

No. d'ordre :

Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene

Faculté de sciences de l'ingénieur

THESE

pour l'obtention du grade de

MAGISTER

Spécialité : *Génie Mécanique*

Option : *Fatigue et Mécanique des Matériaux*

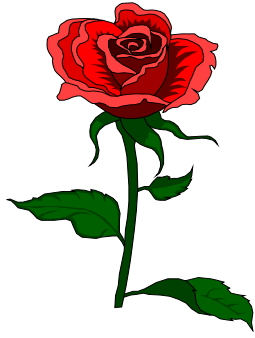
Présenté par : Mr Faghi Lotfi

Intitulé :

*Etude du comportement au fluage du nitrure
d'aluminium*

Devant le jury composé de :

Mr. S.LEBAILI	Professeur à l'USTHB	Président
Mr .K.TAIBI	Maître de Conférences à l'USTHB	Examineur
Mr. D. BRADAI	Maître de conférences à l'USTHB	Examineur
Mr N. NECIB	Maître de conférences à l'EMP	Examineur
Mr. M .AZZAZ	Maître de Conférences à l'USTHB	Directeur de thèse



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A tous ceux qui m'ont poussé à travailler,

En commençant par mes parents,

Mon cher père,

Et spécialement à lui,

Ma chère mère,

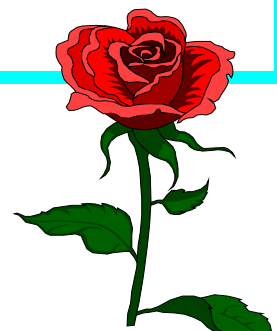
Ma femme,

Mes sœurs,

Mon frère,

Mes amis,

Et mes enseignants,



Et je rends grâce à dieu
Pour tout ce qu'il m'a donné.

Et enfin à *Sarah*

Remerciements



*Je remercie M.S. **Lebaili** Professeur à la faculté des sciences de l'ingénieur (USTHB) d'avoir voulu présider la soutenance de ma thèse pour l'obtention du grade de magister, je remercie aussi M.**K.Taibi**, maître de conférences à la faculté des sciences de l'ingénieur (USTHB), M.**D.Bradai**, maître de conférences à la faculté de physique (USTHB) et M. **N. Necib** maître de conférences à l'école militaire polytechnique (EMP) pour avoir examiner ma thèse et enfin mes profonds remerciement à M. **M. Azzaz**, maître de conférences à la faculté des sciences de l'ingénieur (USTHB), pour son encadrement et pour toute l'aide qu'il m'a conféré durant toute la période de mon travail.*

Sommaire

Position du problème *p :01*

Chapitre I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. 1- Généralités *p :04*

I. 2- Synthèse des poudres *p :05*

I. 3 - Frittage *p :06*

I. 4 - Cristallographie de l'AlN : *p :07*

I. 5 - Propriétés physiques de l'AlN : *p :09*

I. 6 - Propriétés mécaniques de l'AlN : *p :10*

I. 7- Généralités sur le fluage des céramiques *p :11*

1. 8- Les défauts dans la structure de WURTZITE *p :13*

I. 8-1 Les dislocations dans la structure de WURTZITE : *p :15*

a)- Les dislocations α et β : *p :16*

b) – les fautes d'empilements et leur vecteur déplacement : *p :16*

I. 9- Les défauts étendus dans l'AIN :	<i>p :17</i>
I. 9-1- dislocations partielles :	<i>p :17</i>
I. 9-2- les dislocations parfaites :	<i>p :18</i>
I. 9-3- LES IDB (frontière du domaine d'inversion) :	<i>p :18</i>
I. 9-3-1- Caractéristiques structurales et géométrique :	<i>p :19</i>
I. 9-3-2- Mécanismes de formation des IDB :	<i>p :22</i>
I. 9-3-3- Le rôle de l'oxygène :	<i>p :23</i>
I. 9-3-4- Dislocations et IDB :	<i>p :25</i>
I. 9-4- La cavitation :	<i>p :26</i>

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1 Matériau brut	<i>p :27</i>
II-2 Essais mécaniques	<i>p :28</i>
II.3 Méthodes de dépouillement des courbes de fluage	<i>p :30</i>
II.3 Mesure de densité	<i>p :33</i>
II.4 Mesure de la taille de grain	<i>p :34</i>
II.5 Microscopie électronique à balayage (MEB)	<i>p :37</i>
II.6 Microscopie électronique à transmission (MET)	<i>p :38</i>
II.6.1 Préparation des lames minces	<i>p :38</i>
II.6.2 Observation au microscope électronique à transmission (MET)	<i>p :39</i>
II.7 Analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie EDS (EDAX)	<i>p :42</i>

Chapitre III : RESULTATS MACROSCOPIQUES ET DISCUSSIONS

III-1 Discussion des résultats macroscopiques :	<i>p :44</i>
--	--------------

Chapitre IV: RESULTATS MACROSCOPIQUES ET DISCUSSIONS

4.1 Taille des grains	<i>p :55</i>
4.1.1 Echantillons non déformé	<i>p :55</i>

4.1.2 Echantillons déformés en fluage	<i>p :56</i>
4.2 Résultat de cavitation	<i>p :58</i>
4.3 Phase secondaire	<i>p :58</i>

Chapitre V: DISLOCATIONS ET IDB

5.1 Matériau non déformé	<i>p :61</i>
5.2 Matériau déformé	<i>p :61</i>

<i>Conclusion</i>	<i>p :69</i>
--------------------------	--------------

<i>Références bibliographiques</i>	<i>p :72</i>
---	--------------

<i>Index des tableaux</i>	<i>p :78</i>
----------------------------------	--------------

<i>Table des figures</i>	<i>p :79</i>
---------------------------------	--------------

<i>Glossaire</i>	<i>p :82</i>
-------------------------	--------------

<i>Annexes</i>	<i>p :89</i>
-----------------------	--------------

Index des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés physiques des nitrure d'aluminium [BILLY et al (1985), KIFFER et al (1976) et MROZ(1992)].	<i>p</i> :10
Tableau I.2 : Caractéristiques mécaniques du nitrure d'aluminium d'après KEIFFER et al (1976) et TASST (1988).	<i>p</i> :11
Tableau I.3 : les vecteurs de burgers et l'énergie des dislocations dans l'H.C [Feregotto 1996]	<i>p</i> :14
Tableau I.4 :Pour la visibilité des IDB _p en MET, à deux ondes (0 : extinction, ϕ : extinction suivant conditions , V : en contraste) [Hagège et al 1988, 1991] [Westwood et al 1991a]	<i>p</i> :21
Tableau I.5 : Pour la visibilité des IDB _c en MET, à deux ondes (0: extinction, ϕ : extinction suivant conditions V : en contraste) [Westwood et al 1991a][Michel et al 1994]	<i>p</i> :22
Tableau II.1 : Analyse chimique de l'AlN	<i>p</i> :28
Tableau II.2 : récapitulation de la description	<i>p</i> :36
Tableau II-3 : distances inter-réticulaires d_{hkl} ,facteurs de structure f_{hkl} et distances d'extinction ξ_g des plans (h,k,l) utilisés (tension d'accélération :200 kV).	<i>p</i> :41
Tableau III. 1 : valeurs de $\dot{\epsilon}_{ss}$ en s ⁻¹ , () les valeurs obtenues sur ESK	<i>p</i> :53

Tables des figures

Chapitre I :

- Figure 1.1** : Sites occupés dans la structure CFC.....p :07
- Figure 1.2** : Structure hexagonale compacte..... p :07
- Figure 1.3** : Maille élémentaire du nitrure d'aluminium..... p :08
[FEREGOTTO 1996]
- Figure 1.4** : Courbe de fluage [Chermant 1989]..... p :11
- Figure 1.5** : Vecteurs de Burgers dans une structure HC: bi-pyramide..... p :13
de Thompson.
- Figure 1.6** : Empilement des plans(0001)de la structure Wurtzite..... p :15
perpendiculairement $[11\bar{2}0]$,montrant les deux modes de
cisaillement possibles (I :Shuffle, II :Glide) [Feregotto 1996].
- Figure 1.7** : Quatre configurations d'IDB..... p :20
- Figure 1.8** : IDB de type I..... p :20

Figure 1.9 : IDB de type II..... p :21

Figure 1.10 : Projection de la structure d'un IDB plan selon $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ selon..... p :24

Westwood et al (1995c).

Chapitre II :

Figure 2.1 : Schéma du dispositif de compression à haute température..... p :29

Figure 2.3 : Les trois stades de fluage..... p :30

Figure 2.4 : La courbe $\dot{\varepsilon} = f(t)$ p : 32

Figure 2.5 : Montage servant à la mesure de la masse volumique..... p : 33

Figure 2.6 : Les différentes formes de grain suivant les différentes directions..... p : 35

Figure 2.7 : Méthode d'interception par une ligne..... p : 36

Figure 2.7 : Microscope électronique à balayage (FEG XL 30S)..... p : 37

Chapitre III :

Figure 3.1 : Courbe de fluage à 1550°C.....p : 45

Figure 3.2 : Courbe de fluage à 1600°C.....p : 45

Figure 3.3 : Courbe de fluage à 1650°C.....p : 46

Figure 3.4 : Courbe de fluage à 150 MPa.....p : 46

Figure 3.5 : Courbe de fluage à 200 MPa.....p : 47

Figure 3.6 : Courbe de fluage à 250 MPa.....p : 47

-
- Figure 3.7 :** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 48
en fluage à 1550°C et à 150 MPa.
- Figure 3.8 :** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimé.....p : 49
en fluage à 1550°C et à 200 MPa
- Figure 3.9 :** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimé..... p : 49
en fluage à 1550°C et à 250 MPa
- Figure 3.10:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 50
en fluage à 1600°C et à 150 MPa
- Figure 3.11:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimé..... p : 50
en fluage à 1600°C et à 200 MPa
- Figure 3.12:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 51
en fluage à 1600°C et à 250 MPa
- Figure 3.13:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 51
en fluage à 1650°C et à 150 MPa
- Figure 3.14:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 52
en fluage à 1650°C et à 200 MPa
- Figure 3.15:** Courbe vitesse de déformation - déformation comprimép : 52
en fluage à 1650°C et à 250 MPa
- Figure 3.16 :** détermination de l'exposant de fluage np : 53
- Figure 3.17 :** détermination de l'énergie d'activation Qp : 54

Position du problème

♥« Dieu nous donne des noix, mais il ne les casse pas pour nous »

Les céramiques fascinent les esprits des hommes car elles sont, dans l'ensemble, constituées d'éléments dont le coût est peu élevé, dont la disponibilité des matières premières est grande et qui ne présentent pas de problème stratégique. Elles sont de plus, sauf pour les céramiques à base de zircon, beaucoup plus légères que les métaux et superalliages. Le gain de poids pour une turbine à gaz de 150 CV peut être de 50% : 300 Kg pour une turbine en matériaux classiques et 150 Kg pour une turbine céramique [Probst, 1980]. Elles sont aussi très dures, ce sont des isolants électriques et thermiques tels que l'alumine (Al_2O_3), isolants électriques et conducteurs thermiques tels que le nitrure d'aluminium (AlN).

La forte demande en composants électroniques aux performances de plus en plus poussées implique la naissance de technologie de grande intégration ou de forte puissance (VLSI, Hybrides ou résistance de puissance, circuit intégrés de forte puissance,...) nécessitant un progrès simultané des performances des supports et des boîtiers.

♥ proverbe.

En effet, ces technologies mènent à des intégrations élevées (1 million des transistors par cm^2) de circuits complexes demandant des vitesses de commutation rapides [Westwood 1991a]. La puissance consommée par ces circuits complexes est transférée au substrat sous forme de fortes quantités de chaleur devant être évacuées rapidement. Cette évacuation peut être réalisée à l'aide de circuits de refroidissement (coûteux et encombrants) ou de substrats de grande conductibilité thermique.

Les composés ionocovalents satisfont en général les conditions énoncées ci-dessus. Parmi ceux qui possèdent une forte conductibilité thermique [Slack 1973], les candidats les moins coûteux sont BeO, SiC et AlN, La toxicité de l'oxyde de béryllium et les propriétés diélectriques inadaptées du carbure de silicium ont fait porter un intérêt tout particulier au nitrure d'aluminium, intérêt d'autant plus fort qu'il possède un coefficient de dilatation thermique très proche de celui du silicium.

Le nitrure d'aluminium possède un grand nombre de propriétés physiques et chimiques technologiquement avantageuses. Ce composé connu depuis plus d'un siècle fut longtemps écarté d'éventuelles applications industrielles en raison de sa grande sensibilité à l'air humide. Dans les années 1950 il commence à être utilisé comme réfractaire en raison de son inertie chimique vis-à-vis du carbone, des verres, des laitiers et métaux fondus. Actuellement, à un regain d'intérêt naît d'un besoin accru en matériaux avancés aux propriétés contrôlées, destinés à des applications très spécifiques.

Les principales propriétés du nitrure d'aluminium sont [Mrose1992] :

- i. sa forte conductibilité thermique,
- ii. sa résistance aux chocs thermiques,
- iii. sa grande résistivité électrique,
- iv. son inertie chimique, notamment vis-à-vis des métaux fondus.

Les trois premières propriétés couplées à de faibles pertes diélectriques en font un candidat de choix comme substrat semi-conducteurs en micro-électronique dans les composants où de l'intégration sans cesse croissante demande une dissipation rapide de la chaleur (annexe A) .

Les propriétés une, deux et quatre couplées à une bonne résistance mécanique à haute température le prédisposent à un emploi comme réfractaire pour les nouveaux procédés de coulée continue en sidérurgie [Masson 1993], comme creuset pour la croissance des semi-conducteurs ou dans le nucléaire.

Ces propriétés de semi-conducteur à grand gap (6,2 eV) [Edgar 1992], sa solubilité avec les semi-conducteurs du groupe III (GaN, InP) et sa piézoélectricité autorisent son utilisation pour les composants à ondes acoustique de surface [Duffy 1973] ou comme isolant électrique dans les composants à base de GaAs ou InP.

Enfin, le nitrure d'aluminium peut-être incorporé dans des polymères ou des verres pour accroître leur rigidité, leur conductibilité thermique et réduire leur dilatation thermique [Spohn 1995].

Le nitrure d'aluminium n'existe pas naturellement. Les matériaux massifs ne peuvent être obtenus que sous forme polycristalline par frittage à haute température. Les propriétés d'emploi du polycristal vont fortement dépendre de ses conditions d'élaboration, aussi celles-ci doivent-elles être choisies en vue d'une application spécifique.

Généralement les matériaux céramiques sont fragiles aux températures voisines de l'ambiante, mais susceptibles de déformation plastique plus ou moins limitée à hautes températures.

La détermination du comportement mécanique et la compréhension des mécanismes mis en jeu au cours de la déformation sont importants pour qualifier le matériau en vue d'application à haute température et aussi pour caractériser et étudier les défauts cristallins (dislocations, fautes d'empilement...) créés au cours de la déformation plastique. On sait que ces défauts ont en général une influence négative sur les propriétés et la durée de vie des céramiques.

Pour tout cela, dans notre étude, nous allons nous intéresser à l'impact de la déformation à chaud du nitrure d'aluminium sur sa durée de vie et l'influence de la température de déformation sur les mécanismes des défauts.

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique des différentes études qui ont été faites sur les techniques d'élaboration du nitrure d'aluminium, ses propriétés physiques et mécaniques et l'influence des dislocations sur le mécanisme de déformation à chaud.

Dans le second chapitre, nous allons présenter notre matériau et les différentes techniques expérimentales utilisés à son étude.

Le troisième chapitre comporte les résultats macroscopiques obtenus à partir des tests de fluage et leurs interprétations.

Les résultats microscopiques tels que la mesure de la taille de grains et les observations au MEB et MET avec leur discussion seront étalés au dernier chapitre.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

« *Chi va piano, va sano ; chi va sano, va lontano* »^v

Etat de l'art sur l'AlN

I. 1- Généralités :

Le nitrure d'aluminium est le seul composé stable dans le système binaire aluminium-azote. Le composé pur est transparent et sa structure est hexagonale de type Würzite. cette structure peut être modifiée en un grand nombre de polytypoïdes obtenus en raison de la présence d'impuretés. L'AlN forme une solution solide avec l'oxygène, le carbone, le silicium. Comme tous les composés fortement covalents, il est stable jusqu'à des températures élevées : il se décompose en produit gazeux à 2250°C. Le nitrure d'aluminium n'existe pas naturellement mais peut être synthétisé et obtenu sous quatre formes [Pelissonnier 1996] : monocristaux, films minces, poudres et céramiques.

Les monocristaux sont le plus souvent obtenus par sublimation sous atmosphère d'azote de poudres d'aluminium [Horiuchi 1974], d'alumine ou de nitrure d'aluminium [Slack 1975, 1976]. Ils se présentent sous forme d'aiguilles ou de cristaux plats de dimensions inférieures au millimètre, ce qui les rend impropres à une utilisation technologique.

^v *proverbe italien : qui va doucement, va sûrement ; et qui va sûrement, va loin.*

Les films de nitrure d'aluminium sont élaborés par les techniques usuelles des couches minces telles que le dépôt en phase vapeur (CVD) [Sywe 1992], l'épitaxie par jet moléculaire (MBE) [Yoshida 1983], l'implantation d'ions d'azote N^+ [Pavlov 1973, Lieske 1981, Rauschenbach 1983] ou de molécules d'azote N_2 [Taylor 1981, Kishi 1992]. L'industrialisation de films minces est potentiellement intéressante pour dissiper la chaleur de circuits hautement intégrés ; mais elle nécessite la mise en place de nouvelles technologies.

Le nitrure d'aluminium massif est quant à lui susceptible de remplacer l'alumine ou l'oxyde de béryllium, utilisés comme substrat, sans modifications technologiques fondamentales [Pelissonnier 1996]. Il est obtenu par consolidation et densification à haute température de poudres compactées.

Les techniques de synthèse de poudres et de frittage de pièces massives les plus courantes sont détaillées ci-dessous.

1. 2- Synthèse des poudres

Les deux procédés de synthèse utilisés industriellement sont la nitruration directe de l'aluminium et la carboréduction de l'alumine [Selvaduray 1993]. Le premier procédé, peu coûteux, utilise la réaction entre des poudres d'aluminium fondues et de l'azote gazeux :

$2Al(l) + N_2(g) \rightarrow 2AlN(s)$. La réaction débute à $700^\circ C$ et est complète si elle atteint des températures de l'ordre de $1200^\circ C$. Ce type de synthèse nécessite une stabilisation obtenue lors d'un traitement thermique formant une couche protectrice d'alumine en surface. Les poudres résultantes sont de faible pureté chimique et leur distribution en taille est large.

Le second procédé, utilisé actuellement pour la majorité des poudres commercialisées, permet l'obtention de poudres de plus grande qualité chimique et dont la distribution en taille est assez uniforme et fine. Il utilise la réaction en phase solide entre des poudres d'alumine et de carbone sous flux d'azote à des températures comprises entre $1600^\circ C$ et $1800^\circ C$:

$Al_2O_3(s) + 3C(s) + N_2(g) \rightarrow 2AlN(s) + 3CO(g)$. Le carbone résiduel doit être ensuite éliminé par une oxydation à des températures comprises entre $600^\circ C$ et $800^\circ C$ (c'est la température à laquelle l' AlN commence à s'oxyder). Les poudres issues de ce procédé sont blanches ou grises selon leur pureté ; elles sont aussi polluées par l'oxygène en raison de l'oxydation post synthèse.

De nouvelles techniques de synthèse se développent conduisant à des poudres de plus grande pureté et surtout non contaminées par l'oxygène. On peut citer parmi elles la synthèse en phase liquide avec précurseurs organométalliques [Maya 1986], la synthèse en phase vapeur à partir de poudres d' AlCl_3 et d'ammoniac gazeux [Kimura 1989], la technique CVD [Nickel 1989], et la réaction directe entre de l'aluminium métallique et de l'azote [Ducel-viot 1994].

1.3 - Frittage

Les méthodes les plus couramment utilisées pour fritter le nitrure d'aluminium sont le frittage sans pression et le frittage par pressage à chaud, avec ou sans ajouts.

• *Le frittage sans pression*

Cette méthode ne permet pas de densifier des poudres de nitrure d'aluminium seules (frittage naturel) au-delà de 80% de la densité théorique, même en utilisant des poudres de faibles granulométrie [Samsonov 1962]. Comme pour le frittage de la plupart des matériaux réfractaires, l'obtention d'un matériau dense n'est possible que si l'on ajoute des additifs de frittage (frittage en présence d'une phase liquide). Ceux-ci sont des oxydes tels qu'il existe un eutectique à bas point de fusion dans le diagramme pseudo-binaire alumine-oxyde. Ces oxydes réagissent avec l'alumine présente à la surface des grains pour former une phase liquide. Dans ce cas, les mécanismes de diffusion activés sont plus rapides et la densification peut se faire à des températures plus faibles. Ces oxydes ont de surcroît l'avantage d'éliminer l'oxygène présent à la surface des grains, ce qui est essentiel pour améliorer la propriété thermique. Le matériau obtenu est alors bien densifié, mais la phase liquide forme en se refroidissant des phases minoritaires que l'on retrouve en fin de procédé et dont les caractéristiques limitent les propriétés de la céramique.

• *Le pressage à chaud*

Cette méthode permet d'obtenir des matériaux mieux densifiés sans avoir recours à des ajouts. La température de frittage est aussi élevée (au-dessus de 1800°C) et le composé obtenu présente des phases oxynitrurées à la surface des grains. Sakai *et al* (1977) ont montré que le taux d'oxygène dans les grains est promoteur de densification et qu'il permet d'obtenir des matériaux aux bonnes propriétés mécaniques à haute température. Cependant la présence de ces oxynitrides de faible conductibilité thermique est rédhitoire pour celle-ci.

