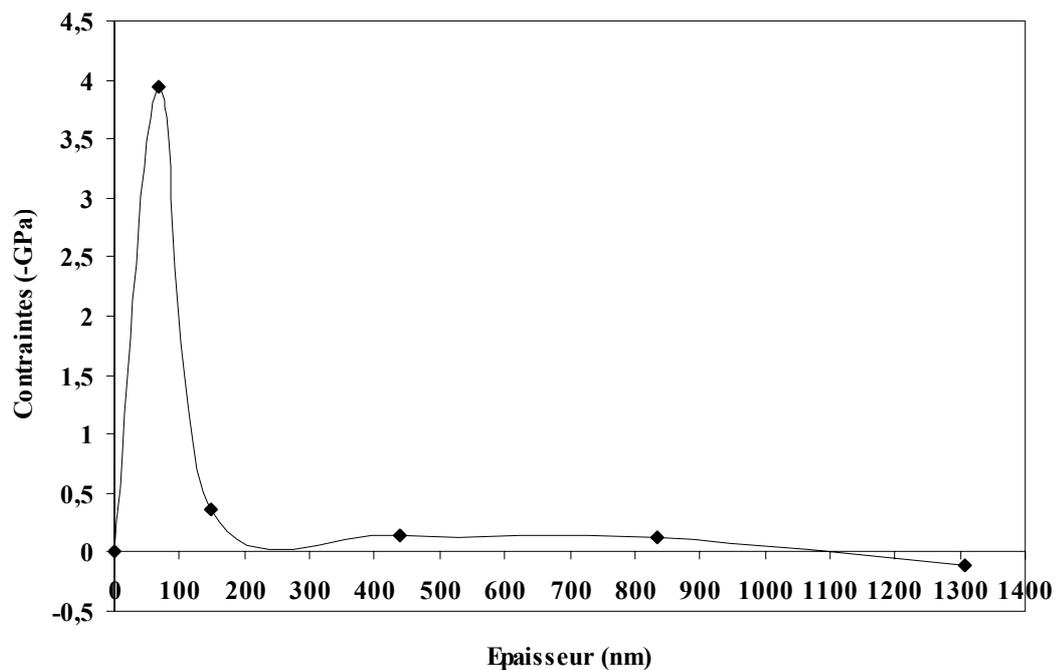


Figure.IV.1.17 : Contraintes des films de CrAlN à différentes épaisseurs

Les contraintes internes des films évoluent avec l'épaisseur, elles sont compressives en début de croissance et par la suite passent en tension. On passe par un maximum de -4 GPa vers 80 nm. Dépasser ce maximum, les contraintes semblent se relaxer et à 1100 nm changent de forme et de signe (contraintes extensives). Globalement les contraintes sont faibles et cela pourrait s'expliquer par la présence massive d'oxygène dans les couches.

Cette évolution de l'allure des contraintes des films a été observée auparavant lors du travail de thèse de Nouveau [59]. La valeur de contraintes de films de CrN et Cr<sub>2</sub>N élaborés par pulvérisation magnétron R.F sont importantes aux faibles épaisseurs puis se relaxent aux épaisseurs plus importantes (figure.IV.1.18).

Selon Nouveau [59], le pic de contrainte peut s'expliquer soit par un changement de structure en cours de croissance de la couche (on a par exemple observé dans le cas du nitrure de bore un changement : h-BN désorienté → h-BN orienté → c-BN [159,160]), soit par la création en début de dépôt d'îlots qui vont ensuite coalescer et être responsables de dislocations donc de contraintes importantes [161,162]. La diminution de la contrainte lorsque l'épaisseur augmente est alors attribuée à un effet d'ombrage. Ce dernier est responsable de la création de vides intercolonnaires qui relaxent la contrainte.

En effet, Hones [163] a schématisé ce processus comme le passage de la croissance de colonnes cylindriques vers des colonnes coniques induisant des effets d'ombre lors du dépôt et donc des espaces vides de plus en plus importants lorsque l'épaisseur de la couche augmente (figure.IV.1.19). Ceci expliquerait donc que pour de faibles épaisseurs on est en présence de colonnes cylindriques relativement identiques et de peu d'espaces vides donc de couches relativement denses et contraintes, alors que pour de grandes épaisseurs, les colonnes deviennent coniques ce qui induit des espaces vides de plus en plus grands entre elles. Les couches sont alors moins denses et les contraintes ont tendance à diminuer.

Les couches que nous avons utilisées lors des essais d'usinage et qui ont des épaisseurs de l'ordre du micron sont donc très peu contraintes.

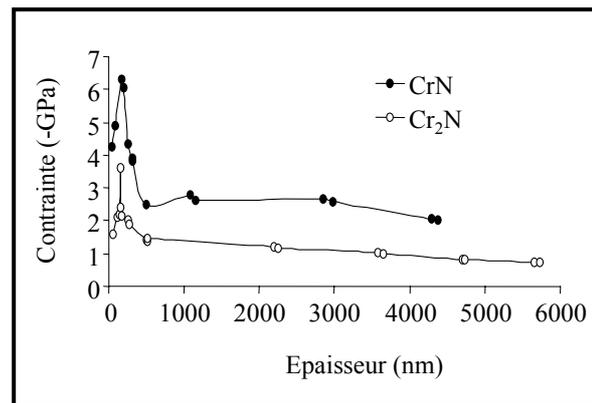


Figure.IV.1.18 : Contrainte en fonction de l'épaisseur des couches de CrN et Cr<sub>2</sub>N [59]

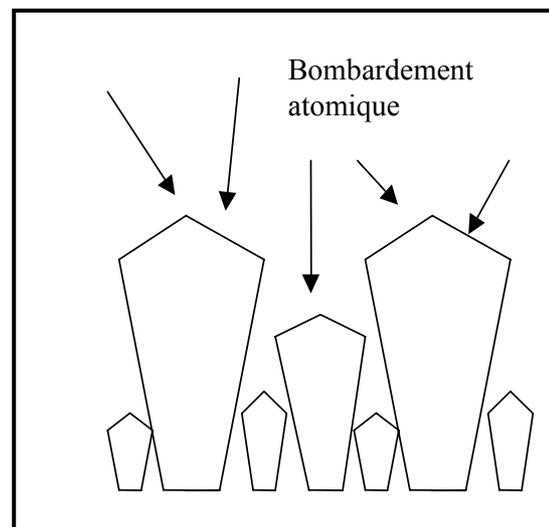


Figure.IV.1.19. Modèle de croissance des couches selon Hones [163]

#### IV.1.4.2. Nanodureté

Les valeurs de dureté des films de CrAlN mesurées par nanoindentation sont regroupées dans le tableau.IV.1.6.

Film	Pt ( $\mu$ bar)	T (min)	-Tap (V)	%N <sub>2</sub>	Tpp (min)	Dureté (GPa)	Module d'Young E (GPa)
1	4	90	700	35	5	19,7	270
2				17,5		22,7	365
3			35	21,4		307	
4			17,5	23,5		402	
5	8		900	25		8,2	153
6	12					6,4	121
7	4		25	30		20,3	283
8						26,7	380
9			60	20,2		350	
10			10	25,8		315	
11		180	900	25	5	18,35	370

Tableau.IV.1.6 : Résultats des mesures de nanoindentation sur des couches de CrAlN

En première observation, le film 8 présente la plus haute dureté parmi tous les films testés. Il semble donc que le temps de pré-pulvérisation est important dans les mêmes conditions de dépôt. En comparant les valeurs obtenues pour les films 7, 8 et 9, il apparaît que les duretés des films 7 et 9 sont pratiquement égales et que celle mesurée pour le film 8 leur est supérieure de 6 GPa. Il existe donc une durée de pré-pulvérisation optimale se situant entre 5 et 60 mn. Nous avons noté par ailleurs, que la pré-pulvérisation de la cible n'influe que très peu sur la cristallinité des couches (§ IV.1.2.1). En terme de dureté, l'influence est plus marquée.

À partir des valeurs du tableau.IV.1.6, un autre constat a été noté, mais cette fois contraire au précédent. En effet, dans le chapitre § IV.1.2.5 nous avons constaté que plus le temps de dépôt est long et plus les films produits sont cristallisés. En terme de dureté, ce n'est pas ce critère qui prime. Si l'on compare les mesures enregistrées pour les films 7 et 11, il semble qu'augmenter le temps de dépôt fait baisser la dureté. Cependant, les valeurs mesurées sont tout de même proches.