I.4 . CRISTALLOGRAPHIE DE L'AIN

Il existe deux types d'empilements denses pour les corps simples : le système cubique à faces centrées (CFC) et l'hexagonal compact (HC). Ils sont tous deux constitués d'empilements de plans denses, identiques, dans lesquels chaque atome est tangent à six voisins. Dans le CFC, il s'agit des plans {111} dont l'arrangement, suivant la normale, est périodique : ABCABC...(figure 1.1). Dans HC, il n'existe qu'un seul plan dense (001) dont l'empilement est ABAB...(figure 1.2).

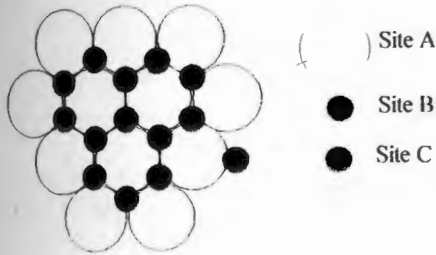


Figure 1.1 : Sites occupés dans la structure CFC

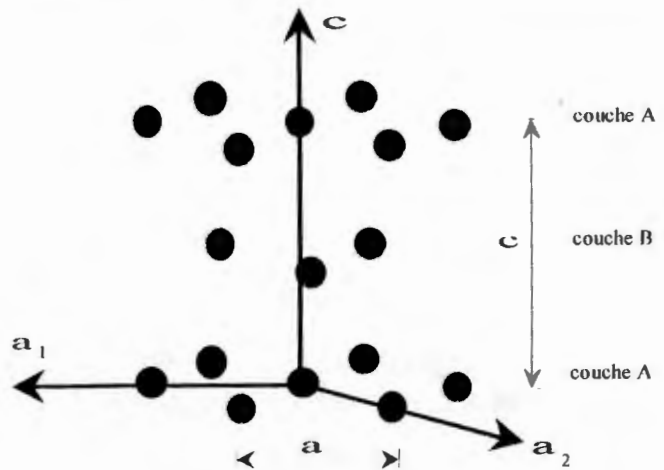


Figure 1.2 : Structure hexagonale compacte

La maille HC est définie par deux axes du plan dense, \vec{a}_1 et \vec{a}_2 de même norme, a , et faisant entre eux un angle de 120° . Le troisième axe, \vec{c} , leur est perpendiculaire. Le motif est constitué de deux atomes de coordonnées $(0,0,0)$ et $(1/3, 2/3, 1/2)$. La structure du nitrure d'aluminium, de type Wurzite (ZnS), résulte de l'interpénétration de deux sous-réseaux HC, l'un anionique et l'autre cationique, constitués respectivement d'atomes d'azote et d'aluminium qui forment la séquence d'empilement aAbBaAbBaAbBaAbB ; les lettres majuscules et minuscules symbolisent la différence de nature des atomes qui constituent le plan. Les deux types d'atomes, d'affinités électroniques différentes sont tétracoordinés, les liaisons Al-N de type sp_3 étant ionocovalentes (facteur d'ionicité défini par Phillips et Van Vechten (1970) $F_i = 45\%$). A l'intérieur d'un sous réseau Al, il existe quatre sites tétraédriques que les atomes d'azote ont la possibilité d'occuper.

Parmi ces quatre sites, on peut en distinguer deux avec le tétraèdre pointant vers le bas (figure 1.3 a) et deux autres où ils pointent vers le haut (figure 1.3 b). Pour minimiser la répulsion électrostatique, les atomes d'aluminium occupent un seul type de site tétraédrique à l'intérieur d'un même cristal.

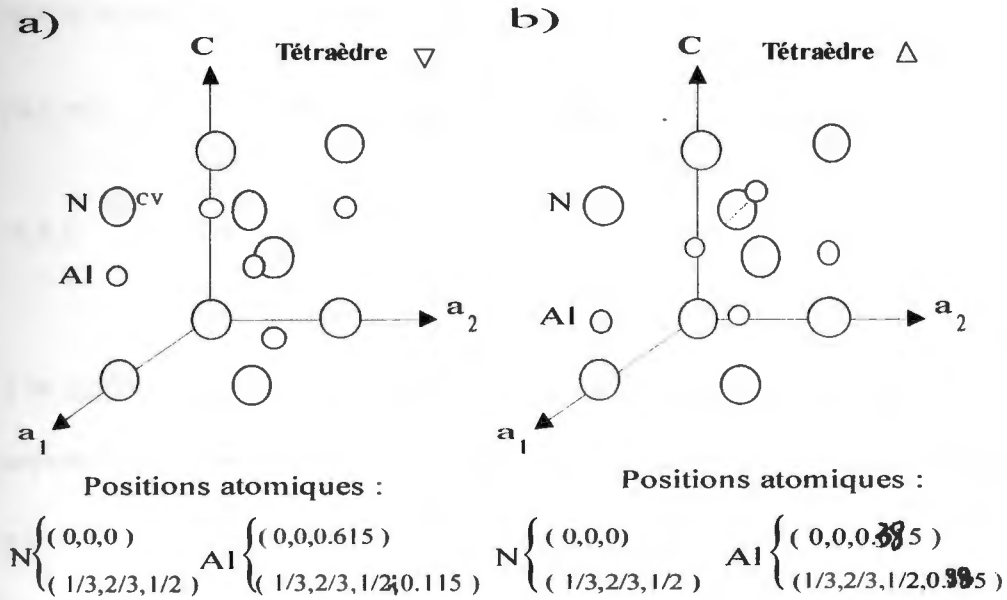


Figure 1.3 : Maille élémentaire du nitrure d'aluminium [FEREGOTTO 1996]

Les paramètres de maille sont $a = 0.311\text{nm}$ et $c = 0.497\text{nm}$ ce qui conduit à un rapport c/a de 1.600 soit légèrement inférieur à celui de la structure HC idéal pour laquelle c/a est égal à $\sqrt{8/3}$ (1.633). Les tétraèdres sont alors légèrement déformés car les liaisons suivant l'axe \vec{c} sont plus longues ($0.385 c = 0.1917\text{nm}$) que suivant les trois autres directions (0.1885nm).

Le groupe d'espace, $P6_3mc$, est un groupe glissile, c'est à dire qu'il n'existe aucun élément de symétrie perpendiculaire à \vec{c} et par conséquent le choix de l'origine est aléatoire suivant cet axe. Ainsi, si on place l'origine du repère sur un atome d'azote dans un plan appelé a, les atomes d'azote, selon qu'ils se trouvent dans un plan a ou b auront pour coordonnées 0,0,0 ou 1/3,2/3,1/2. Les atomes d'aluminium occuperont, quant à eux, les sites tétraédriques (0,0,-0.385) (plan A) et

$(1/3, 2/3, 1/2 - 0.385/2)$ (plan B) (figure 1.3 a) ou $(0, 0, 0.385)$ (plan A) et $(1/3, 2/3, 1/2 + 0.385)$ (plan B) (figure 1.3 b).

Remarque : la notion à trois indices ne permet pas de visualiser rapidement les plans et directions équivalentes dans le HC. C'est pourquoi nous utiliserons dans la suite la notation à quatre indices de Miller-Bravais définie comme suit :

$$[u, v, w] \longrightarrow \frac{1}{3} [2u-v, 2v-u, \overline{u+v}, 3w]$$

$$(h, k, l) \longrightarrow (h, k, \overline{h+k}, l)$$

A la différence du cubique, dans l'hexagonal compact, la direction $[uvw]$ n'est pas perpendiculaire au plan de même indices (sauf pour les directions du plan de base et \overline{c}).

Pour un vecteur, la notation $\alpha[uvw]$ signifie : $\alpha.u \overline{a}_1 + \alpha.v \overline{a}_2 + \alpha.w \overline{c}$

Pour plus d'explications voir annexe B

I.5 . PROPRIETES PHYSIQUE DE L'AIN

Le tableau I.1 regroupe les principales propriétés physiques du nitrure d'aluminium d'après les synthèses bibliographiques de Billy *et al* (1985), Keiffer *et al* (1976) et Mroz(1992).

STRUCTURE	Hexagonale type Wurtzite
DENSITE	théorique : $3,26, \text{g.cm}^{-3}$ Pratique : $3,20$ à $3,25 \text{g.cm}^{-3}$
REFRACTERITE	Fusion vers 2400°C (sous atmosphère oxydante) Fusion vers 2200°C (sous 4 atm N_2) Décomposition congruente entre $1580^{\circ}\text{C} - 1705^{\circ}\text{C}$
COEFFICIENT MOYEN D'EXPANSION THERMIQUE	$6,6 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ briques de porosité de 20% $5,6 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ AIN dense de 25 à 1000°C $4,9 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ de 20 à 1375°C
RESISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES	$\Delta T_c = 250^{\circ}\text{C}$ (Porosité de 0%)
CONDUCTIBILITE THERMIQUE	$290 \text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à 20°C $20 \text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 720°C $12 \text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 1400°C
CHALEUR SPECIFIQUE	$0,81 \text{J.g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
RESISTIVITE ELECTRIQUE	$10^{11} \Omega \cdot \text{m}$
LARGEUR DE BANDE INTERDITE	6 eV
CONSTANTE DIELECTRIQUE	
à 1 KHz	8,8
à 10 KHz	8,8

Tableau I.1 : Propriétés physiques des nitrure d'aluminium [BILLY et al (1985), KIFFER et al (1976) et MROZ(1992)].

1.6 . PROPRIETES MECANIQUE DE L'AIN

Les constantes élastiques de l'AIN sous forme de polycristal isotrope ont surtout été déterminées à la température ambiante.

D'après la revue bibliographique de Soh et Lee (1992), le coefficient de poisson, ν , vaut 0,20. Gerlich, Dole et Slack (1986) ainsi que Bellos *et al* (1991) ont effectué des mesures et des compilations de valeurs du module d'YOUNG, E, et de ν . Ainsi, E varie entre 268 et 344 GPa suivant les ajouts et les méthodes de frittage; ν se situe entre 0,179 et 0,245.

Billy *et al* (1985) ont étudié l'influence de la porosité, P. Ils obtiennent les relations suivantes: pour $0 < P < 12\%$.

$$E = 314,5 (1 - 3,22 P) \cdot 10^9$$

$$\nu = 0,245 (1 - 0,694 P)$$

D'après la synthèse bibliographique de Kieffer *et al* (1976), E varie de 350 à 280 GPa entre 25 et 1400 °C. Dewith et Hattu (1983) ont montré que le module d'YOUNG suivant une direction perpendiculaire est supérieur de quelques pour-cent au module suivant l'axe de pressage à chaud.

Le tableau I.2 regroupe quelques unes des caractéristiques déduites des compilations de Keiffer *et al* (1976) et Tasso (1988).

RESISTANCE A LA COMPRESSION A 20°C	21 à 28 MPa sur briques de porosité 20% . 210 MPa sur AIN dense
DURETE	1200 (Knoop) → <i>à 20°C</i> 120 (Vickers) <i>à 1000°C</i>
RESISTANCE A LA FLEXION à 20°C à 1000°C à 1400°C	300 MPa 200 MPa 150 MPa
RESISTANCE A LA TRACTION A 20°C	100 MPa
TENACITE K _{1c}	2,6 MPa.m ^{1/2}

Tableau I.2 : Caractéristiques mécaniques du nitrure d'aluminium d'après KEIFFER *et al* (1976) et TASST (1988)

1.7. GENERALITES SUR LE FLUAGE DES CERAMIQUES

De nombreux paramètres interviennent lors du fluage des céramiques soit simultanément ou successivement [Cherman 1989].

Les courbes $\epsilon = f(t)$ peuvent être décrites comme la succession de plusieurs stades (figure 1.4).

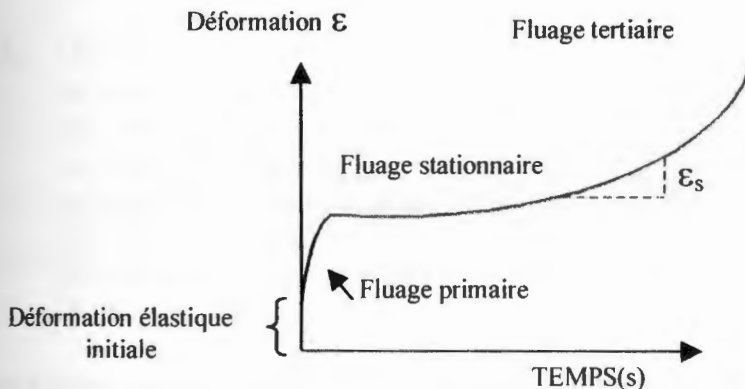


Figure 1.4 : courbe de fluage [Cherman 1989]

Dans chaque stade, plusieurs mécanismes peuvent intervenir. On distingue couramment :

- Le stade primaire durant lequel la déformation viscoélastique, ϵ_{ve} , est prépondérante ; on a essentiellement un glissement aux joints de grains bloqué par les aspérités qui y sont présentes.
- Le stade secondaire ou quasistationnaire : la déformation se fait par diffusion (ϵ_{diff}) d'un ou plusieurs éléments constituant le matériau, le fluage étant contrôlé par l'espèce diffusant le plus lentement .
- Le stade tertiaire ou la déformation se fait par cavitation (ϵ_{cav}), celle-ci étant possible grâce au glissement aux joints de grains. Ce mécanisme peut également intervenir lors du stade secondaire.

A ces déformations, il faut considérer deux autres termes correspondants à des mécanismes de:

- déformation intragranulaire par glissement et/ou montée de dislocations, ϵ_{intrag} .
- déformation provenant de la dissolution-reprécipitation d'une phase sous l'action de la contrainte ϵ_{dp} .

La loi de comportement en fluage peut s'écrire sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = A_0 \frac{\sigma^n}{d^p} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (W.C. : 1, 2, 3, 4, 5) \quad (I.1)$$

- où
- A_0 : constante
 - σ : contrainte appliquée
 - d : diamètre moyen du grain
 - n : exposant de contrainte
 - p : exposant de taille de grain
 - Q : énergie d'activation
 - R : constante des gaz parfaits
 - T : température

Les données concernant le fluage en compression ou la vitesse de déplacement à vitesse imposée à une température (environ $0,7 T_m$) étant pratiquement inexistantes.

1.8- LES DEFANTS DANS LA STRUCTURE DE WURTZITE

Le plus petit vecteur dans l'Hexagonal Compact est $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ d'où on prévoit un système de

glissement suivant le plan de base (0001) avec un vecteur de Burgers égal au plus petit vecteur.

Ce type de dislocation est aussi glissile dans un plan prismatique du type $\{1\bar{1}00\}$.

Les systèmes de glissement peuvent être représentés sur un schéma rappelant le tétraèdre de Thompson utilisé dans le système CFC. Il s'agit d'une bi-pyramide représentée sur la figure 1.5.

On recense ainsi :

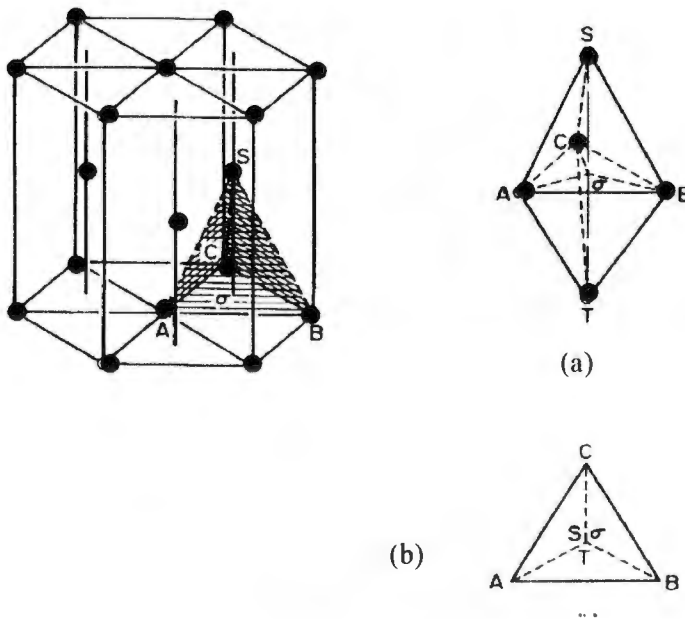


Figure 1.5 : Vecteurs de Burgers dans une structure HC: bi-pyramide de Thompson.

- il existe des dislocations qui ne peuvent pas glisser puisqu'elles ne sont pas continues dans un plan compact, elles sont dites sessile. ces dislocations sont nommés dislocations de Frank, elles sont symbolisé par δS , δT , ST , $T\delta$
- Il y a d'autres dislocations qui sont glissiles dans le plan basal. Elles sont dites dislocations de Shockley. Elles sont symbolisées par $A\delta$, $B\delta$, $C\delta$, δA , δB et $C\delta$.

Les combinaisons entre ces dernières dislocations donne naissance a des dislocations de Frank- Shockley tel AS, BS. Géométriquement parlant, de nombreuses réactions de dissociation peuvent être imaginées. nous pouvons, Par exemple, envisager le cas de figure

$$\text{suivant : } AB \rightarrow A\sigma + \sigma B \Leftrightarrow \frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0] = \frac{1}{3}[01\bar{1}0] + \frac{1}{3}[\bar{1}100]$$

Il s'agit du cas de dissociation le plus fréquent dans les cristaux HC. Ceci ne peut avoir lieu que dans le plan (0001) et s'accompagne d'une diminution d'énergie notable puisque l'on passe de $|a|^2$ à $(2/3)|a|^2$.

Il faut remarquer que bien que le déplacement créé par une dislocation de Frank- Shockley conduit un atome d'un site à un autre, la dislocation est imparfaite car les sites atomiques en question sont de nature différente. Par conséquent, le vecteur de burgers d'une dislocation de Frank- Shockley n'est pas un vecteur translation du réseau.

Certains nombres de fautes d'empilement sont associés à ces dislocations partielles, les seuls qui préservent les plus proches voisins dans une structure hexagonale compact sont des fautes d'empilement du plan de base.

Pour voir les vecteurs de burgers et l'énergie des dislocations dans l'H.C on dresse le tableau I-3 suivant :

Type de dislocations	Nbre totale de dislocation	Vecteur \vec{b}	Directions des vecteurs selon miller-bravais	Module de \vec{b} en terme de paramètre de réseau	Energie relative des dislocations ramenées a $c/a = 1.6$
Dislocation parfaites :					
1 AB ect...	6	a_1 , etc..	$1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$ a $	$ a ^2$
2 ST, TS	2	c	$\langle 0001 \rangle$	$ c $	$2.56 a ^2$
3 ST+ AB etc.	12	c+a	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\sqrt{ a ^2 + c ^2}$	$3.56 a ^2$
Dislocations partielles :					
4 $A\sigma, \sigma B$ etc	6	$2/3a_1 + 1/3a_2$	$1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$\frac{ a }{\sqrt{3}}$	$\frac{1}{3} a ^2$
5 $\sigma T, \sigma S$ etc	4	$c/2$	$1/2\langle 0001 \rangle$	$\frac{ c }{2}$	$0.64 a ^2$
6 AS, BS etc	12	(4)+(5)	$1/6\langle 20\bar{2}3 \rangle$	$\sqrt{\frac{ a ^2}{3} + \frac{ c ^2}{4}}$	$0.97 a ^2$

Tableau I.3 : les vecteurs de burgers et l'énergie des dislocations dans l'H.C [Feregotto 1996]

1-8-1 LES DISLOCATIONS DANS LA STRUCTURE DE WURTZITE :

Afin d'étudier les dislocations dans une structure de type Wurtzite, on utilise souvent la projection selon la direction $[1\bar{1}20]$ qui permet de visualiser l'empilement des plans compact (0001) (figure 1.6) Deux plans de glissement doivent être considérés : ils sont appelés I et II, le type I c'est un mode Shuffle, il suscite un réarrangement des plans tels que initialement on avait :

aAbBaAbBAbB ce qui devient aAbCbBcCbBcC,

Le type II c'est un mode Glide, initialement on a :

aAbBaAbBAbB ce qui devient aAbBcCaAcCaA,

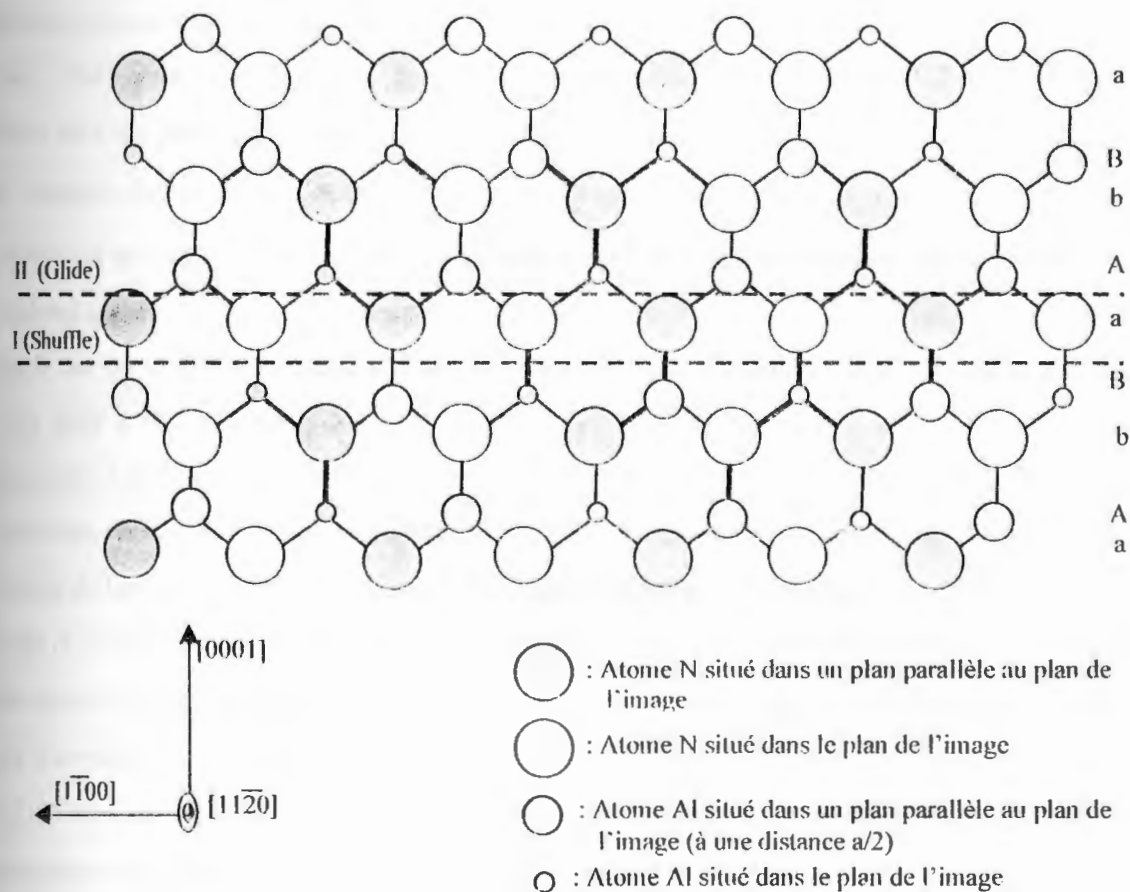


Figure 1.6 : empilement des plans (0001) de la structure Wurtzite perpendiculairement $[1\bar{1}20]$, montrant les deux modes de cisaillement possibles (I : Shuffle, II : Glide) [Feregotto 1996]

$$\overline{R}_{12} = 1/3\langle 10\overline{10} \rangle \Rightarrow \text{vecteur basal}$$

I-9- Les défauts étendus dans l'AlN

I-9-1- dislocations partielles

Delavignette *et al* (1961) ont pu observer sur des monocristaux minces d'AlN obtenus à partir de la phase vapeur, des dislocations basales se dissociant en partielles de Shockley. Blanck *et al* (1962) ont constatés que cette dissociation sur des nœuds triples et des dislocations droites ont un réseau d'une largeur de 50 nm .