En ce qui concerne les tendances qui se dégagent de ces mesures, on observe également l'influence de trois autres paramètres de dépôt : la pression de travail, le taux d'azote dans le plasma et la tension d'auto-polarisation de la cible.

On remarque pour les films 5, 6 et 7 que plus la pression de travail est faible, plus la dureté du film augmente, les autres paramètres étant constants, et il en va de même pour le module d'Young (figure.IV.1.20). En effet, les valeurs les plus faibles sont celles des films 5 (8,2 GPa) et 6 (6,4 GPa). Nous observons alors que la pression la plus propice pour produire des films présentant de bonnes duretés et un bon module d'Young est autour de 4 $\mu$ bar. Ces résultats corroborent ceux obtenus par DRX et peuvent être expliqués par l'effet du bombardement ionique qui augmente avec la diminution de la pression de travail.

Les mêmes constatations ont été retenues en ce qui concerne l'influence de la fraction volumique d'azote dans la décharge plasma (figure.IV.1.21) même si elles sont moins marquées que précédemment. Au vu des duretés mesurées pour les films 3, 4, 7 et 10, nous notons que la dureté diminue avec l'augmentation du pourcentage d'azote dans le plasma. En DRX, les films produits à 10% d'azote sont amorphes et ceux obtenus à 25% sont cristallisés. On remarque donc qu'un bon taux de cristallisation n'est pas forcément un indicateur sur les propriétés mécaniques des films, plus spécialement en dureté. Par contre, ces résultats corroborent pleinement notre hypothèse sur l'effet bénéfique du bombardement ionique. En effet, avec l'augmentation du taux d'azote on a diminution du taux d'argon ce qui a pour conséquence la diminution du bombardement ionique, l'atome d'argon étant presque 3 fois plus lourd que l'atome d'azote.

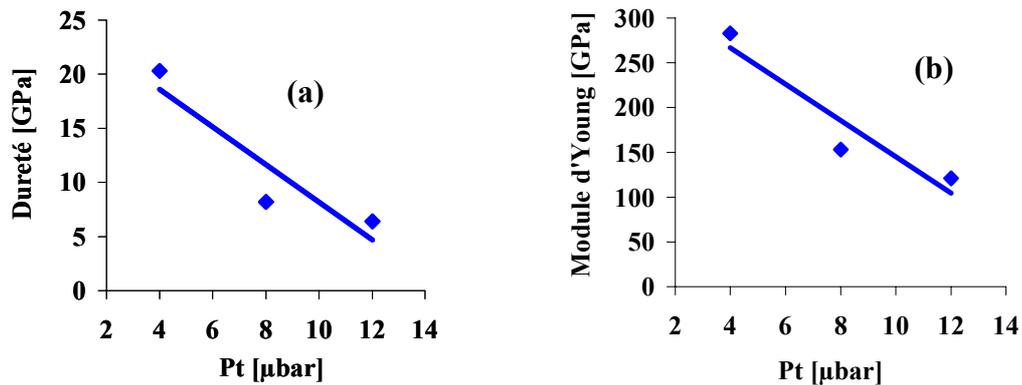


Figure.IV.1.20 : Influence de la pression de travail sur : (a) la dureté, (b) et le module d'Young des revêtements de CrAlN

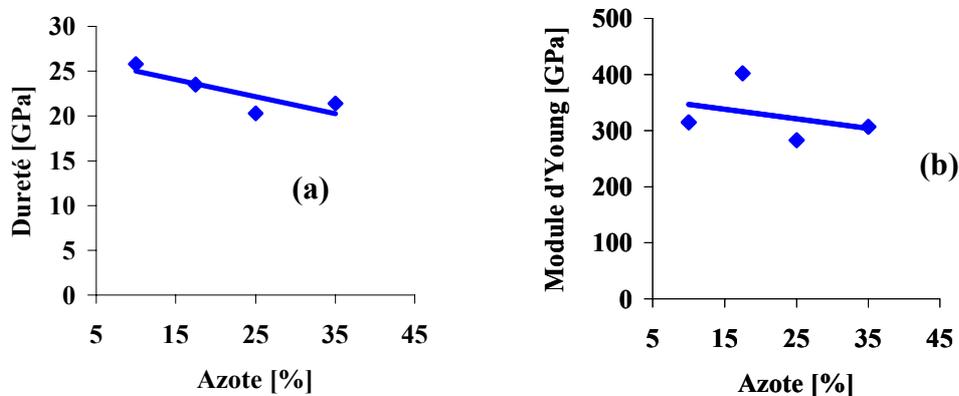


Figure.IV.1.21 : Influence du taux d'azote dans le plasma sur la dureté et le module d'Young des revêtements de CrAlN

Le dernier paramètre étudié est la tension d'auto-polarisation de la cible. Celle-ci a permis d'augmenter de façon significative la dureté des couches. En effet la comparaison effectuée entre les films 1, 2, 3 et 4 montre que travailler à haute tension donne de meilleurs résultats en terme de dureté et de module d'Young (figure.IV.1.22). Ceci est valable pour les deux pressions partielles d'azote dans le plasma (17,5 et 35 %).

La tension employée est cependant limitée par plusieurs facteurs notamment l'échauffement de la cible plus important, et donc à terme, son endommagement si l'on travaille à des tensions trop élevées. Une tension de -900V semble un bon compromis et

permet de travailler dans de bonnes conditions, tout en obtenant une dureté et un module d'Young élevés.

De la synthèse des résultats obtenus jusqu'à présent, il est donc évident que travailler à haute tension conduit à l'obtention de films épais, bien cristallisés et présentant de bonnes propriétés de dureté.

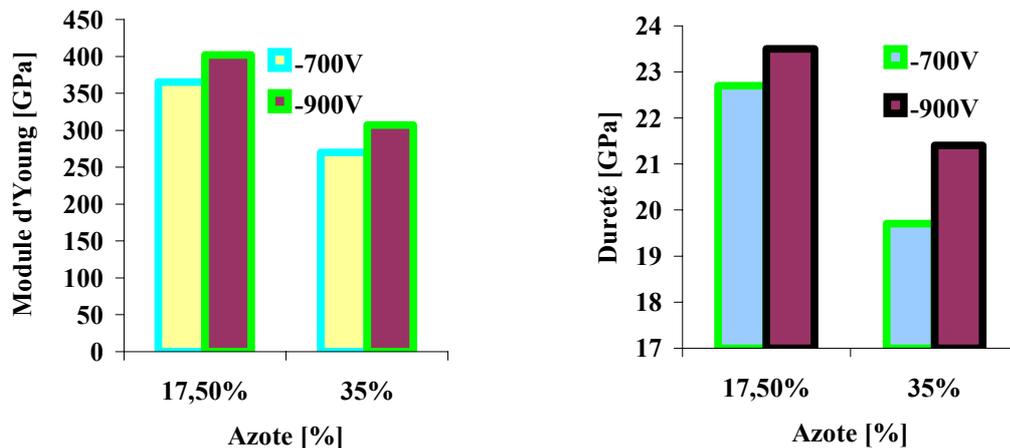


Figure.IV.1.22 : Influence de la tension d'auto-polarisation de la cible sur la dureté et le module d'Young des revêtements de CrAlN

Il apparaît donc que diminuer la pression, diminuer le taux d'azote ou augmenter la tension de cible participe à l'augmentation de la dureté des couches synthétisées. Comme ces trois paramètres expérimentaux sont intimement liés au bombardement ionique, on peut conclure que dans les plages de variation que nous avons explorées pour ces trois paramètres, la dureté des films est contrôlée par ce phénomène.

#### IV.1.4.3. Adhérence

Les tests d'adhérence des couches ont été effectués par scratch-tests. Les films testés ainsi que leurs conditions d'élaborations sont résumés sur le tableau.IV.1.7. Pour tous les films, 4 mesures de la charge critique  $Lc_2$  ont été réalisées. Le but est évidemment d'avoir une valeur de  $Lc_2$  la plus grande possible, puisqu'elle témoigne de la force minimale qu'il faut appliquer pour arracher le revêtement du substrat.