Denanot *et al* (1989 a et b) ont vu dans ces même monocristaux, des défauts plans non confinés, qui formaient des zigzag qui traversent le grain de part et d'autre, on a pas pu identifier les vecteurs déplacement.

Drum (1964) a observé de l'AlN produit par vaporisation à $T = 2000 \text{ }^\circ\text{C}$, et a constaté des défauts dans les plans (0001) qui s'entrecroisent avec des défauts étendus prismatiques $\{1210\}$ les vecteurs déplacements attribués respectivement à ces deux fautes sont : $1/6[\overline{2023}]$ et $1/2[\overline{1011}]$ et leur vecteur de Burgers de la dislocation situé à l'intersection est $\overline{\mathbf{b}} = 1/6[1010]$; il semblerait que ces fautes soient des parois d'inversion.

Dans le cas de la déformation plastique par compression, à vitesse de déformation constante, de l'AlN fritté à faible teneur d'additif, Denanot *et al* (1989 b) ont observé par MET que les dislocations fraîches possèdent un caractère vis ce qui implique une forte énergie de fautes. Les dislocations induites à haute température durant le frittage ne reflètent pas véritablement l'énergie de faute d'empilement à cause des impuretés tel que l'oxygène à $T = 1700 \text{ }^\circ\text{C}$.

Suzuki *et al* (1994) dans une autre étude ont montré que par HRTEM la présence de plusieurs dislocation de 60° dissocié dont l'énergie de faute est très élevée ce qui implique que l'énergie de faute d'empilement γ' diminue lorsque c/a augmente ; tandis qu'une autre étude faite par Yano *et al* (1990) a montré que l'AlN irradié aux neutrons, son vecteur de burgers est $1/2[0001]$, les dislocations sont étendues dans le plan de base.

M. Azzaz, J.P. Michel, V. Feregotto et A. George (2000) ont pu observer par MET les dislocations après déformation à haute température et ont constaté les dislocations qui se dissocient en deux partielles de Shockley ou se combinent par glissement ou par montée en deux partielles de Franck-Shockley et aussi le rôle primordial de la ségrégation de l'oxygène dans la dissociation des dislocations.

1-9-2- les dislocations parfaites :

M.F. Donanot et J. Rabier (1994) ont mis en évidence les dislocations et les défauts plan et leur formation durant le frittage et ont déduit l'énergie de l'entassement de ces défauts. Seifert *et al* (1992) ont étudié la déformation de l'AlN par indentation au cours d'essai de dureté Vickers, à $T = 500^{\circ}\text{C}$ jusqu'à 1000°C . Ils attribuent ces réseaux aux contraintes thermiques induites par le refroidissement après la température de frittage de $1750\text{-}1790^{\circ}\text{C}$. On distingue les dislocations vis, coin et mixte. Audurier *et al* (1992) et Audurier (1994) ont étudié la déformation plastique de l'AlN fritté à vitesse constante sous une pression de confinement ; la compression de 1 à 2 % pour $T = 0$ jusqu'à 800°C , produit des dislocations parfaites de type α , basales ou prismatiques de première espèce, quel que soit la température d'essai.

Masson (1993) a montré pour une température comprise entre 1500 et 1650°C , la compression en fluage ou à vitesse de déformation constante de l'AlN de 0.18 à 5 %, que seules les dislocations de type II, isolées ou en réseau sont mises en évidence.

Si $\delta_{\max} \leq 300\text{MPa}$ les dislocations sont de caractère mixte.

$\delta_{\max} \geq 600\text{MPa}$ les dislocations sont de caractère vis.

1-9-3- LES IDB (frontière du domaine d'inversion)

Dans un monocristal d'une structure Wurtzite d'AlN il existe deux sous couches : sous couches N et sous couches Al décalée entre eux de $0.385 \bar{c}$. Chaque atome N ou Al se trouve au centre d'un tétraèdre. Tous les tétraèdres de même nature sont orientés dans le même sens par rapport à l'axe polaire il n'existe aucun élément de symétrie perpendiculaire à \bar{c} (c est l'axe polaire) cette absence de symétrie permet l'existence de défauts à deux dimensions particuliers appelés les parois du domaine d'inversion « IDB », même si leur signification géométrique n'est pas définie, elle n'est pas ambiguë. Un IDB, ou paroi de domaine d'inversion, est un défaut qui ne peut apparaître que dans les cristaux non centro-symétriques. Il est tel que la structure cristalline subit une inversion à sa traversée. Pratiquement, dans les structures tétraédriques du type de celle d'AlN, ceci se traduit par une inversion de l'orientation des tétraèdre d'anions ou de cations (tétraèdres pointe en haut d'un côté et pointe en bas de l'autre). les différentes configurations possible d'IDB sont présentées sur la (figure 1.7).

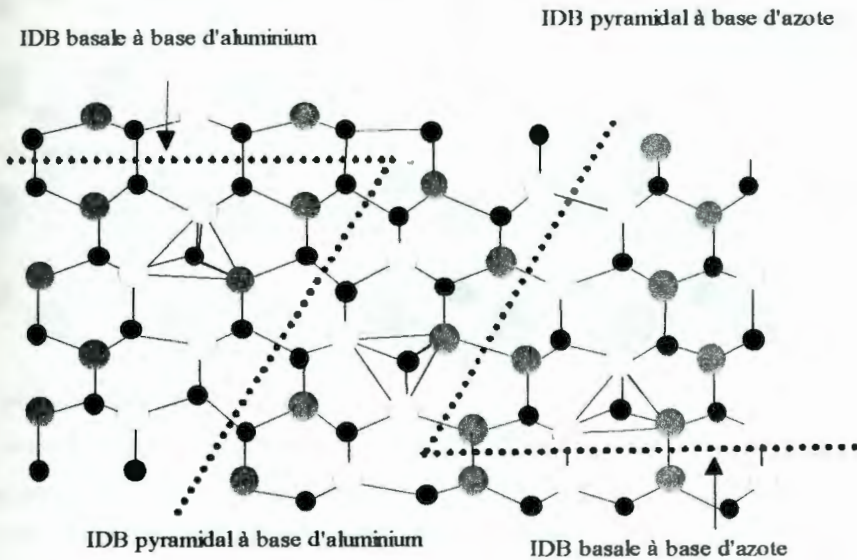


Figure 1.7 : quatre configurations d'IDB [Pellissonier 1996] [Ferregotto 1996].

1-9-3-1- Caractéristiques structurales et géométrique :

Il existe deux modèles d'IDB dans la structure Wurtzite type I et II ; d'après Westwood et al (1991) l'AlN à un type II d'IDB d'ou le défaut est sur N-N ou Al-Al la résolution de ce problème ce fait par ségrégation d'oxygène (figures 1.8, et 1.9).

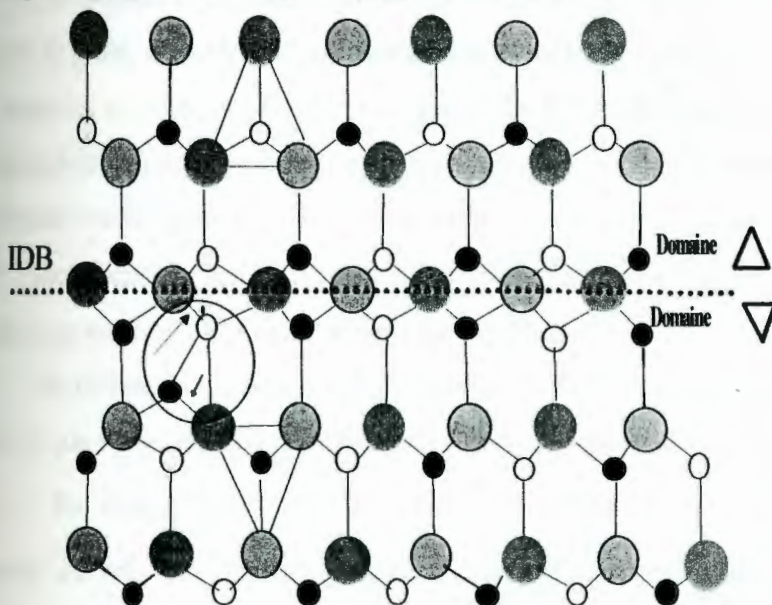


Figure 1.8 : IDB de type I [Ferregotto 1996]

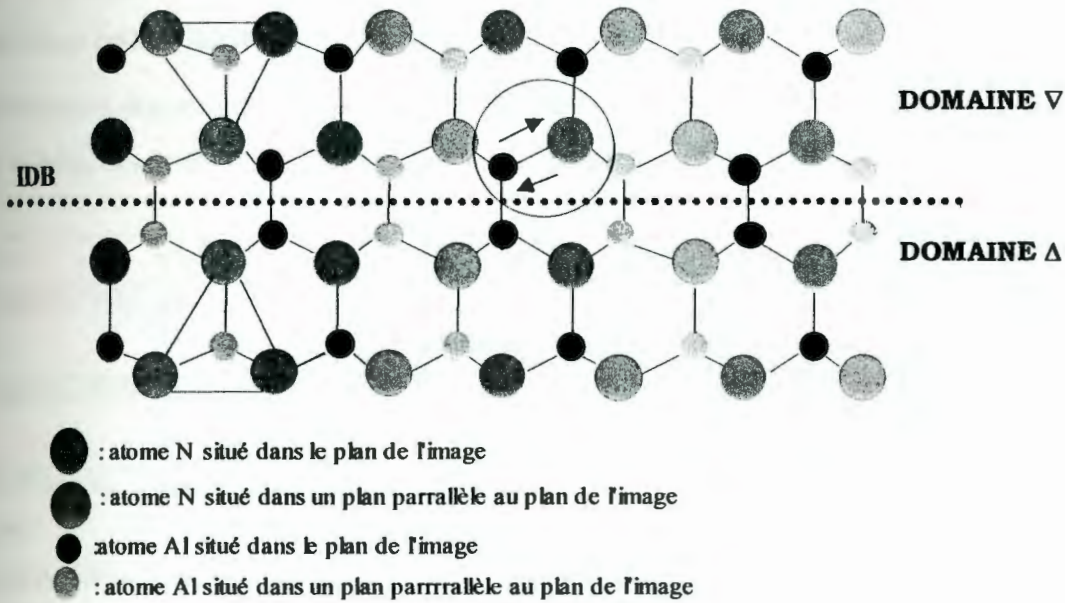


Figure 1.9 : IDB de type II [Ferregotto 1996]

D'autres tel que Cheng *et al* (1989) disent que l'IDB doit respecter la neutralité électrique d'un matériau (SiC). Les IDB plan (0001) on les note P. Les IDB courbe on les note C et sont de type II. la plupart des IDB observés en MET par Hagege *et al* (1988 et 1991), par Berger (1991 et 1995) par Michel *et al* (1994) sont mixtes et sont constitués de P et C alternés se terminant par un joint de grain, en formant une boucle. Les boucles les plus simples forment un dôme ou « D ». Une question se pose : ce que l'on observe en MET est elle la section (i) d'une surface fermée intergranulaire ou (ii) d'une nappe se terminant sur des joints de grains ?

La réponse serait apportée par l'observation des grains entiers par Westwood *et al* (1991), en MET l'identification des IDB n'est pas parfaite, que s'il s'agissait des franges α , elles seraient symétriques en fond clair et asymétriques en fond noir .

-En diffraction à faisceaux convergent (CBED) suivant $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, Hagege *et al* (1991) ont observés que l'asymétrie du contraste des disques s'inverse à la traversée d'un P.

- En image fond noir multifaisceaux (direction des faisceaux $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, $\bar{g} = 0002$) le contraste est très différent de part et d'autres d'un P ou d'un C avec une forte influence de

l'épaisseur et de variations d'orientation de la lame, ceci est dû à la violation de la loi FRIDEL rencontrés dans les structures non symétriques.

La détermination des vecteurs déplacement \vec{P} des IDB ; $(\vec{\gamma} \cdot \vec{P} = n)$ avec n entier.

Pour la visibilité des IDB en MET à deux ondes on dresse les tableaux I.4 et I.5 :

γ	$11\bar{2}0$	$10\bar{1}0$	$10\bar{1}1$	$10\bar{1}2$	$20\bar{2}0$	$20\bar{2}1$	$10\bar{1}3$	$10\bar{1}5$	$11\bar{2}2$	0002
BERGER (1995)	0	V		Faible		0 V			V	?
HAGEGE (1991)	0		V							?
WESTWOOD (1991)	0						ϕ	ϕ		?
MASON (1993) ET MICHEL (1994)	0	V	V		Faible Ou V				V	?

Tableau I.4 : Pour la visibilité des IDB_p en MET, à deux ondes (0 : extinction, ϕ : extinction suivant conditions, V : en contraste) [Hagège et al 1988, 1991] [Westwood et al 1991a]

γ	$11\bar{2}0$	$10\bar{1}0$	$10\bar{1}1$	$20\bar{2}1$	$10\bar{1}3$	$11\bar{2}2$	$20\bar{2}2$	$21\bar{3}0$	$31\bar{4}0$	0002
BERGER (1995)	0	0	V	V	V	V				
HAGEGE (1991)	?		V		V					
WESTWOOD (1991)	0	0						0	0	
MASON (1993) ET MICHEL (1994)	0	0	Faible Ou V		V	0	V			V

Tableau I.5 : Pour la visibilité des IDB_c en MET, à deux ondes (0 : extinction, ϕ : extinction suivant conditions V : en contraste) [Westwood et al 1991a] [Michel et al 1994]

I. Masson *et al* (1994) montrent que les IDB piègent les dislocations, et que l'IDBc, exempte d'impuretés, par une dislocation parfaite modifie localement le nombre de mauvaises liaisons atomiques.

V. Feregotto et J.P. Michel (1996 (a) et (b)) montrent qu'à une température de l'ordre de 1500 °C à 1650 °C et une déformation plastique de l'AlN polycristallin de 10%, il y a création d'une torsion aux limites de la frontière du grain, qui en principe apparaissent seulement dans la surface de la croissance des dislocations. Ces torsions sont créées par les dislocations de vecteur de Burgers $\frac{1}{3}(\bar{1}120)$, elles sont localisées dans le plan basal.

V. Feregotto et J. P. Michel (1997 (a) et (b)) ont constaté aussi que dans les mêmes conditions, il y a création d'un nouveau type de défaut intragranulaire dues à l'ultime interaction entre IDB et l'écoulement des dislocations.

1-9-3-2 MECANISMES DE FORMATION DES IDB

Les conditions de formation des IDB sont peu connues. Un maintien en température allant jusqu'à 1650°C avec ou sans déformation plastique ne modifie ni le nombre ni la géométrie de ces défauts (Masson, 1993). On peut donc penser qu'ils ont été créés lors du frittage. Cette hypothèse est en accord avec les résultats de Gorzawski, Sternitzke, Muller, Berger et Muller [Gorzawski 1995]. L'observation des poudres contenant 1% et 1.8 % en masse d'oxygène montre qu'avant le frittage seulement 1% des grains contient des IDB. Après un frittage d'une heure à des températures comprises entre 1600 et 2000°C on distingue deux domaines : de 1650°C à 1800°C le pourcentage de grains avec IDB croît avec la température de 10 à 40% redécroit jusqu'à zéro de 1800°C à 2000°C. De plus, ils notent que la présence d'ajout de frittage Y_2O_3 diminue fortement le nombre d'IDB alors que la durée de broyage préalable l'augmente.

Il n'existe pas de modèles de germination et croissance des IDB, sans doute parce que ces étapes ont été peu ou pas observées. Selon Berger (1995) la séquence est la suivante :

- a) Les rubans des dislocations parfaites se dissocient en partielles de Shockley dans le plan de base. Les défauts s'élargissent et se chargent d'oxygène.
- b) La croissance en trois dimensions débute par la formation d'un dôme.

- c) La croissance continue en donnant des formes compliquées. L'incorporation d'oxygène est la force motrice de l'augmentation de surface de l'IDB, le volume balayé étant nettoyé de son oxygène.

Le second modèle est due à Westwood *et al* (1995) :

- a) Lors d'un refroidissement, l'AlN est sursaturé en oxygène ; celui-ci précipite en plaquettes dans (0001).
- b) La configuration étant instable, une transformation que nous qualifierons de displacive, inverse progressivement les tétraèdres et crée un domaine d'inversion située d'un coté du précipité et limité par un IDBc.
- c) Au-delà d'une taille critique, le domaine d'inversion croit spontanément, la force motrice étant la même que pour le modèle précédent.

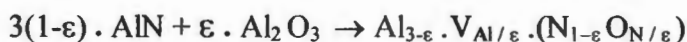
Mais ces auteurs n'ont pas put expliquer les croissances normales et parallèle simultanée du domaine d'inversion.

1.9.3.3- LE ROLE DE L'OXYGENE

L'oxygène est la principale impureté en solution dans l'AlN, il a un rôle sur les paramètres de maille du réseau, selon Callahan et Thomas (1992) il augmente le rapport (c/a) à volume constant et réduit la symétrie de la maille par rapport à l'hexagonal idéal conduisant à une structure appelée $2H^{\delta}$.

Les articles de Westwood *et al* sont intéressants à plus d'un titre. D'après eux , la formation des IDB trouve son origine dans la présence d'oxygène (figure 1.10), le modèle pouvant s'étendre à la formation de polytypes compositionnels [Westwood 1995c], considérés jusqu'à présent comme des phases issues de l'ordonnement de fautes d'empilement et non pas d'IDB [Jack 1976].

Pour de faibles concentrations l'incorporation de l'oxygène au réseau se fait par substitution sur les sites azote (O_N) avec création de lacunes d'aluminium (V_{Al}) dans une proportion imposée par la relation :



soit encore 0.33 lacunes pour un oxygène substitué [Slack 1973 et 1987]. Pour des raisons électrostatiques, les lacunes se lient à 1/3 des oxygènes pour former des complexes du type $[(V_{Al})+(O_N)]$. Cette thèse est soutenue par des expériences de photoluminescence sur de l'AlN

contenant de l'oxygène en faible quantité [Harris 1990, Youngman 1990]. L'apparition d'un niveau profond dans la bande interdite d'AlN peut s'expliquer par la présence de couples donneur-accepteur tels que ces complexes [Pastrnak 1974]. Le calcul de la conductibilité thermique d'AlN contenant des défauts de ce type est par ailleurs en meilleur accord avec les conductibilités expérimentales qu'un calcul basé sur la présence de lacunes d'aluminium réparties dans la maille [Harris 1990].