Nous avons également effectué des observations au MEB afin de vérifier la nature des endommagements rencontrés. Des exemples sont représentés sur la figure.IV.1.23. On retrouve :

- des traces d'endommagement en fond de rayure se manifestant sous la forme d'une fissuration légère et incohérente (EFR),
- un écaillage sur le côté de la rayure (EC),
- un écaillage en fond de rayure (ER),
- un début de fissuration transverse (FT),
- une fissuration traversante perpendiculaire à la direction de la rayure et cohérente (FTra).

Films N°	Pt ( $\mu$ bar)	T (min)	Tap (-V)	% de N <sub>2</sub>	Tpp (min)	Lc <sub>2</sub>
1	4	60	500	25	5	25,05
2	4	60	500	50	5	24,55
3	4	60	500	75	5	22,25
4	4	60	500	100	5	20,28
5	4	60	300	25	5	24,69
6	4	60	700	25	5	24,6
7	4	60	900	25	5	26,78
8	4	120	500	25	5	26,34
9	4	180	500	25	5	19,04
10	4	240	500	25	5	20,72
11	2	90	900	25	5	19,09
12	4	90	900	25	5	13,7
13	8	90	900	25	5	Rupture
14	12	90	900	25	5	1,54
15	4	90	900	25	30	20,88
16	4	90	900	25	60	14,79
17	4	90	900	10	5	10,25
18	4	90	900	17,5	5	16,07
19	4	90	900	35	5	27,08
20	4	180	900	25	5	21,34

Tableau.IV.1.7 : Films testés en scratch-tests ainsi que leurs conditions d'élaboration

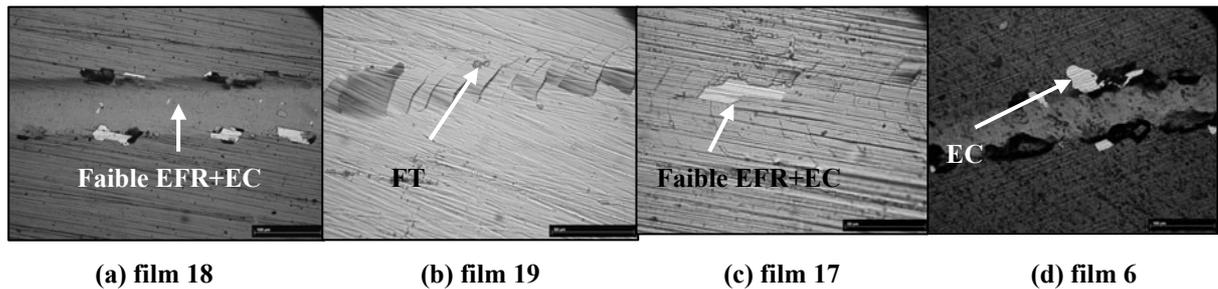


Figure.IV.1.23. Endommagements des films : (a) 18, (b) 19, (c) 17 et (d) 6

À partir du tableau.IV.1.7, nous remarquons que les valeurs de Lc<sub>2</sub> sont relativement faibles. Ceci étant dû à l'appareillage utilisé (ENSAM d'Angers) qui sous-estime les valeurs mesurées. Pour l'interprétation, nous ne comparerons alors que les résultats obtenus.

En observant les charges critiques Lc<sub>2</sub> obtenues pour les films 1, 2, 3 et 4, nous vérifions que l'augmentation de la fraction volumique d'azote dans le plasma conduit à diminuer la charge critique Lc<sub>2</sub> (figure.IV.1.24.a).

Cette constatation a été également enregistrée pour la dureté des films en fonction de l'augmentation des proportions d'azote. Nous remarquons donc que l'augmentation de l'azote dans le plasma diminue la cristallisation des films et leur dureté sous une tension d'auto-polarisation égale à -500V. Par ailleurs, le comportement est inverse sous -900V de tension d'auto-polarisation (films 12, 17, 18 et 19). En effet, l'adhérence des films augmente avec la proportion d'azote dans le plasma (figure.IV.1.24.b).