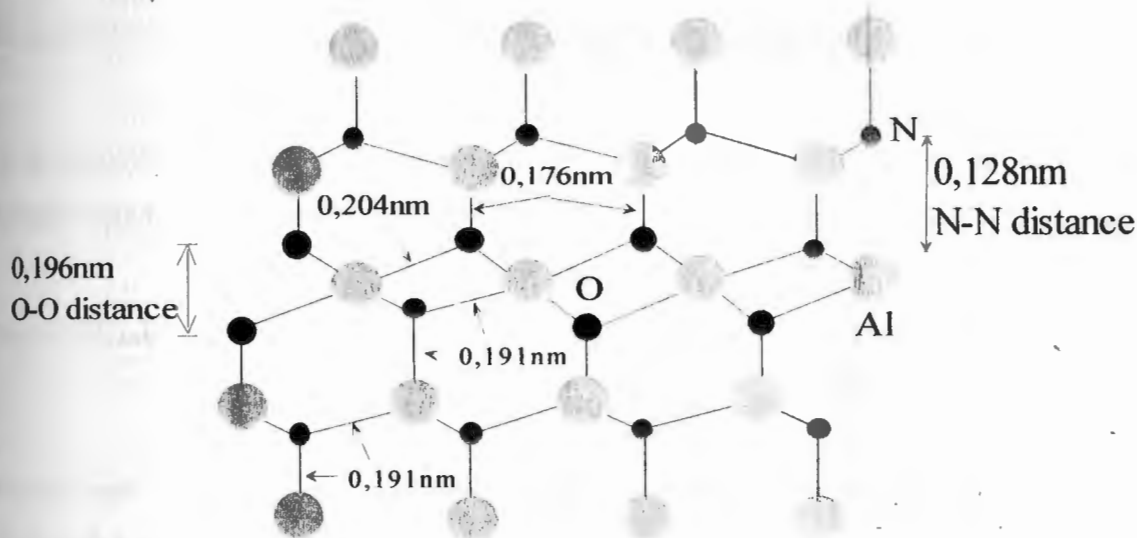


Figure 1.10 : projection de la structure d'un IDB plan selon $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ selon Westwood et al (1995c)

Harris et al (1990) ont mis en évidence un seuil de concentration en oxygène de 0.75% atomique pour lequel l'accommodation change de nature. Ce résultat a été obtenu en croisant des informations optiques (photoluminescence), thermiques (mesure de conductibilité) et cristallographiques (mesure de paramètre de maille). Au dessus d'une concentration de 0.75%at., la combinaison des complexes précédemment définis produit un nouveau défaut qui consiste en un atome d'aluminium « octaédriquement » lié à des atomes d'oxygène.

On pense que la présence d'oxygène réduit l'énergie de surface des IDB notamment par la saturation des liaisons d'atomes d'aluminium.

Berger (1995) pense que la présence d'oxygène réduit l'énergie de surface des IDB notamment par la saturation de liaisons d'atomes d'aluminium.

1.3.4-DISLOCATIONS ET IDB

Les chercheurs se sont surtout intéressés aux dislocations qui constituent toujours le passage d'un IDBp à un IDBc. Selon Cheng *et al* (1989) on doit avoir, d'une façon générale :

$$\bar{\mathbf{b}} = \bar{\mathbf{R}}_1 + \bar{\mathbf{R}}_2$$

où $\bar{\mathbf{b}}$ est le vecteur de burgers de la dislocation "charnière" et $\bar{\mathbf{R}}_1$ et $\bar{\mathbf{R}}_2$ les vecteurs déplacement des deux IDB adjacents. Le vecteur de burgers n'est pas déduit facilement de la relation :

$$\bar{\mathbf{g}} \cdot \bar{\mathbf{b}} = 0$$

car les extinctions ne sont pas toujours franches, la raison pouvant être une décoration par l'oxygène. Les valeurs proposées par Michel *et al* (1994) sont :

$$\bar{\mathbf{b}} = \langle \text{hh}0 \rangle$$

Berger (1995) est plus affirmatif :

$$\bar{\mathbf{b}} = \frac{1}{3} \langle 10\bar{1}0 \rangle$$

Westwood *et al* (1995) par des observations en haute résolution et des considérations géométriques, ont obtenu :

$$\bar{\mathbf{b}} = \frac{1}{3} \langle 10\bar{1}0 \rangle + t \langle 0001 \rangle$$

avec t mesuré 0,157 et t calculé 0,164.

Des interactions entre dislocations de la matrice et IDB ont été observées (Masson 1993, Michel *et al* 1994) : des exemples de dislocations traversant un IDB ont été vus ; un autre cas montre clairement le rôle d'obstacles que joue l'IDB au mouvement des dislocations : dans un "D" ou dôme, des dislocations sont confinées, certaines tapissant la paroi plane alors que dans le reste du grain, la densité de dislocation est nulle.

Masson *et al* (1994) ont constaté que les essais mécaniques ne modifient pas le nombre et les caractéristiques des IDB mais font apparaître que ces défauts piègent les dislocations car le cisaillement d'un IDBc exempt d'impuretés, par une dislocation parfaite modifie localement le nombre de mauvaises liaisons atomiques.

1.9.4- La cavitation

Chan et Page (1993) ont constaté que la déformation plastique des matériaux polycristallins, à haute température, est due en partie au glissement intergranulaire. Ce mécanisme a pour conséquence de créer des cavités le long des joints. Le phénomène de cavitation est souvent analysé en termes de germination, croissance et coalescence, comme la précipitation.

La cavitation dans l'AIN a été étudiée par Choux *et al* (1996) par flexion quatre points et par compression uniaxiale. Les expériences de flexion permettent d'avoir simultanément des zones en traction et des zones en compression. Le phénomène de cavitation y est sensiblement différent. En traction, le nombre de cavités est beaucoup plus important et leur répartition est anisotrope ; un joint de grain est d'autant plus affecté qu'il fait un grand angle avec la direction de la contrainte. En compression, la répartition est sensiblement isotrope.

Pour les deux sollicitations, la taille des cavités est sensiblement la même pour un même état de déformation. Des évidences de germination sur des particules d'ajout de frittage de taille quelques dizaines de nanomètres ont été observées à de nombreuses reprises.

V. Feregotto (1996) a constaté que tous les points triples sont occupés par de grandes cavités convexes, la présence de quelques cavités sur un joint et une coalescence complète le long des joints entiers et même parfois le long de plusieurs joints consécutifs.

Chapitre II**Techniques
expérimentales**

« si la vérité tu chercheras, dieu tu trouveras »

II.1 MATERIAU BRUT

Le but de ce travail a été de caractériser macroscopiquement et surtout microscopiquement des échantillons de nitrure d'aluminium comprimés aux environ de dix pour cent à une température comprise entre 1550 et 1650 °C. A cet effet un matériau, fourni par la société céramique et composite, a été utilisé. Il s'agit de nitrure d'aluminium pressé à chaud en présence de Y_2O_3 . Les résultats obtenus seront comparés à ceux obtenus par Azzaz (2000) sur un autre matériau (fournis par ESK, Electro Schmelzwerk Kempten, GMBH).

L'analyse chimique du matériau a été réalisée par le laboratoire d'analyse chimique de Lyon. Les résultats sont reportés dans le tableau II.1. On constate que les impuretés présentes au sein du matériau (C, Fe, Ca, Mg, Si) représentent environ 0.3% en masse. On note également la teneur, relativement faible, en oxygène qui est de 0.7%.

L'analyse des phases secondaires, à la fois par diffraction des rayons X et par EDAX en MET, montre la présence de :

- $AlYO_3$ et $3Y_2O_3,5Al_2O_3$ (YAG)

Eléments	% en masse
Al	62.2
N ₂	32.4
O ₂	0,7
Y	2.8
La	0
C	0,1
Fe	0,1
Ca	0,15
Mg	0,05
Si	0,3
Eléments non dosés	1,2

Tableau II.1 : Analyse chimique de l'AlN

II-2 ESSAIS MECANIKES

Des éprouvettes parallélépipédiques à base carrée, de dimension 8x3x3 mm³ ont été comprimées uniaxialement à haute température. Ces essais ont été réalisés à 1550, 1600 et 1650 °C.

Les déformations ont été effectuées par fluage (contrainte constante durant la déformation), les contraintes de fluage considérées 150, 200 et 250 MPa ont conduit selon la température à des temps d'essai échelonnés entre 2h et 78h.

Ces essais ont été effectués sous gaz neutre (Argon ou Hélium) sur une machine d'essai universelle (MTS 810, USA) équipée d'un four (CENTORR, USA) avec des éléments chauffants en Tungstène et des écrans constitués de feuilles de Molybdène permettant de monter jusqu'à 2000°C (figure 2.1). La température de l'éprouvette est mesurée par deux thermocouples, en W/W-Re type C, placés à proximité de l'éprouvette et d'un pyromètre (IRCON 2 λ , 1100-2000°C, USA) dont la visée est réglée sur l'échantillon. Les pistons sont en carbone (pour une meilleure isolation thermique de la cellule de force).

Des semelles de carbure de silicium sont insérées entre l'éprouvette et les pistons pour les raisons suivantes :

- éviter l'indentation des pistons ; la semelle répartit la charge sur une plus grande surface;

- diminuer le gradient thermique de l'éprouvette. Le carbure de silicium permet d'avoir des éprouvettes sensiblement isothermes ;
- diminuer les frottements au niveau des faces de compression ;
- servir d'écran chimique aux pistons en cas de réaction avec l'éprouvette.

Afin d'éviter tout flambage de l'éprouvette, celle-ci est alignée avec le plus grand soin. La force est mesurée par une cellule de charge maximum de 100 KN.

Le dispositif d'extensométrie est constitué :

- d'un capteur LVDT (linear voltage displacement transducer, SCHAEWITZ, USA) ayant une course de ± 1 mm, monté de manière différentielle (précision de la mesure : $\pm 1 \mu\text{m}$);
- de deux tiges de carbone concentriques :
 - l'une supportant l'extensomètre suit la position de la face supérieure de l'éprouvette (à la variation d'épaisseur de semelle près de l'ordre de $1 \mu\text{m}$);
 - l'autre qui actionne le noyau de l'extensomètre suit le mouvement de la face inférieure de l'éprouvette.

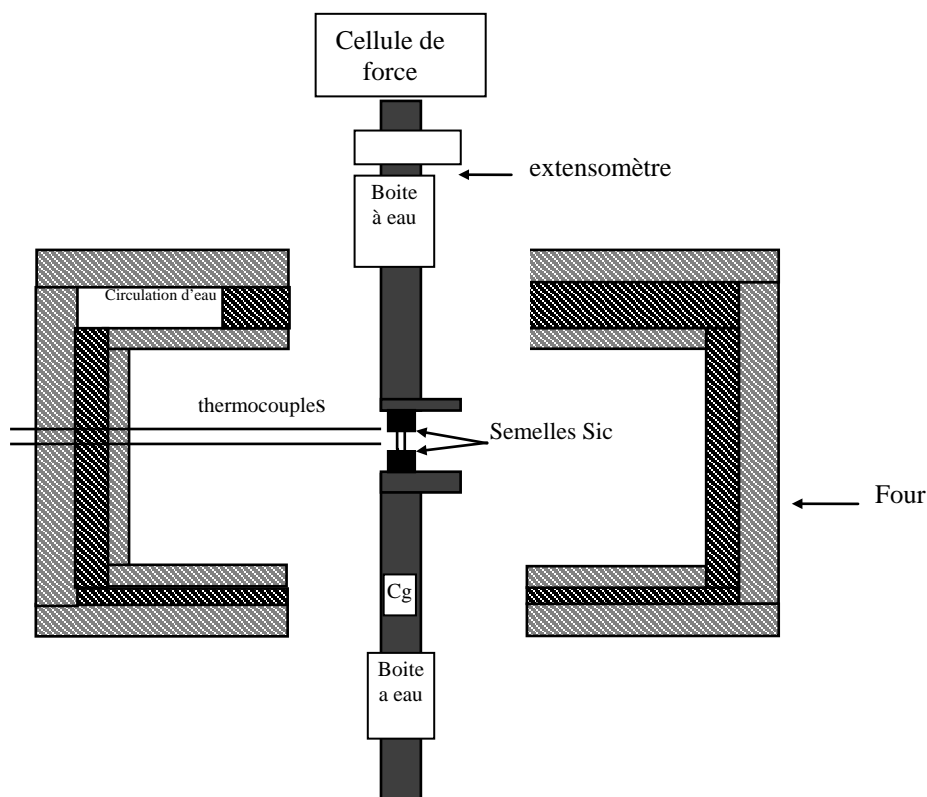


Figure 2.1 : Schéma du dispositif de compression à haute température

On peut négliger le fluage des tiges de carbone qui supportent quelques grammes ainsi que celui des semelles. Par contre la déformation élastique des semelles est inévitable, pour une force de 120 MPa on a une déformation de 0,8 μm. La montée en température se fait à la vitesse de 0,6°C s⁻¹.

Les échantillons sont refroidis sous contraintes afin de figer les configurations de déformation. La vitesse de refroidissement est d'environ 1°C s⁻¹.

II.3 METHODES DE DEPOUILLEMENT DES COURBES DE FLUAGES

Le fluage est la déformation plastique qui se produit au cours du temps sous l'application d'une contrainte constante. Dans la pratique la plupart des essais sont effectués à charge constante, de sorte que la contrainte varie en fonction de l'évolution de la section de l'éprouvette puisque, le plus souvent, la même situation se retrouve dans une pièce en service, ce type d'essai est parfaitement satisfaisant pour des besoins de contrôle ou de caractérisation. Pour les céramiques, le fluage est d'avoir accès, à une température donnée à sa résistance mécanique en fonction du temps ou de la déformation .

Le fluage à haute température (T > 0.5T_f ou T_f est la température de fusion en degré kelvin), concerne la majorité des problèmes pratiques. La courbe, habituelle de fluage, présente trois zones caractéristiques (figure 2.2) :

- Stade I (fluage primaire):

$$\epsilon_0 < \epsilon_p < \epsilon_1$$

La vitesse de déformation décroît régulièrement cette région est souvent décrite par :

$$\epsilon_p t^{-1/3} = \text{constante}$$

- stade II (fluage secondaire):

$$\epsilon_1 < \epsilon_p < \epsilon_2$$

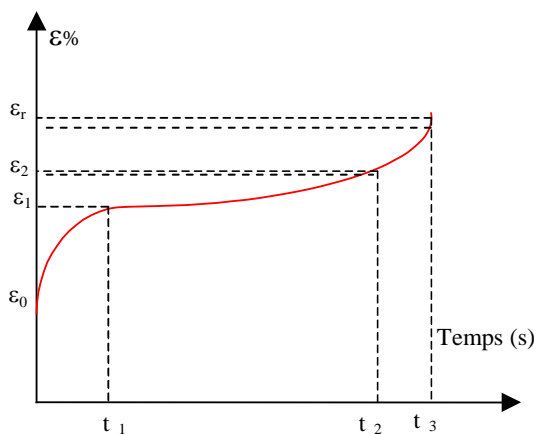


Figure 2.2 : les trois stades de fluage

La vitesse de déformation est minimale et sensiblement indépendante du temps, on parle de fluage quasistationnaire. Cette étape représente le plus souvent la majeure partie de la vie de la structure.

La loi généralement utilisée dans ce cas s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{ss} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{\sigma^n}{d^p} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (01)$$

$\dot{\varepsilon}_{ss}$ = vitesse de déplacement quasi stationnaire ,

$\dot{\varepsilon}_0$ = constante

σ = contrainte appliquée,

n = exposant de contrainte

d = taille de grain,

p = exposant de taille de grain

Q = énergie d'activation apparente,

R = constante des gaz parfaits

T = température en Kelvin ,

➤ Stade III (fluage tertiaire):

$$\varepsilon_2 < \varepsilon_p < \varepsilon_r$$

La vitesse de déformation recommence à croître jusqu'à la rupture du matériau pour une déformation.

Les caractéristiques du fluage résultent schématiquement de l'interaction simultanée de deux processus antagonistes : la consolidation et le réarrangement.

La déformation plastique entraîne la multiplication et l'interaction des dislocations qui conduisent à la consolidation du matériau.

La température entraîne le réarrangement des dislocations qui conduisent à la restauration du matériau.

Le fluage apparaît comme un processus thermiquement activé favorisé par l'apparition d'une contrainte.

Pour pouvoir calculer l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation apparente Q , nous devons tracer les deux courbes suivantes :

$$\log \dot{\varepsilon}_s = f(\log \sigma)$$

$$\ln \dot{\varepsilon}_s = f\left(\frac{1}{T}\right)$$

A partir de la formule(01) on peut écrire:

$$\log \dot{\epsilon}_{ss} = \log \left(\dot{\epsilon}_0 \frac{\sigma^n}{d^p} \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \right)$$

$$\log \dot{\epsilon}_s = \log \dot{\epsilon}_0 - p \log d + n \log \sigma - \frac{Q}{RT}$$

à T constante on peut poser:

$$B = \log \dot{\epsilon}_0 - p \log d - \frac{Q}{RT} \Rightarrow \log \dot{\epsilon}_{ss} = B + n \log \sigma$$

où la pente de la courbe donne l'exposant de contrainte n.

De même si la contrainte est constante la dernière équation peut s'écrire:

$$\ln \dot{\epsilon}_{ss} = C - \frac{Q}{R T}$$

avec : $C = \ln \dot{\epsilon}_0 - p \ln d + n \log \sigma$

La pente de la courbe $\dot{\epsilon} \left(\frac{1}{T} \right)$ (figure 2.3) donne l'énergie d'activation apparente à un facteur (1/R) près.

Pratiquement, à partir des valeurs de la courbes $\epsilon = f(t)$ on peut calculer la vitesse de déformation instantanée:

$$\dot{\epsilon}_i = \frac{\epsilon_{i+1} - \epsilon_{i-1}}{t_{i+1} - t_{i-1}}$$

puis on porte les valeurs ϵ obtenues en abscisse et en ordonnée le logarithme de la déformation $\dot{\epsilon}$ calculée. Pour toutes les courbes, pour une valeur ϵ comprise entre 0 et 1% , la vitesse de déformation décroît rapidement vers une valeur quasi-constante.

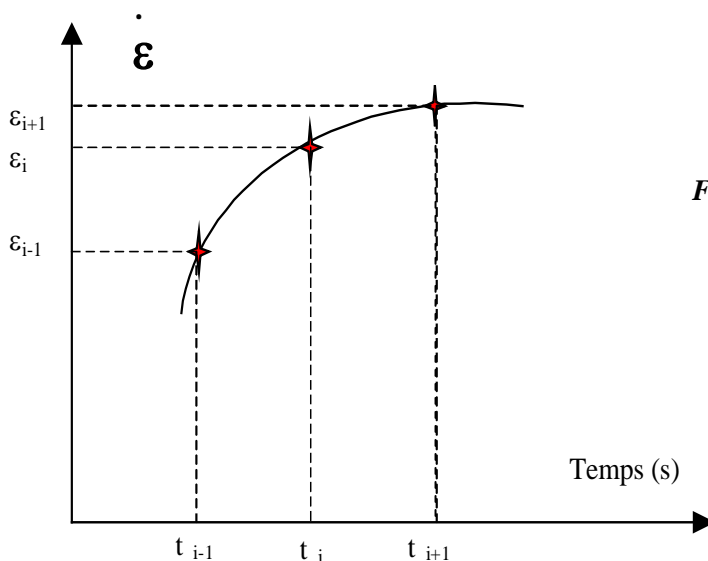


Figure 2.3 : la courbe $\dot{\epsilon} = f(t)$

la valeur correspondant au palier ou, au minimum, des courbes $\log \dot{\epsilon} = f(\epsilon)$, a été choisie comme étant la vitesse de déformation en fluage quasistationnaire.

Munis de ces valeurs, il sera possible de calculer l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation apparente Q .

II.3 MESURE DE DENSITE

La connaissance de la densité permet une estimation globale de la cavitation. Parmi les méthodes de mesure de la densité des solides nous avons choisi celle qui utilise le principe de la poussée d'Archimède. Elle est simple et précise. Le montage est schématisé sur la figure (2.4). L'échantillon est suspendu dans une nacelle en fil de tungstène (N) sous un plateau d'une balance hydrostatique (B), précise à 0.01 mg. l'ensemble est placé dans une enceinte stabilisée en température.

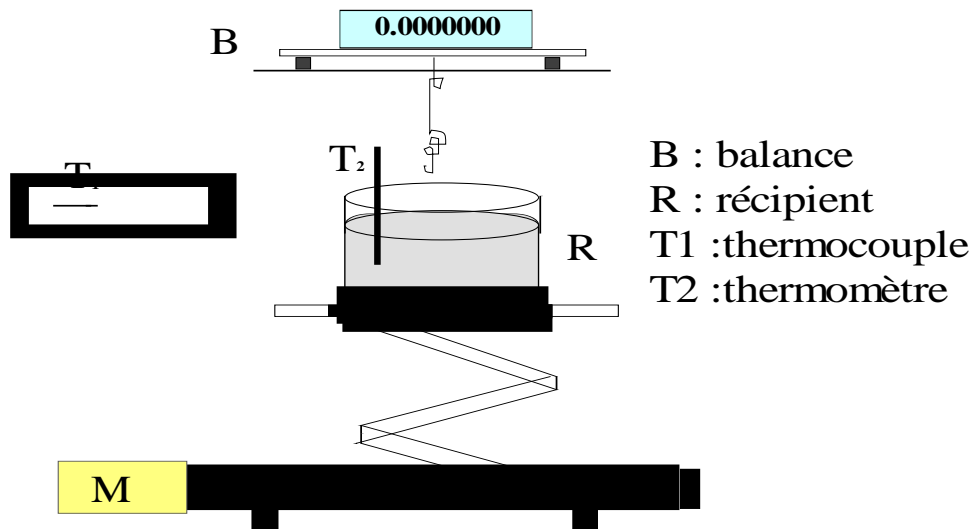


Figure 2.4 : montage servant à la mesure de la masse volumique

La démarche consiste à peser successivement les échantillons dans l'air puis dans le liquide choisi. Le méthanol qui a une masse volumique bien plus faible que le nitrure d'aluminium est souvent utilisé pour des raisons de mouillabilité, de non-réactivité et de bonne connaissance de la densité en fonction de la température.

On réalise les trois pesées suivantes :

- l'échantillon dans l'air

on obtient M_1

$$M_1 = m_{\text{éch}} - V_{\text{éch}} \cdot \rho_{\text{air}} = V_{\text{éch}} (\rho_{\text{éch}} - \rho_{\text{air}})$$

- l'échantillon et une partie de la tige dans le méthanol

$$\begin{aligned} \text{on obtient } M_2 \quad M_2 &= m_{\text{éché}} + m_{\text{tige}} - V_{\text{éché}} \cdot \rho_{\text{mét}} - V_{\text{tige}} \cdot \rho_{\text{mét}} \\ &= V_{\text{éché}} \cdot \rho_{\text{éché}} + m_{\text{tige}} - (V_{\text{éché}} + V_{\text{tige}}) \rho_{\text{mét}} \end{aligned}$$

- la même partie de la tige immergée dans le méthanol

$$\text{on obtient } M_3 \quad M_3 = m_{\text{tige}} - V_{\text{tige}} \cdot \rho_{\text{mét}}$$

Entre chaque mesure, la stabilité mécanique et thermique du système est absolument requise. La combinaison de ces trois équations nous permet de trouver la masse volumique de l'échantillon :

$$\rho_{\text{éché}} = \frac{M_1 \cdot \rho_{\text{mét}} + (M_3 - M_2) \cdot \rho_{\text{air}}}{M_1 - M_2 + M_3}$$

A la température ambiante la masse volumique de l'air est approximativement de $1,310^{-3} \text{g/cm}^3$ alors que la masse volumique du méthanol utilisé, pur à plus de 99,8 % est de l'ordre de $0,791 \text{g/cm}^3$. On peut ainsi négliger le terme $(M_3 - M_2) \cdot \rho_{\text{air}}$ par rapport à $M_1 \cdot \rho_{\text{mét}}$.

II.4 MESURE DE LA TAILLE DE GRAINS

De par leur formes et leur distribution, la mesure de la taille de grains ne pourra pas être connue avec une grande certitude, il n'y a pas de méthode qui donne des résultats sûrs, tout ce que l'on peut dire est que la taille de grains est estimée. Considérons la coupe (figure 2.5 a), on pourrait dire que le grain 01 est le plus gros, cela est vrai pour la surface (a) considérée, mais si on regarde une coupe longitudinale de cette même surface on se rend compte qu'en fait le grain 04 est le plus gros. Toute la difficulté est là, suivant que l'on observe cet échantillon en transmission ou en réflexion, tout dépend aussi du polissage et de l'attaque chimique. On pourrait par exemple polir jusqu'à la ligne (L) (figure 2.5 b), mais à ce moment là les grains 01 et 03 ne sont plus visibles, et un nouveau grain 05 apparaîtra.

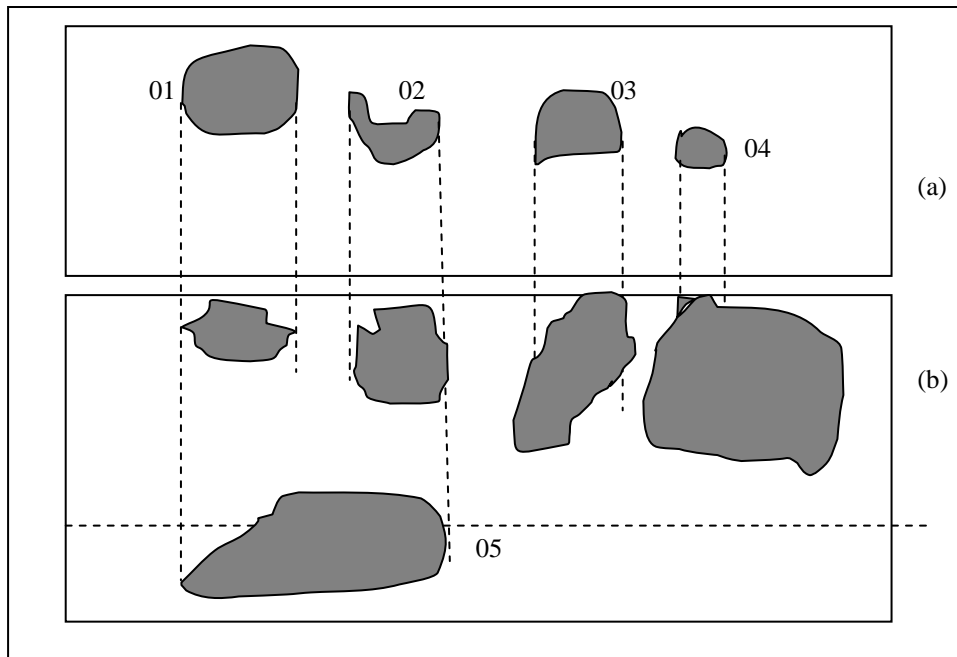


Figure 2.5 : les différentes formes de grain suivant les différentes directions.

Il existe différentes mesures de la taille de grains, cependant pour la recherche, le contrôle de la production, pour l'établissement de spécification, la définition doit tenir compte de deux impératifs :

- Rendre compte des corrélations existantes avec les propriétés physiques sensibles à la taille de grains.
- Etre susceptible de mesures simples.

Du point de vue physique, c'est la taille de grain selon trois dimensions qui rend le mieux compte des relations existant avec les propriétés physiques, seulement cette mesure n'est pas réalisable dans la pratique.

La méthode de mesure la plus facile et la plus rapide est celle qui se fait selon une dimension (l). dans notre cas les grains sont équiaxes et de taille voisine. Pour la mesure de la taille de grains, nous avons utilisé la méthode dite d'interception par une ligne (figure 2.6). Sur une photographie prise au microscope métallographique (avec un agrandissement de 100), d'une éprouvette, nous avons tracé plusieurs lignes parallèles, (chacune mesurait 100 mm de long) et espacés de 20mm, à travers l'image de la structure. On dénombre les interceptions entre les lignes et les joints de grains. On effectue ensuite le rapport 100 mm sur le nombre d'interception, cela donne une valeur notée (l), qui est la valeur de la taille de grain au grandissement prés.

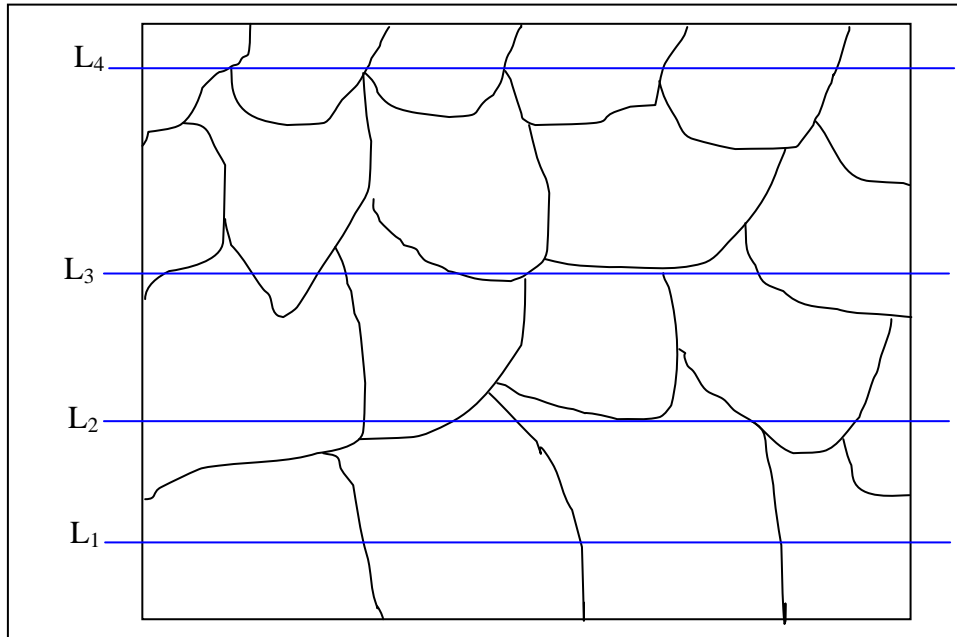


Figure 2.6: méthode d'interception par une ligne.

le tableau ci-dessous récapitule la description faite :

ligne	Nombre d'interception	\bar{L} (mm)
01	03	33.33
02	6.5	15.38
03	08	12.5
04	07	14.28

Tableau II.2 : récapitulation de la description

Remarques :

1. La technique que nous avons utilisée est : « la méthode de la longueur interceptée » de Hein. Dans le cas où on compte les segments interceptés, lorsque la ligne de mesure se termine à l'intérieur d'un grain, le segment correspondant est compté comme $\frac{1}{2}$.

Dans le cas où on dénombre les intersections, on compte :

- $\frac{1}{2}$ lorsque l'extrémité de la ligne touche exactement un joint de grain,
 - $\frac{3}{2}$ lorsqu'une ligne coupe un point triple,
 - 01 lorsqu'une ligne est tangente au contour du grain.
2. Nous avons utilisé un agrandissement de 100, et nous avons pris en photographie « une réglette microscopique » où l'écart entre chaque graduation est de $\frac{1}{100}$ de millimètre, après tirage des photographies, il suffit de mesurer la nouvelle distance entre graduation et faire une règle de trois pour obtenir la taille

réelle. nous avons obtenus , pour 1/100mm , 9.5mm sur la photographie, d'ou un agrandissement de 950.

3. Il est très importants de faire des mesures sur plus de 200 grains au total, ce qui signifie de prendre plusieurs photographies de la même éprouvette. Pour ce qui nous concerne, nous avons pris en moyenne 04 photographies de chaque éprouvette, ce qui nous a permis de faire des mesures sur près de 400 grains par éprouvette .
4. Le nombre d'interception donne le nombre de grains coupés par la ligne d'interception.

La mesure de la taille de grain par la méthode d'interception par une ligne est facile à réaliser et à partir de (l), il est possible de calculer une quantité qui a une signification physique précise . comme tout autre paramètre simple pour lequel on peut exprimer la taille de grain, (l) ne donne qu'un point de la distribution de la taille de grain. (Dehoff, 1972)

II.5 MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Les observations ont été réalisées sur un microscope Phillips haute résolution (à effet de champs) FEG XL30S (figure 2.7), à l'Ecole des Mines de Nancy, sous une tension comprise entre 3 et 25 KV, en électron secondaire ou rétrodiffusés.

Le nitrure d'aluminium étant peut conducteur, il est nécessaire de métalliser, par exemple avec de l'or si on travaille à 20 KV. A faible tension, de l'ordre de 3 à 5 K, les images sont de bonne qualité et il n'est pas nécessaire de les métalliser.

Cette technique de caractérisation microstructurale à été essentiellement utilisée d'une part pour suivre l'évolution de l'état de surface des éprouvette après déformation, et d'autre part pour déterminer la taille des grains.



Figure 2.7 : Microscope électronique à balayage (FEG XL 30S)

II.6 MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION

II.6.1 Préparation des lames minces

Les bords externes des éprouvettes déformées sont éliminés par découpe à l'aide d'une scie à disque diamanté (Isomet plus, BUEHLER, USA). La partie utile est ensuite découpée en lamelles d'épaisseur 300 μm selon l'axe de compression à l'aide cette même scie circulaire. Compte tenu des pertes dues à la coupe (0.5mm par coupe), seules trois lamelles de surface de l'ordre de 7x3 mm^2 peuvent être réalisées. Certaines coupes ont été réalisées à 45° de l'axe de compression.

L'amincissement des lames se fait en suite en deux étapes : l'amincissement mécanique puis ionique.

□ *Amincissement mécanique*

Les lamelles sont collées à l'aide d'une cire rouge de dentiste (CAULK Sticky Wax, USA) sur un plot de verre de diamètre 8 cm. on commence le polissage de la face externe par abrasion manuelle sur un disque diamantée (DIADISC, STRUERS, Danemark) de telle manière à obtenir une surface très plane. on polit alors à l'aide successivement de pâte diamantée de granulométrie 6 μm , 3 μm et 1 μm déposée sur un disque sillonné (PETRODISC, STRUER, Danemark) lubrifié.

Les échantillons sont alors décollés et recollés sur l'autre face. A l'aide du DIADISC lubrifié à l'eau, on abrase les lames jusqu'à obtenir une épaisseur d'environ 100 μm .

on colle ensuite à l'aide d'une cire noir à vide la face polie à l'extrémité d'une tige cylindrique en alumine de 3mm de diamètre, dimension conventionnelle aux porte-objets des différents microscopes électronique à transmission. On usine alors à l'éprouvette par abrasion mécanique au papier SiC 1200 de telle manière à ne conserver que la partie collée sur le support.

L'ensemble est utilisé pour réaliser une cuvette au centre de la lame. A cet effet, on utilise un dimpler construit au laboratoire de physique des matériaux à Nancy.

Le cylindre, sur lequel est collé la lame, est fixé sur l'arbre d'un moteur électrique qui permet une rotation dans le plan horizontal. Une meule de Bakélite de 12mm diamètre et 3mm d'épaisseur, imprégnée de lubrifiant à suspension diamantée 3 μm , tourne à une vitesse variable dans le plan vertical.

Le mouvement combiné de la meule préalablement centrée et de la lame permet la formation par abrasion d'une cuvette la plus profonde possible, généralement 60 μm , ce qui revient à

dire que la lame en son centre possède une épaisseur de 40 μm , Après décollage et nettoyage de la lame au trichloréthylène, on passe à l'amincissement ionique.

□ **Amincissement ionique :**

L'étape finale de l'amincissement se fait par bombardement ionique. Les deux faces de l'éprouvette sont bombardées simultanément par deux faisceaux alignés et opposés d'ions accélérés sous une tension de 4 KV. Les ions frappent les faces sous une incidence rasante variable et arrachant les atomes. Dans l'enceinte ou règne un vide compris entre 10^{-4} et 10^{-3} torr, la lame est animée par un mouvement de rotation circulaire afin d'uniformiser la zone d'arrachement. Les conditions optimales de qualité de surface sont obtenues pour un angle d'inclinaison de 15° , la vitesse d'amincissement étant alors comprise entre 1 et 3 μm par heure. L'amincisseur utilisé est de type « automatic terminator B62 » ION TECH LIMITED 733.

II.6.2 Observation au microscope électronique à transmission (MET)

les lames minces de nitrure d'aluminium ont été observées sur un PHILIPS CM 20 qui fonctionne sous une tension d'accélération de 200 KV ($\lambda = 2.53 \cdot 10^{-3} \text{nm}$). La longueur de chambre a été fixée à 135 cm. Le porte - objet utilisé est une platine biplace BST à double inclinaison (angles maximum $\pm 55^\circ$ et $\pm 35^\circ$). Le microscope Philips a été étalonné afin de corréliser la position de l'image à celle de la diffraction (annexe B). Les échantillons ont été observés en fond clair, en fond noir conventionnel et en faisceau faible (weak beam). C'est cette dernière technique qui a été de loin la plus utilisée car l'observation de nos défauts nécessite des images très fines.

La détermination du vecteur de burgers d'une dislocation est basée sur les règles d'extinction habituelles :

- POUR UNE DISLOCATION VIS :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

- POUR UNE DISLOCATION MIXTE :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

$$\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{\mu} = 0$$

de même le vecteur déplacement d'une faute d'empilement est obtenu en considérant l'extinction des fautes lorsque $\vec{g} \cdot \vec{R}$ est égal à un entier.

Sur le tableau II-3 sont répertoriés (i) la distance interréticulaire (d_{hkl}), (ii) le facteur de structure (F_{hkl}), (iii) la distance d'extinction (ξ_g) des plans correspondant aux vecteurs diffraction utilisés.

Ces grandeurs ont été calculées à partir de :

$$(i) \quad \frac{1}{d^2} = \frac{4}{3a^2} (\mathbf{h}^2 + \mathbf{hk} + \mathbf{k}^2) + \frac{1}{c^2} (\mathbf{l}^2)$$

le calcul des deux dernières grandeurs a nécessité la connaissance des coefficients de diffusion de Al et N. Les valeurs que nous avons utilisées sont celles données par Edington (1975) et Williams (1996)

$f_{Al} = 0,61$ nm et $f_N = 0,22$ nm, qu'il faut multiplier par le facteur de correction relativiste à 200 kV, $\gamma = 1,3914$.

$$(ii) \quad F_{hkl} = f_{AL} \sqrt{2 \left[1 + \cos 2\pi \left(\frac{2\mathbf{h} + \mathbf{k}}{3} + \frac{\mathbf{l}}{2} \right) \right]} \cdot \sqrt{.1 + 2 \frac{f_N}{f_{AL}} \cos 2\mathbf{l}\mathbf{u} + \left(\frac{f_N}{f_{AL}} \right)^2}$$

$$(iii) \quad \xi_g = \frac{\pi \cdot m_0 \cdot V \cdot v \cdot \cos \theta}{h \cdot F_{hkl}^0} \quad \text{avec ;}$$

- F_{hkl}^0 facteur de structure calculé pour la masse de l'électron au repos
- $m_0 = 9,1 \cdot 10^{-31}$ kg (masse de l'électron au repos)
- $h = 6,62 \cdot 10^{-34}$ J.s (constante de Planck)
- $V = \frac{\sqrt{3}}{2} a^2 = 4,1724 \cdot 10^{-29} m^3$ (volume de la maille)
- $v = 2,088 \cdot 10^8 m \cdot s^{-1}$ (vitesse des électrons) et $\cos \theta \approx 1$

(h,k,l)	(h,k, $\overline{h+k}$, l)	d_{hkl} (Å)	F_{hkl} (Å)	ξ_g (nm)
001	0001	4,9792	0	/
002	0002	2,4896	7,966	65,7
003	0003	1,6597	0	/
100	10 $\bar{1}$ 0	2,6946	5,635	92,9
200	20 $\bar{2}$ 0	1,3473	2,505	209
300	30 $\bar{3}$ 0	0,8982	2,838	184,4
101	10 $\bar{1}$ 1	2,3698	3,506	149,3
202	20 $\bar{2}$ 2	1,1849	1,602	326,8
303	30 $\bar{3}$ 3	0,7900	0	/
102	10 $\bar{1}$ 2	1,8286	2,817	185,81
204	20 $\bar{2}$ 4	0,9143	0,343	1526,7
103	10 $\bar{1}$ 3	1,4132	4,101	127,6
104	10 $\bar{1}$ 4	1,1300	0,606	863,1
2 $\bar{1}$ 0	2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0	1,5557	6,066	86,29
4 $\bar{2}$ 0	4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 0	0,7778	2,338	223,9
2 $\bar{1}$ 1	2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 1	1,4849	0	/
4 $\bar{2}$ 2	4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 2	0,7425	1,645	318,2
2 $\bar{1}$ 2	2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	1,3193	3,705	141,3
4 $\bar{1}$ 4	4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 4	0,6597	0,495	1057,7
2 $\bar{1}$ 3	2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 3	1,1350	0	/
2 $\bar{1}$ 4	2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 4	0,9719	0,726	721,1
201	20 $\bar{2}$ 1	1,3005	1,578	331,7
203	20 $\bar{2}$ 3	1,0460	2,737	191,2
301	30 $\bar{3}$ 1	0,8839	0	/
302	30 $\bar{3}$ 2	0,8449	1,955	167,7
4 $\bar{2}$ 1	4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 1	0,7685	0	/
4 $\bar{2}$ 3	4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 3	0,7043	0	/
120	12 $\bar{3}$ 0	1,0184	1,697	308,4
121	12 $\bar{3}$ 1	0,9978	1,121	467
122	12 $\bar{3}$ 2	0,9426	1,154	453,6
123	12 $\bar{3}$ 3	0,8681	2,079	251,7
124	12 $\bar{3}$ 4	0,7882	0,313	1674,9
130	13 $\bar{4}$ 0	0,7473	1,073	488
131	13 $\bar{4}$ 1	0,7391	0,764	685,1
132	13 $\bar{4}$ 2	0,7158	0,769	680,3
133	13 $\bar{4}$ 3	0,6814	1,440	363,6
134	13 $\bar{4}$ 4	0,6407	0,244	2141,9

Tableau II-3 : distances inter-réticulaires d_{hkl} , facteurs de structure f_{hkl} et distances d'extinction ξ_g des plans (h,k,l) utilisés (tension d'accélération :200 kV)

II.7 Analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie EDS (EDAX)

Lorsqu'un faisceau d'électrons, accéléré sous plusieurs kilovolts, rencontre un solide, des rayons X caractéristiques des atomes de l'échantillon sont produits. A partir de ces rayons X, deux mesures peuvent être faites :

- celle de la longueur d'onde de chaque raie caractéristique correspondant à chaque élément afin d'obtenir une analyse qualitative ;
- celle du nombre de photons émis par seconde pouvant permettre d'accéder à la teneur en élément émettant.

Le volume analysé et l'intensité des rayons X émis dépendent de :

- l'énergie du faisceau d'électrons ;
- l'énergie (longueur d'onde) des rayons X étudiés ;
- la masse atomique locale de l'échantillon.

Le volume d'analyse est en général d'un micron cube. Le comptage des rayons X se fait grâce à un détecteur constitué d'une plaque de silicium dopé au lithium sur laquelle deux couches d'or ont été déposées de part et d'autre qui vont jouer le rôle d'électrode. Une fenêtre de béryllium permet d'isoler le détecteur de la chambre de l'échantillon pour éviter toute contamination des couches d'or ; elle absorbe une certaine quantité de rayons X, ce qui peut être gênant dans le cas d'analyse d'éléments légers. Cependant, pour accéder à ces éléments, on réduit généralement l'épaisseur de la fenêtre.