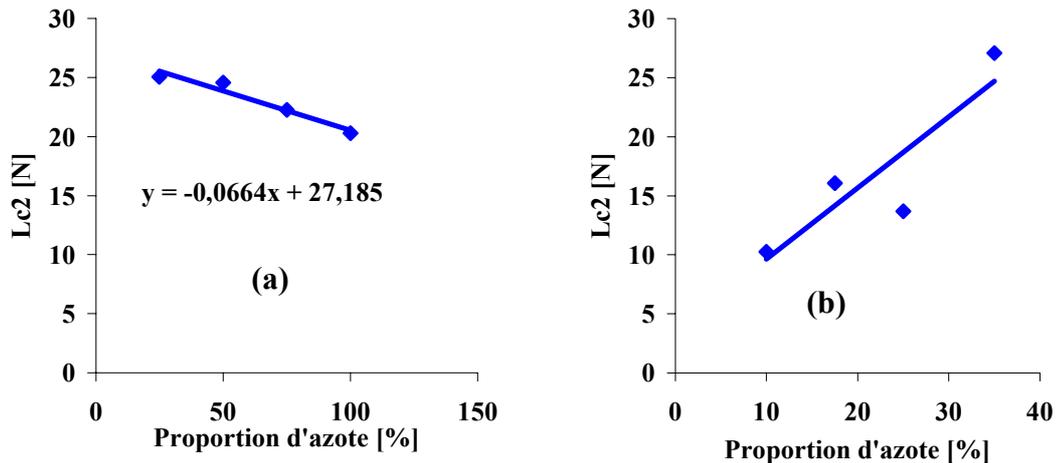


Figure.IV.1.24 : Évolution de  $L_{c2}$  en fonction de la fraction volumique dans le plasma sous une tension d'auto-polarisation de : (a) -500V, (b) -900V

En ce qui concerne l'influence de la tension d'auto-polarisation de la cible (films 1, 5, 6 et 7), nous observons que l'augmentation de cette dernière ne change que très peu l'adhérence des films (figure.IV.1.25.a). En effet, les valeurs mesurées pour les trois films sont proches. Mais la tendance est tout de même à son augmentation.

La diminution d'adhérence est plus marquée dans le cas de l'augmentation de la pression de travail (films 11, 12, 13 et 14). On se rend alors compte que tout comme pour les résultats de DRX, il faut travailler à basse pression (figure.IV.1.25.b) pour obtenir la meilleure adhérence. En effet, pour une pression de gaz élevée, la force nécessaire pour arracher le revêtement est quasiment nulle et celui-ci n'est pas du tout adhérent.

Enfin, nous avons observé l'effet du temps de pré-pulvérisation de la cible. Nous notons que ce paramètre modifie l'adhérence des films 12, 15 et 16. Comme pour la dureté, il apparaît que la durée optimale de pré-pulvérisation est comprise entre 5 et 60 mn.

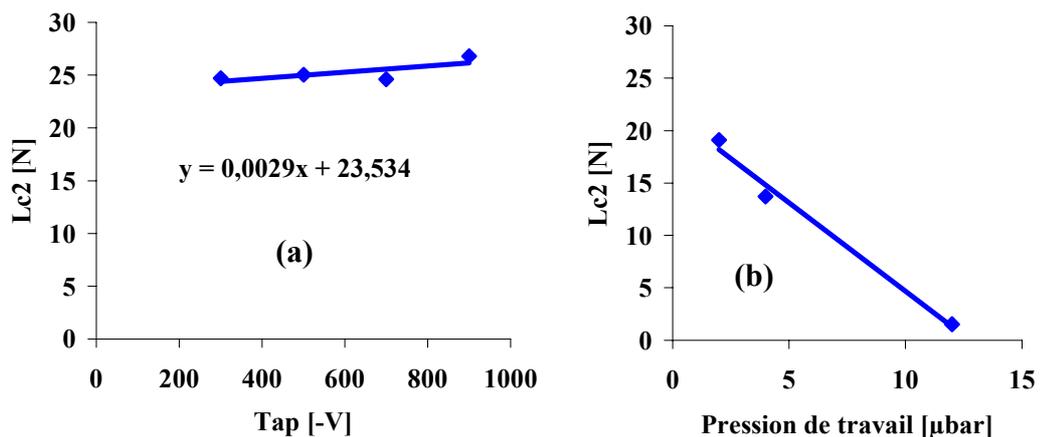


Figure.IV.1.25 : Évolution de  $L_{c2}$  en fonction de : (a) la tension d'auto-polarisation, (b) la pression de travail

#### IV.1.4.4. Usure (mesure du coefficient de frottement)

Des essais tribologiques ont été réalisés sur nos films afin d'obtenir le coefficient de frottement  $\mu$ . Les films analysés et leurs conditions d'élaboration sont résumés dans le

tableau.IV.1.8. Les paramètres expérimentaux ont été choisis pour appréhender l'influence de la pression totale dans l'enceinte de dépôt, la tension de cible, le temps de dépôt, le pourcentage d'azote et le temps de pré-pulvérisation de la cible.