Les analyses ont été faites dans un microscope Philips CM20. La tension d'accélération était fixée à 200 kV et la taille de sonde habituellement utilisée variait de 100 à 300 nm. Lors de l'analyse de l'azote et de l'oxygène, nous avons utilisé un porte-échantillon avec une tête en béryllium d'une part, pour éviter la rétrodiffusion d'électrons pouvant de nouveau produire en retraversant l'échantillon de nouveaux photons et d'autre part, pour éviter toute absorption de rayons X. Le système est relié à un ordinateur dans lequel sont stockés les spectres énergétiques de tous les éléments. Il est donc facile pour l'ordinateur d'identifier l'élément donnant un pic dans le spectre enregistré ou d'indiquer sur le spectre où se trouve l'élément présumé. Pour limiter le bruit de système et préserver le détecteur, il faut maintenir ce dernier dans l'azote liquide à 77 K.

Cette technique nous a permis d'analyser les phases présente aux joints de grains et à leurs jonctions avant et après traitement thermomécanique.

Chapitre III

Résultats macroscopiques et discussions

« *Ad augusta per angusta* »[♥]

VI-1 / DISCUSSION DES RESULTATS MACROSCOPIQUES :

Les essais de fluage ont été réalisés à trois températures 1550, 1600 et 1650°C, sous trois contraintes, 150, 200 et 250 MPa pour chaque température. La déformation visée étant de 10% pour pouvoir comparer avec les essais réalisés sur la qualité ESK. Celle-ci a été atteinte dans les conditions de haute température et contrainte. Dans les autres cas le temps de l'essai est compris entre 10^5 et 3.10^5 s. les courbes de déformation, ϵ , en fonction du temps montrent principalement les deux premiers stades habituels des courbes de fluage (figures 3.1 et 3.2), puisque nous distinguons dans chaque courbe l'existence de deux stades :

- Le stade I ou stade primaire étant très restreint et il est peu important du fait des contraintes appliquées.

[♥] *Mots de passe en latin des conjurés d'une pièce de V. Hugo 'HERNANI' : à des résultats grandioses par des voies étroites.*

- Le stade II ou phase quasistationnaire est bien caractérisé, étendu et sensiblement rectiligne. La pente du stade stationnaire est proportionnelle à la croissance de la température ou de la contrainte (figures 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5 et 3.6).

Seuls pour les essais réalisés à 1650°C sous 200 et 250 MPa (figure 3.3) on observe un début de stade tertiaire avec augmentation de la vitesse de déformation.

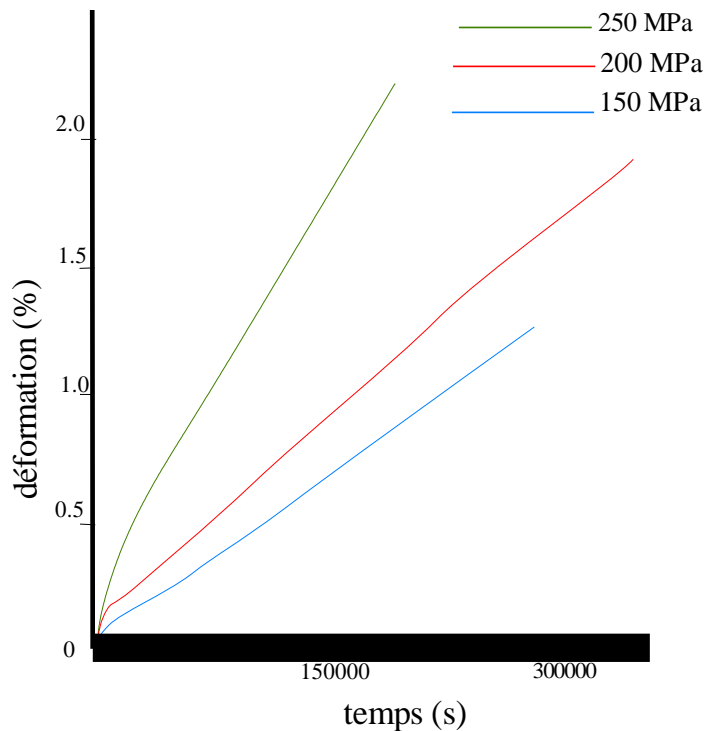
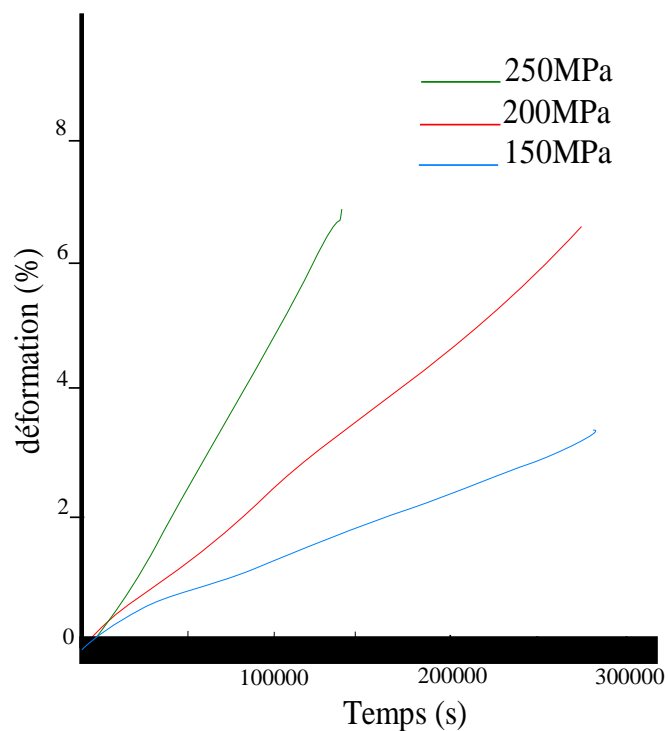


Figure 3.1 : courbe de fluage à 1550°C

Figure 3.2 : courbe de fluage à 1600°C



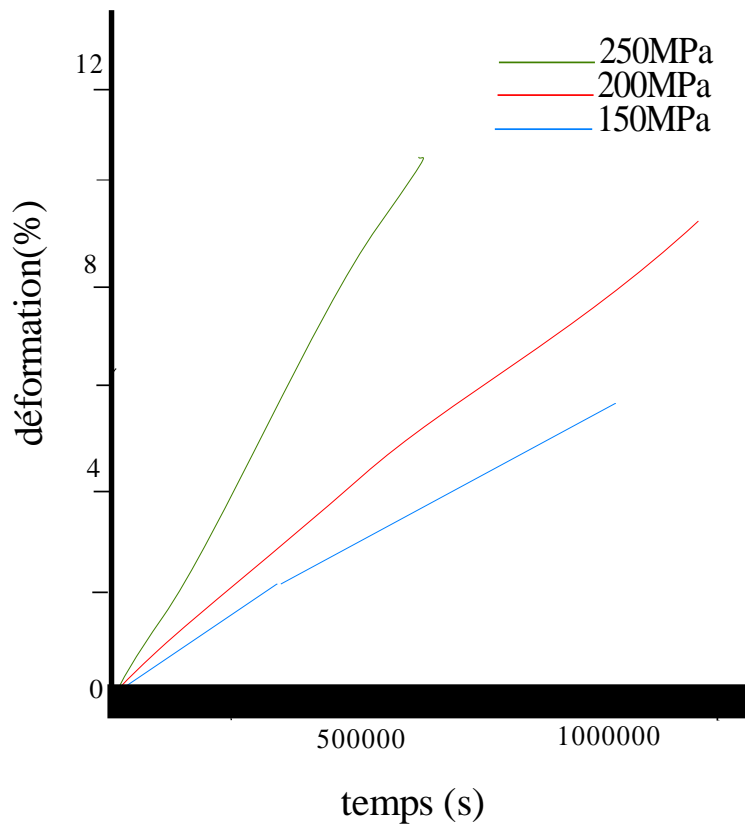


Figure 3.3 : courbe de fluage à 1650°C

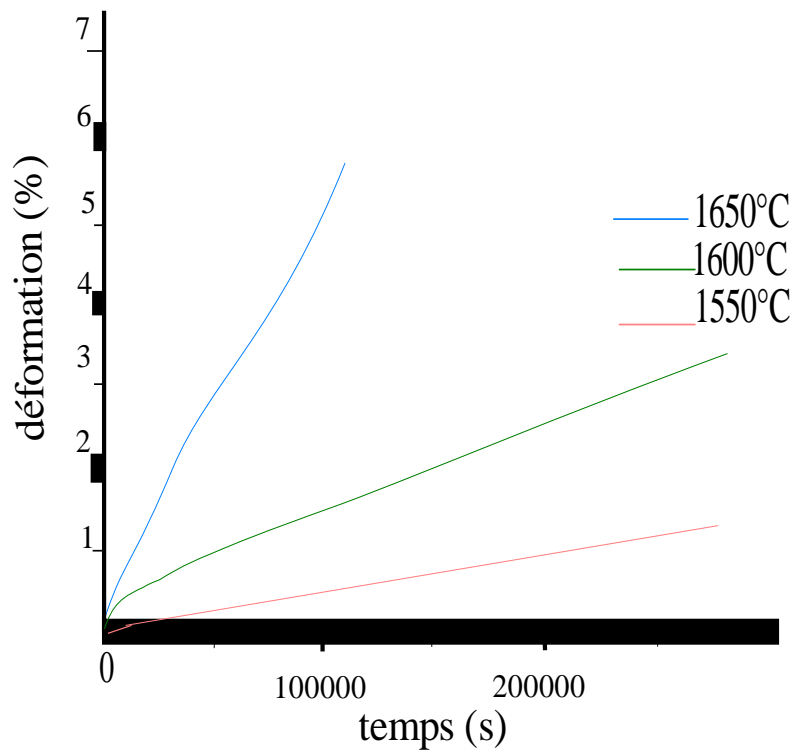


Figure 3.4 : courbe de fluage à 150 MPa

Figure 3.5 : courbe de fluage à 200 MPa.

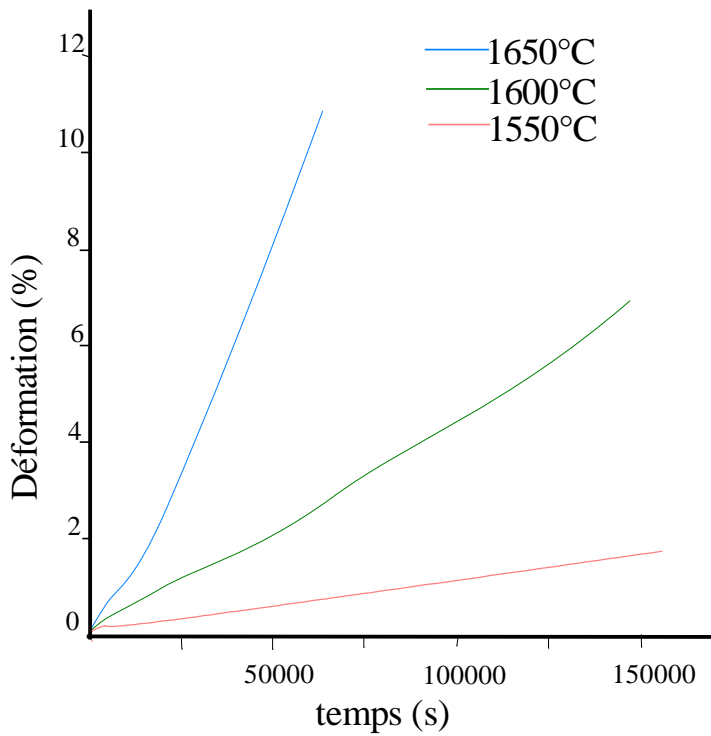
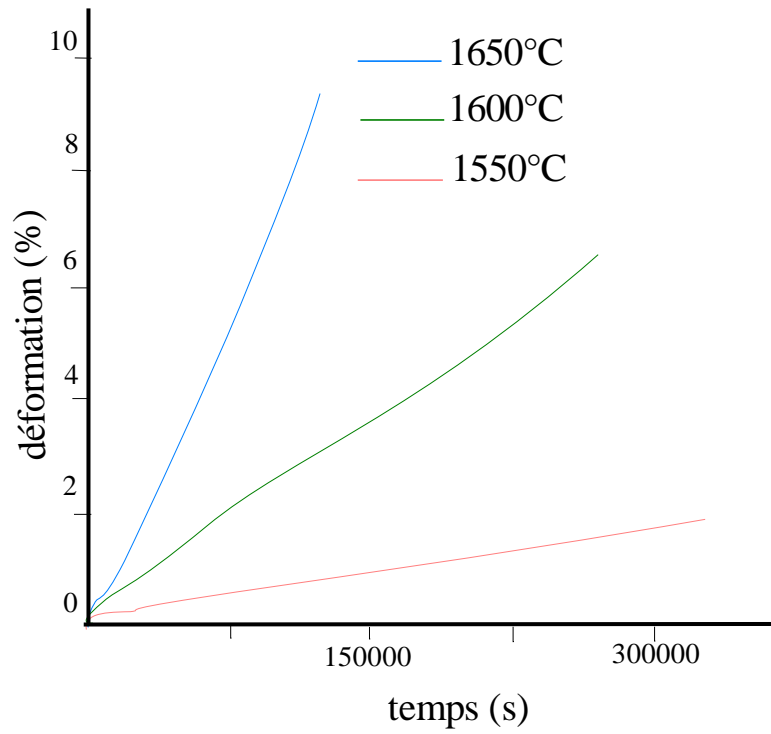


Figure 3.6 : courbe de fluage à 250 MPa

Nous constatons que pour toutes les courbes, pour une valeur ϵ comprise entre 0 et 1%, la vitesse de déformation décroît rapidement vers une valeur quasiment constante, pour chaque courbe nous avons déterminé la vitesse quasistationnaire $\dot{\epsilon}_{ss}$. Les valeurs sont rassemblées au tableau III.1. Les valeurs des essais sur le matériau fritté ESK sont également portées.

Les vitesses de l'étude présente sont inférieures de pratiquement un ordre de grandeur, le rapport maximal étant observé pour la plus haute température et la plus basse contrainte.

Les résultats s'accordent bien avec la formulation habituelle de $\dot{\epsilon}_{ss}$.

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \dot{\epsilon}_0 \frac{\sigma^n}{d^p} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

$\dot{\epsilon}_{ss}$ = vitesse de déplacement quasi stationnaire,

$\dot{\epsilon}_0$ = constante

σ = contrainte appliquée,

n = exposant de contrainte

d = taille de grain,

p = exposant de taille de grain

Q = énergie d'activation apparente,

R = constante des gaz parfaits

T = température en Kelvin,

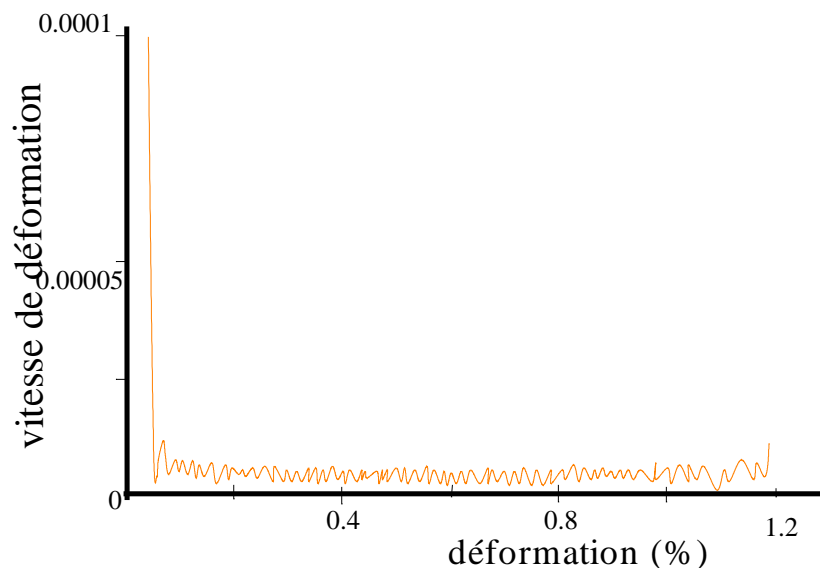


Figure 3.7 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1550°C et à 150 MPa

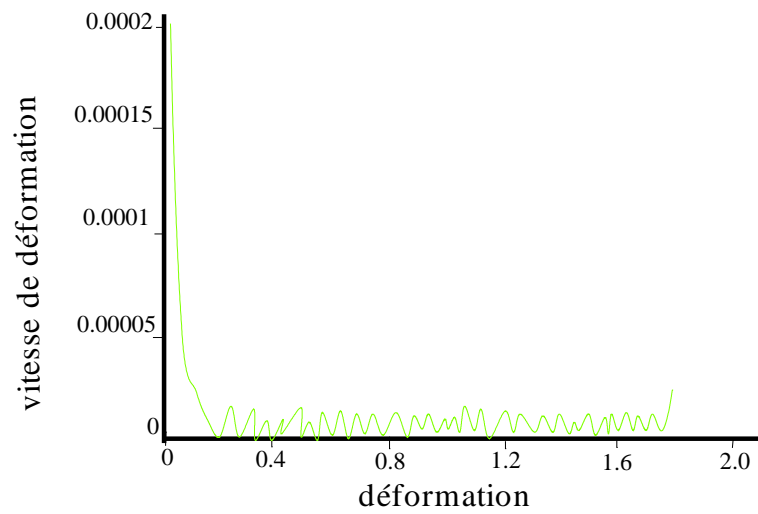


Figure 3.8 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1550°C et à 200 MPa.

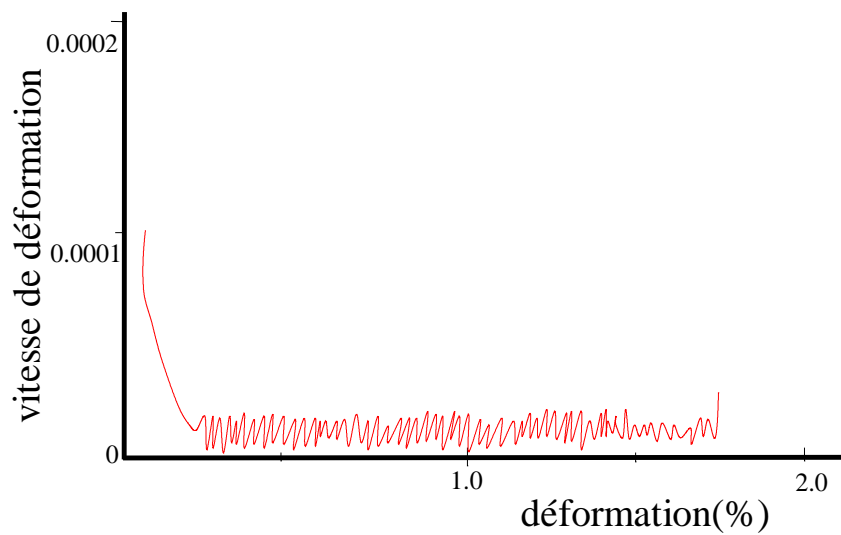


Figure 3.9 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1550°C et à 250 MPa

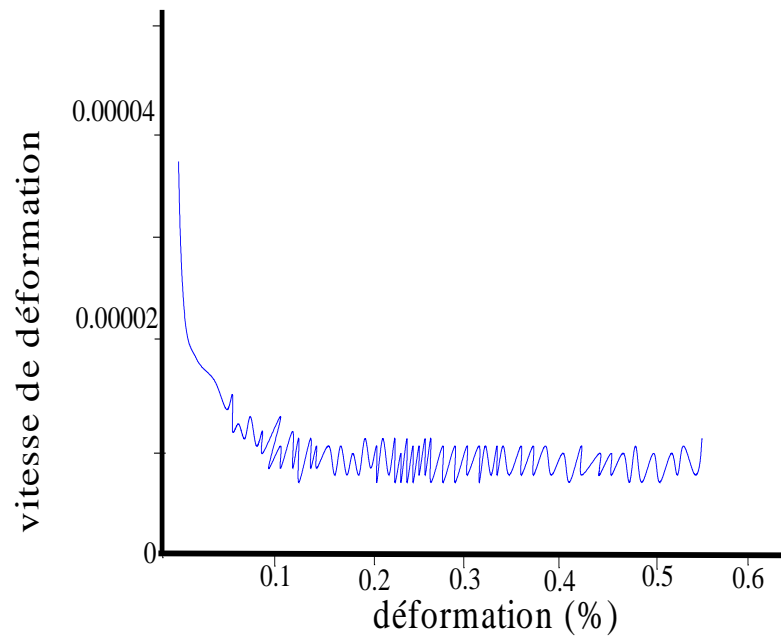


Figure 3.10 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1600°C et à 150 MPa

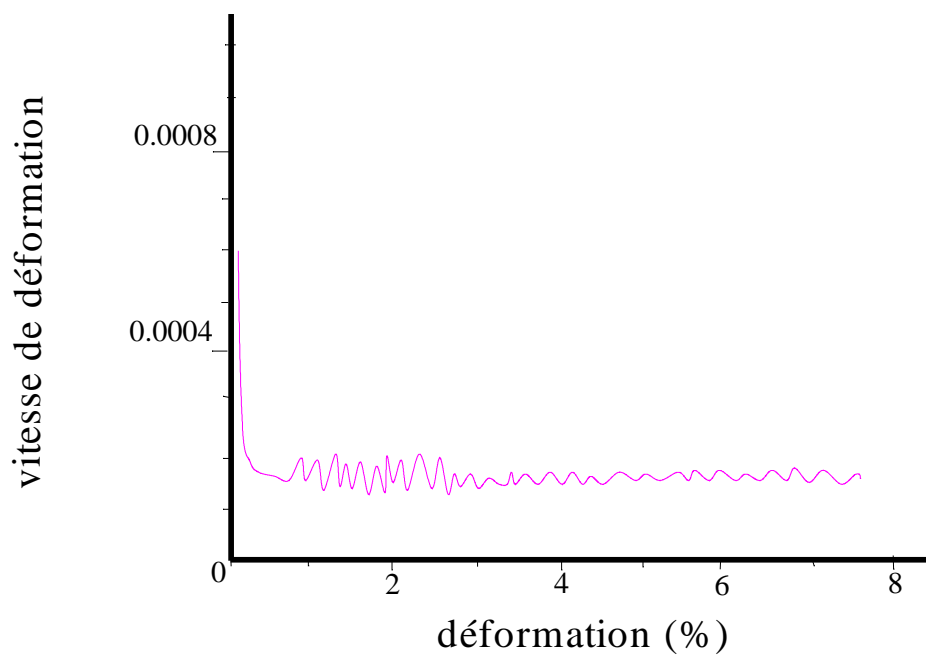


Figure 3.11 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1600°C et à 200 MPa

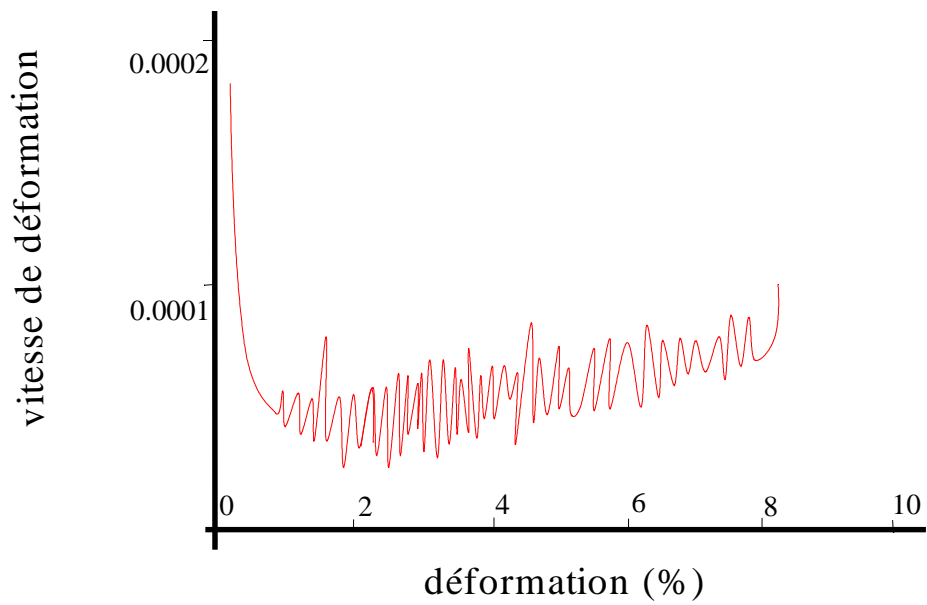


Figure 3.12 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1600°C et à 250 MPa

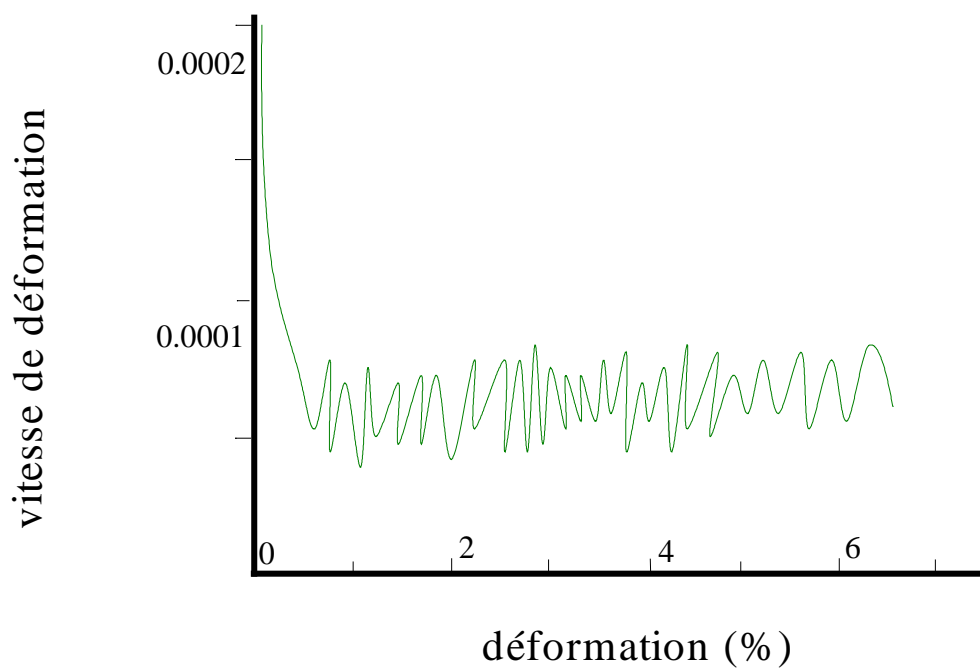


Figure 3.13 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1650°C et à 150 MPa

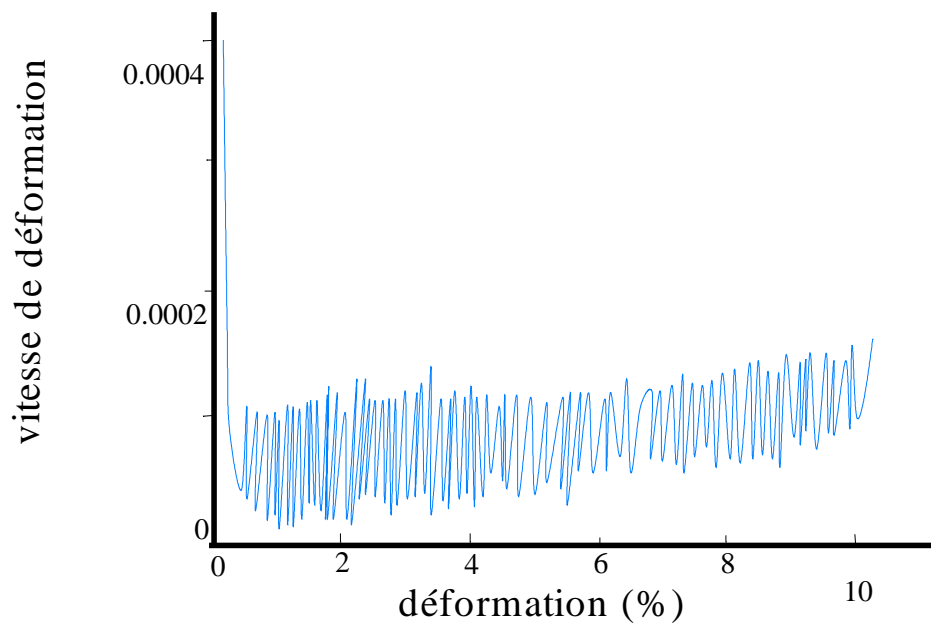


Figure 3.14 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1650°C et à 200 MPa

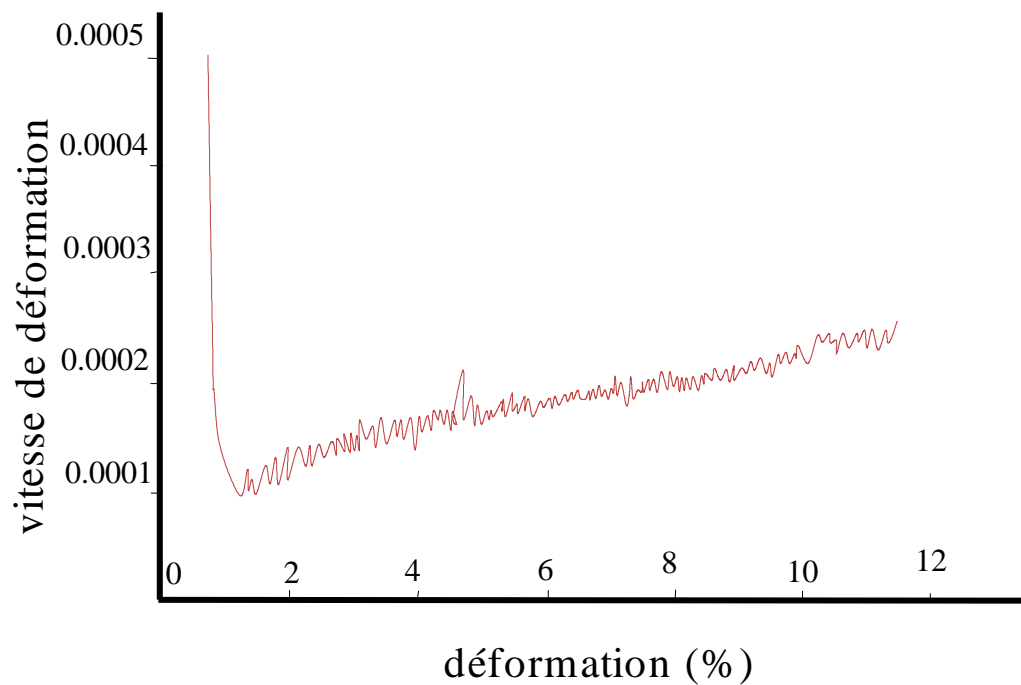


Figure 3.15 : Courbe vitesse de déformation - déformation comprimée en fluage à 1650°C et à 250 MPa

σ (MPa) \ Température (°C)	Température (°C)		
	1550	1600	1650
150	3,5.10 ⁻⁸ (2,7.10 ⁻⁷)	4,5.10 ⁻⁸	9.10 ⁻⁸ (4,9.10 ⁻⁶)
200	5,5.10 ⁻⁸	3.10 ⁻⁷ (2.10 ⁻⁶)	5.10 ⁻⁷ (5.10 ⁻⁶)
250	10 ⁻⁷	6.10 ⁻⁷	1,5.10 ⁻⁶

Tableau III. 1 : valeurs de $\dot{\epsilon}_{ss}$ en s⁻¹, () les valeurs obtenues sur ESK.

A partir des courbes nous avons obtenu la même valeur de n = 5,2 (figure3.16), aux trois températures 1550,1600 et 1650°C, alors que l'énergie d'activation (figure3.17) varie de 120 à 150 kJ /mole. K. Ces valeurs sont notablement différentes de celles obtenues sur ESK : n varie de 1,2 à 1,8 et Q varie de 800 à 825 kJ /mole.K.

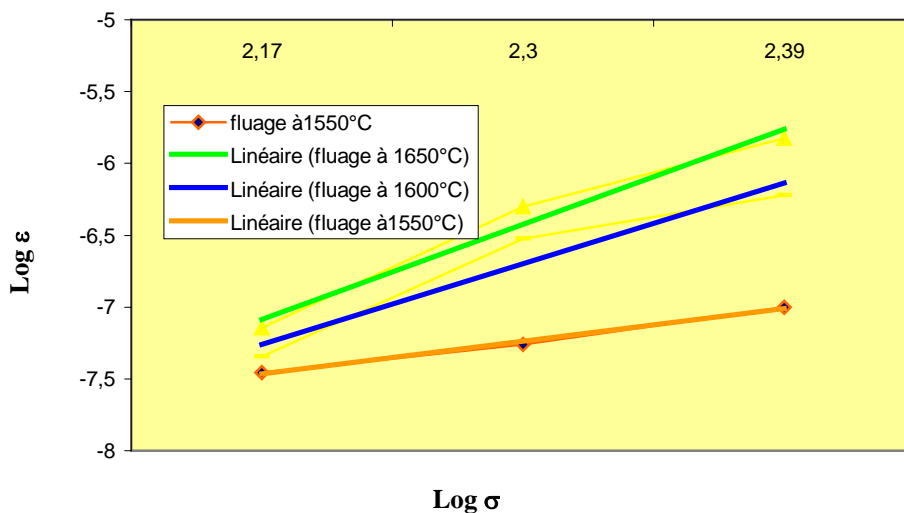


Figure 3.16 : courbes log ε = f(log σ) pour déterminer l'exposant de fluage n.

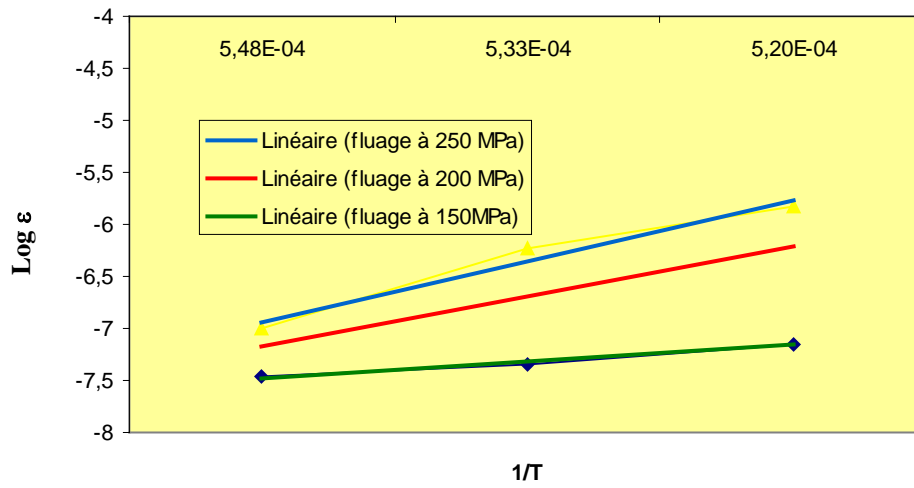


Figure 3.17 : Courbes $\log \dot{\epsilon} = f(1/T)$ pour déterminer l'énergie d'activation Q .

Chapitre IV

Résultats Microscopiques et discussion

(Heureux celui qui a pu pénétrer les causes secrètes des choses)

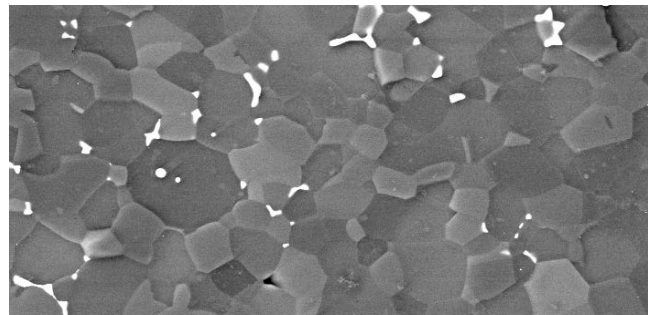
On rappelle que notre travail concerne la caractérisation d'un matériau fourni par la société céramique et composite, que nous avons noté cc-AIN. Les résultats obtenus seront comparés à ceux obtenus par Azzaz et al, (2000) sur un matériau fourni par ESK (Electro Schmelzwerk Kempten, GMBH), noté S-AIN.

4.1 Taille de grains

4.1.1 Echantillons non déformé

Des mesures de tailles de grains ont été réalisées sur trois éprouvettes découpées à différents endroits des disques. Quatre zones d'environ 0.5 cm ont été observées sur chaque échantillon.

Le matériau est assez homogène tout du moins en ce qui concerne la taille et la forme des grains. La taille moyenne initiale des grains, mesurée par la méthode de la longueur interceptée de Heyn est $\bar{L}_i = 4,52 \pm 0,35 \mu\text{m}$. La figure 4.1, réalisée au MEB en électrons secondaires, montre une zone d'un échantillon non déformé. Les grains sont équiaxes et la phase secondaire qui apparaît en blanc est essentiellement localisée aux joints de grains et plus particulièrement aux points triples.



4.1.2 Echantillons déformés en fluage

Si la déformation est fixée à environ dix pour cent (au maximum), les seuls paramètres variables d'un essai à un autre pour des essais de compression, au nombre de trois. Il s'agit de la contrainte (constante au cours de la déformation), de la température et de la durée de l'essai. Pour pouvoir dissocier ces trois effets, des échantillons témoins, mis dans le four sont étudiés dans chaque cas.

Les résultats sont reportés dans le tableau IV-1. Les quatre premières colonnes concernent respectivement la température T , la déformation finale ε , la durée de l'essai t et la contrainte σ . Dans la dernière colonnes on a reporté la moyenne de la taille des grains \bar{L} avec les écarts types dans le cas des échantillons et des témoins correspondants, ainsi que le pourcentage $\frac{\bar{L}-\bar{L}_i}{\bar{L}_i} \times 100$.

➤ *Echantillon témoin :*

Considérons dans un premier temps les témoins. On constate que dans tous les cas, la taille de grains est supérieure après traitement thermique à celle du matériau de base. On peut aussi noter une diminution de l'écart type ce qui indique que les grains du matériau s'homogénéisent en taille. A température fixe, on constate une différence de taille en fonction de la durée de l'essai. Par exemple, pour un échantillon maintenu à 1650°C, la taille change de 5,04 μm à 5,13 μm lorsque l'on augmente d'environ seize heures la durée du traitement thermique (18 h \rightarrow 34 h).

cc-AIN	Taille moyenne de grain (\bar{L}) ($\mu\text{m} \pm$ écart type)
--------	--

T (°C)	ε (%)	t (h)	σ (MPa)	Echantillons déformés en fluage		Témoins	
				\bar{L}	$\frac{\bar{L}-\bar{L}_i}{\bar{L}_i} \times 100$	\bar{L}	$\frac{\bar{L}-\bar{L}_i}{\bar{L}_i} \times 100$
1550	1,9	92	200	4,49 ± 0,32	-0,7	5,11 ± 0,30	13
1550	2,1	43	250	4,44 ± 0,35	-2	5,04 ± 0,31	12
1600	6,9	75	250	4,48 ± 0,28	-1	5,12 ± 0,29	13
1650	5,7	28	150	4,50 ± 0,31	-0,5	5,10 ± 0,27	12
1650	9,4	34	200	4,51 ± 0,34	-0,2	5,13 ± 0,26	13,5
1650	10,74	18	250	4,50 ± 0,38	-0,5	5,04 ± 0,29	11,5
cc-AlN avant déformation				4,52 ± 0,35			

Pour étudier précisément l'influence sur la taille de grains du paramètre T (température), il aurait fallu comparer des essais réalisés dans un laps de temps identique.

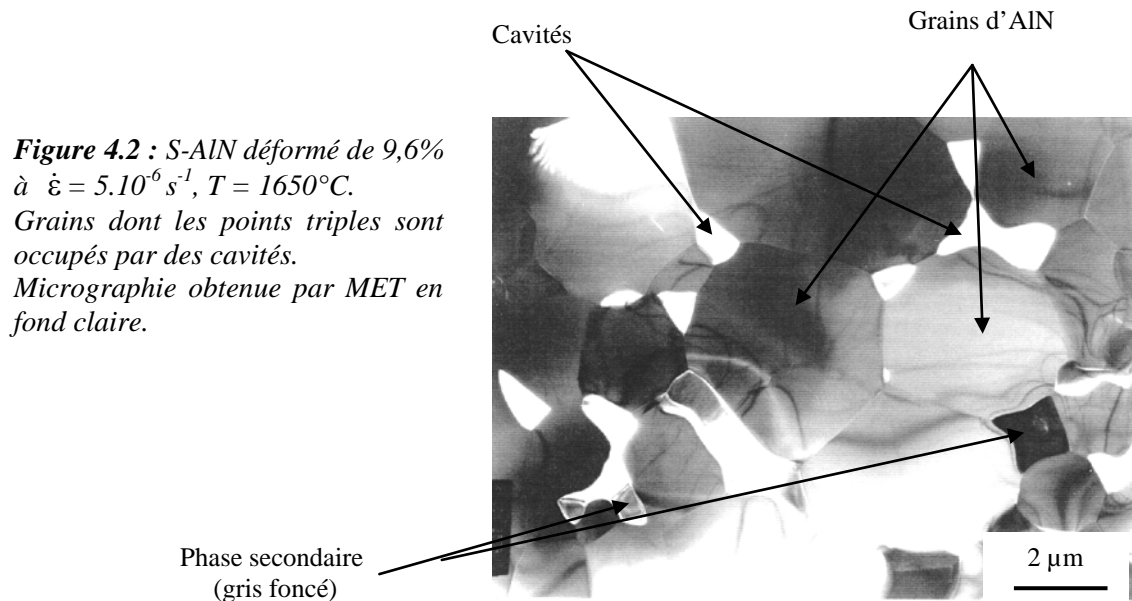
Ainsi on peut conclure que l'augmentation de la température et de la durée du traitement thermique s'accompagne d'une croissance de la taille des grains. L'influence relative de ces deux effets n'a pas pu être déterminée.

➤ **Echantillons comprimés :**

Considérons à présent les échantillons déformés. Contrairement aux témoins, dans tous les cas la taille moyenne des grains \bar{L} est inférieure à celle du matériau non déformé \bar{L}_i . L'effet thermique est par conséquent largement inférieur à l'effet lié à la contrainte de compression qui diminue \bar{L} . On note toutefois que la température influence encore la taille moyenne de grains puisque bien que \bar{L} soit toujours inférieure à \bar{L}_i , à σ constant, \bar{L} augmente avec la température indépendamment de t même si la différence des durées est considérable comme c'est le cas par exemple sous une contrainte de 200 MPa. Pour une température de 1650°C et une durée de 34h $\bar{L} = 4,51 \pm 0,34 \mu\text{m}$ alors qu'à 1550°C pour t = 92h $\bar{L} = 4,49 \pm 0,32 \mu\text{m}$.

4.2 Résultat de cavitation

Dans le S-AlN (AlN ESK), déformé dans les mêmes conditions que le cc-AlN, c'est à dire 10% de déformation ; la cavitation a atteint son dernier stade de la coalescence. La figure 4.2 caractérise une configuration typique observée. Elle représente une vue d'ensemble de plusieurs grains, montre une coalescence complète le long des joints entiers et même parfois le long de plusieurs joints consécutifs. Cette décohésion constitue des fissures présageant une rupture rapide du matériau.