Films	Pt ( $\mu\text{bar}$ )	T (min)	Tap (-V)	N <sub>2</sub> (%)	Tpp (min)	Temps avant rupture (s)	$\mu$
1	12	90	900	25	5	Cassure instantanée	/
2	4	90	900	25	5	685	0,31
3	4	90	900	25	30	Cassure instantanée	/
4	4	90	900	25	60	452	0,41
5	4	60	300	25	5	Cassure instantanée	/
6	4	60	700	25	5	Cassure instantanée	/
7	4	60	900	25	5	149,7326	0,41
8	4	90	900	10	5	Cassure instantanée	/
9	4	90	900	35	5	Cassure instantanée	/
10	2	90	900	25	5	296,0813	0,14
11	8	90	900	25	5	Cassure instantanée	/
12	4	180	900	25	5	Cassure instantanée	/

Tableau.IV.1.8 : Conditions de dépôts des films testés en tribologie

La courbe de comportement d'un film standard (film 2) est portée sur la figure.IV.1.26.

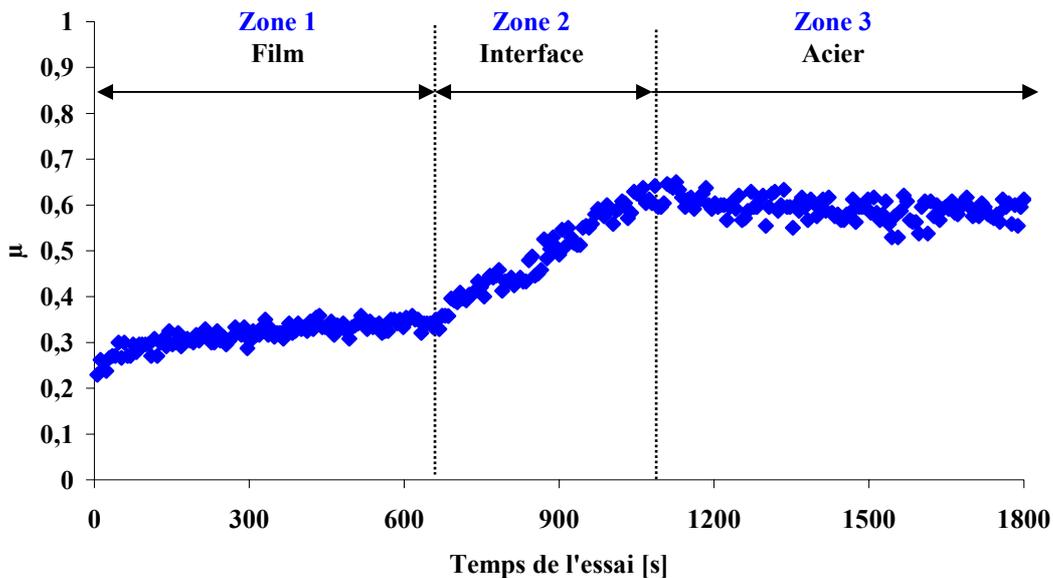


Figure.IV.1.26 : Courbe de frottement du film N°2

Nous distinguons trois zones. La zone 1 correspond à la réponse du film au frottement de la bille. La moyenne calculée à partir de tous les points de mesures dans cette zone nous a permis d'obtenir le coefficient de frottement du film  $\mu$ . La zone 2 (interface) coïncide avec le début de l'endommagement du film. Elle donne la réponse du frottement de la bille avec la couche, l'interface et le substrat. Enfin la zone 3 correspond au frottement avec le substrat. Nous avons pu ainsi déterminer le coefficient de frottement  $\mu$  de l'acier :  $\mu_{\text{acier}} = 0,6$ .