Aucun phénomène de ce type n'a été observé dans le cc-AlN déformé jusqu'à 10% ce qui explique les très faibles vitesses de déformation rencontrées et par conséquent on peut conclure que la déformation inter granulaire est quasiment absente.

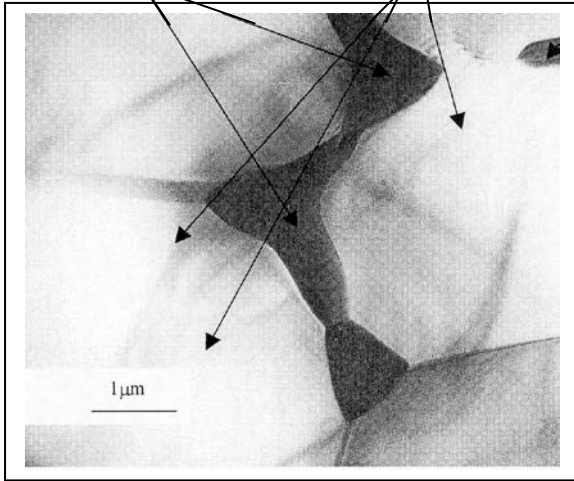
4.3 Phase secondaire

Pour connaître la nature de ces phases, nous avons réalisé une analyse à l'aide de l'EDAX. Bien que l'EDAX soit un outil d'analyse assez grossier notamment pour les éléments légers du tableau périodique, il est très fiable pour les éléments plus lourds. Comme nous avons pu le constater sur la micrographie 4.3a, le grain du milieu est entouré de larges zones de phase secondaire. L'analyse réalisée à différents endroits autour du grain conduit au spectre de la figure 4.3b. Contrairement à la matrice, on note la présence d'yttrium et d'oxygène. En fait des analyses plus fines de cette phase, notamment par diffraction des rayons X, nous savons que les phases secondaires de AlN fritté sont de deux types :

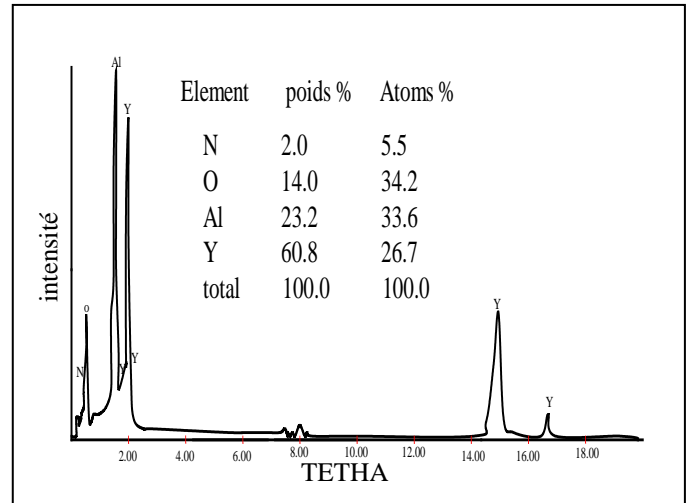
$AlYO_3$ et $3Y_2O_3,5Al_2O_3$ ($= Y_3Al_5O_{12} = YAG$) (voir le diagramme d'équilibre de la figure 4.4), tous deux de structure cubique P23.

Phase secondaire
(gris foncé)

Grains d'AlN



(a)



(b)

Figure 4.3 : (a) Mise en évidence par MET de la phase secondaire (b) spectre d'analyse de la phase secondaire

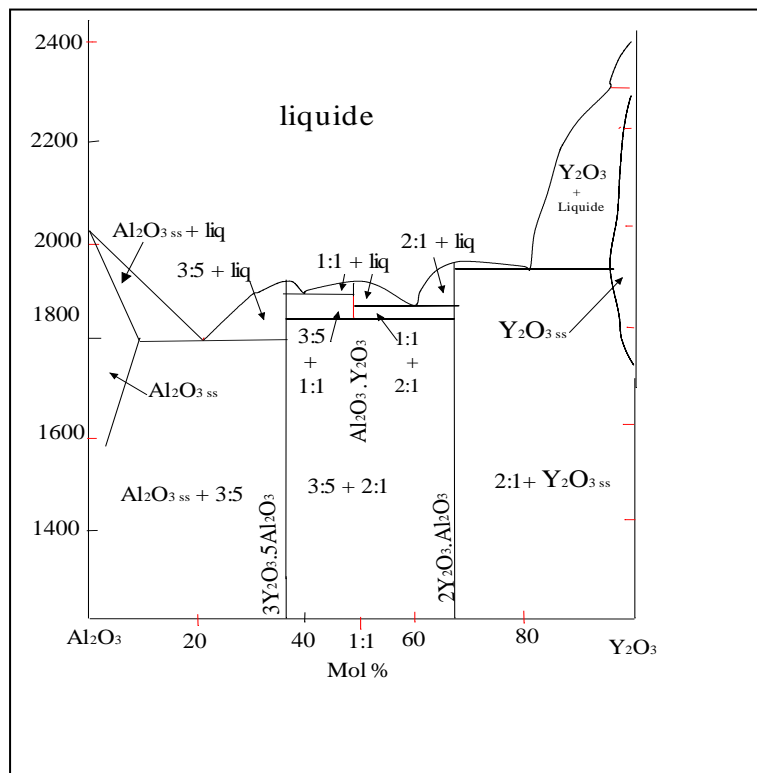


Figure 4.4 : diagramme d'équilibre pseudo-binaire $Y_2O_3-Al_2O_3$ d'après [Noguchi 1967]

5.1 Matériau non déformé

environ neuf grain sur dix du matériau non déformé ne contiennent aucune dislocation. La micrographie 5.2 montre quelques grains (dont certains en condition de diffraction), où quelques dislocations sont visibles. Les zones noires situées généralement aux points triples sont composées de phase secondaire qui résultent de l'ajout de frittage.

Lorsque les grains présentent des dislocations, ces dernières, en faible densité, 10^6 à 10^7 cm^{-2} , sont soit réparties uniformément soit piégées par un IDB plan (qu'on étudiera ultérieurement)

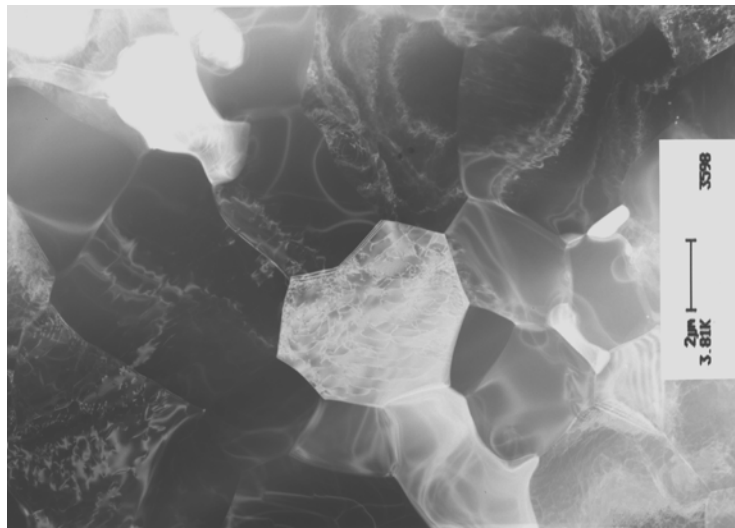


Figure 5.2 : vue générale d'un matériau non déformé au MET

Les dislocations souvent mixtes, possèdent un vecteur de Burgers toujours de type \vec{a} .

Nous avons aussi observé des échantillons témoins qui ont subi un recuit allant de 3 h à 78 h pour des températures de 1550, 1600 ou 1650°C. Les grains présentent les mêmes microstructures que l'échantillon non déformé.

5.2 Matériau déformé

Parmi les matériaux déformés, nous avons ciblé notre étude sur celui le plus déformé sous la contrainte la plus élevée ($T = 1650^\circ\text{C}$, $\sigma = 250\text{MPa}$ et $\varepsilon = 9,6\%$). Dans ces conditions 90% des grains environ contiennent une densité de dislocations homogène et importante, de l'ordre de 10^9 cm^{-2} . Dans les autres grains, les dislocations sont concentrées dans une partie du grain seulement. Les expériences d'extinctions ont montré que toutes les dislocations possèdent un vecteur de Burgers du type $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Plus précisément, aucun vecteur de Burgers avec une composante suivant \vec{c} n'a été observé.

La figure 5.3 montre une vue d'ensemble de quatre grains adjacents représentatifs de la forme et de la taille des microstructures observées. On note la présence d'une particule d'ajout de frittage (P) et l'absence de toute contraste.

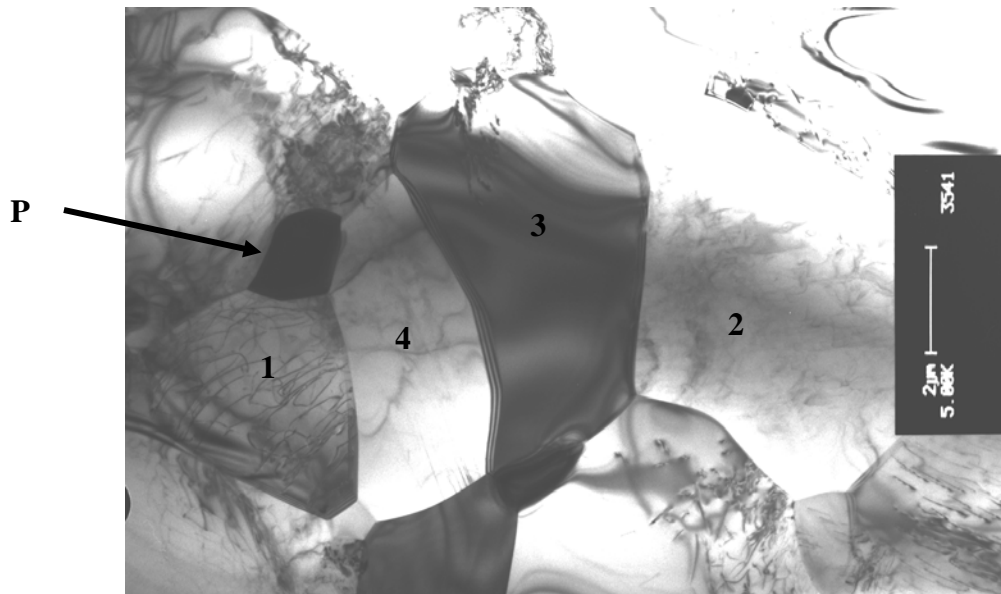


Figure 5.3 : Vue d'ensemble de cc-AlN déformé à 1650°C sous 250MPa

Le grain 1 (de la figure 5.3) contient une densité de dislocations assez homogène (figure 5.4). Le plan (0001) est le plan de la figure. Cette micrographie a été obtenue en multiondes, le faisceau d'électrons étant rigoureusement parallèle à [0001]. Cette condition d'observation n'est habituellement pas utilisée car la finesse des images des dislocations est moyenne et parce qu'elle ne permet aucune caractérisation de vecteur de Burgers. Dans le cas de l'AlN, cette orientation particulière donne des images de dislocations plus fines qu'une image conventionnelle en deux ondes et permet de les voir toutes sur la même micrographie, aucune n'étant éteinte.

L'utilisation successive des trois vecteurs diffraction de type $10\bar{1}0$ permet d'identifier les trois vecteurs de Burgers $\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Sur la figure 5.5, sont en contraste les dislocations de vecteur de Burgers $b_1 = [\bar{1}2\bar{1}0]$ et $b_3 = [2\bar{1}\bar{1}0]$ alors que $b_2 = [11\bar{2}0]$ et b_3 sont visible sur la figure 5.6. Enfin sur la figure 5.7 les dislocations b_1 et b_2 sont visibles.

Les dislocation b_1 sont majoritaires, elles représentent 60% de la densité totale. La plupart ont un caractère vis assez marqué. Les dislocations b_2 et b_3 représentent respectivement 25%

et 15% des longueurs mesurées et n'ont pas d'orientation précise. De nombreuses dislocations, notamment b_1 , peuvent être des dislocations mobiles contribuant au glissement. Les autres, surtout b_2 et b_3 sont impliquées dans des nœuds triples du type :

$$\vec{b}_1 = \vec{b}_2 + \vec{b}_3$$

Cette configuration, majoritaire de grandes dislocations d'un vecteur de Burgers basal accompagnées de dislocations de l'un ou des deux autres vecteurs basaux constitue le cas le plus fréquemment rencontré.

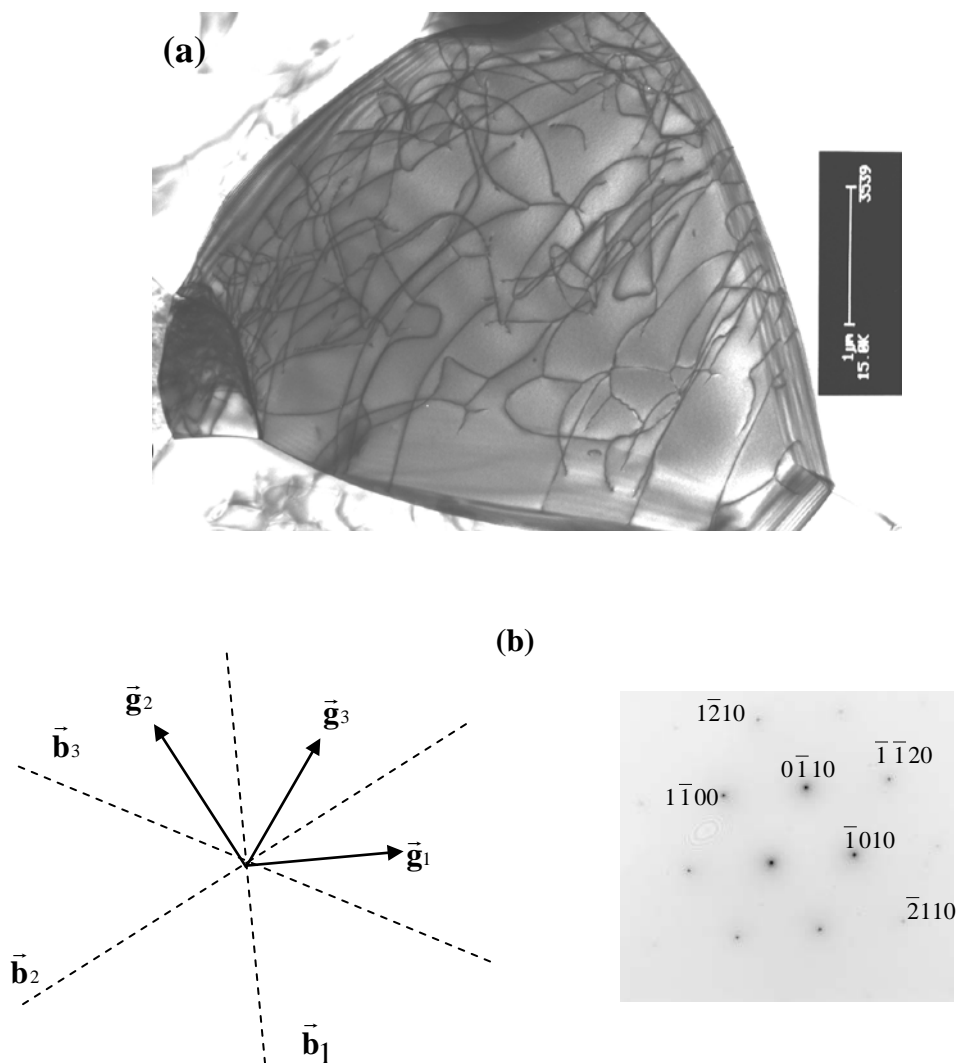


Figure 5.4 : (a) Répartition homogène de dislocations dans un grain déformé. Image en MET obtenue en multiondes avec 0001
(b) cliché de diffraction du grain en position multiondes

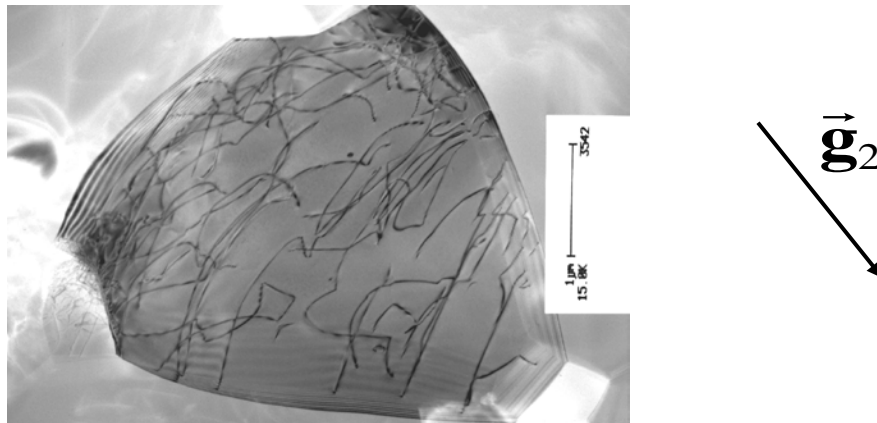


Figure 5.5 : image en weak beam (g,2g) du grain 1
Les dislocations b_2 sont hors contraste

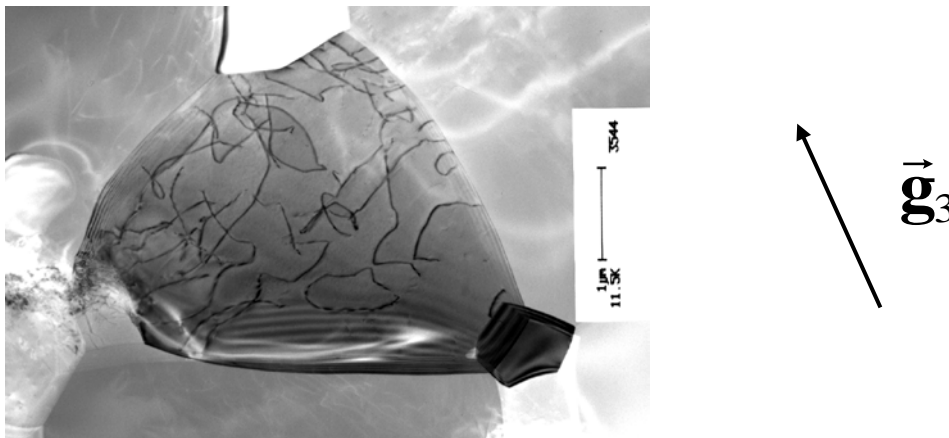


Figure 5.6 : image en weak beam (g,2g) du grain 1
Les dislocations b_3 sont hors contraste

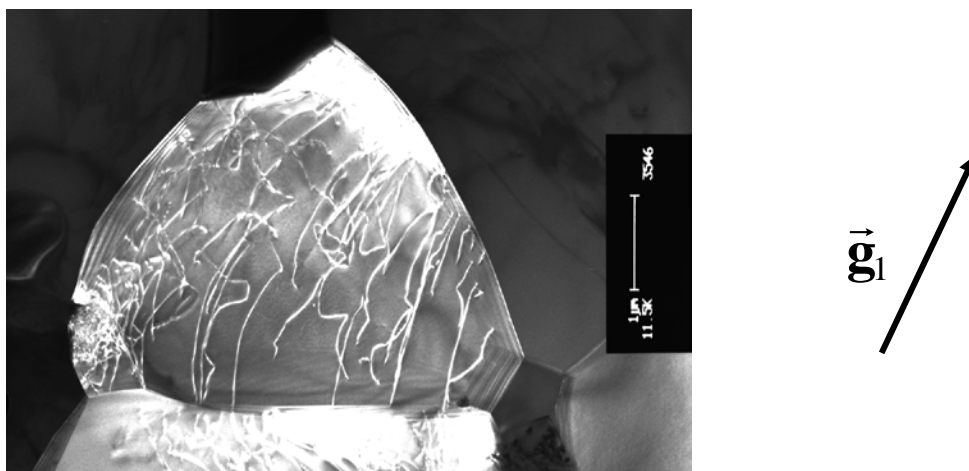


Figure 5.7 : image en weak beam (g,2g) du grain 1
Les dislocations b_1 sont hors contraste

Le grain de la figure 5.8 ne contient que des dislocations d'un seul vecteur de Burgers $[1\bar{1}\bar{2}0]$, toutes les dislocations sont hors contraste avec un réflecteur \bar{g} de type $\{1\bar{2}10\}$ (figure 5.9). Le plan de base est le plan de la figure et on remarque deux exceptions importantes à la tendance vis des dislocations :

Deux configurations en spirale (S). La ligne s'incurve et repasse sur elle-même ; elle ne peut être contenu dans ce plan de base. Ces configurations résultent de la montée, processus classique pour les dislocations vis (Hirth et Lothe, 1982).

On remarque sur la droite de la micrographie des images des grandes dislocations qui s'incurvent à 90° et des images courtes, très inclinées par rapport au plan (0001). Ceci ne peut être attribué à du glissement dévié dans le plan $(1\bar{1}00)$ en zone avec $[1\bar{1}\bar{2}0]$ car l'image des dislocations serait parallèle à \bar{b} . Du glissement dévié dans un plan $(1\bar{1}0n)$ est également possible mais les dislocations devraient alors se mettre en position coin. La montée est plus plausible. Elle correspondait au fait que c'est au voisinage des joints de grains que les processus de montée sont les plus actifs. Des lacunes pouvaient être générées aux joints par fluage Nabarro-Hinnong. Certaines pouvaient être piégées par les dislocations lors de leur traversée du grain et ainsi contribuer au processus de montée.

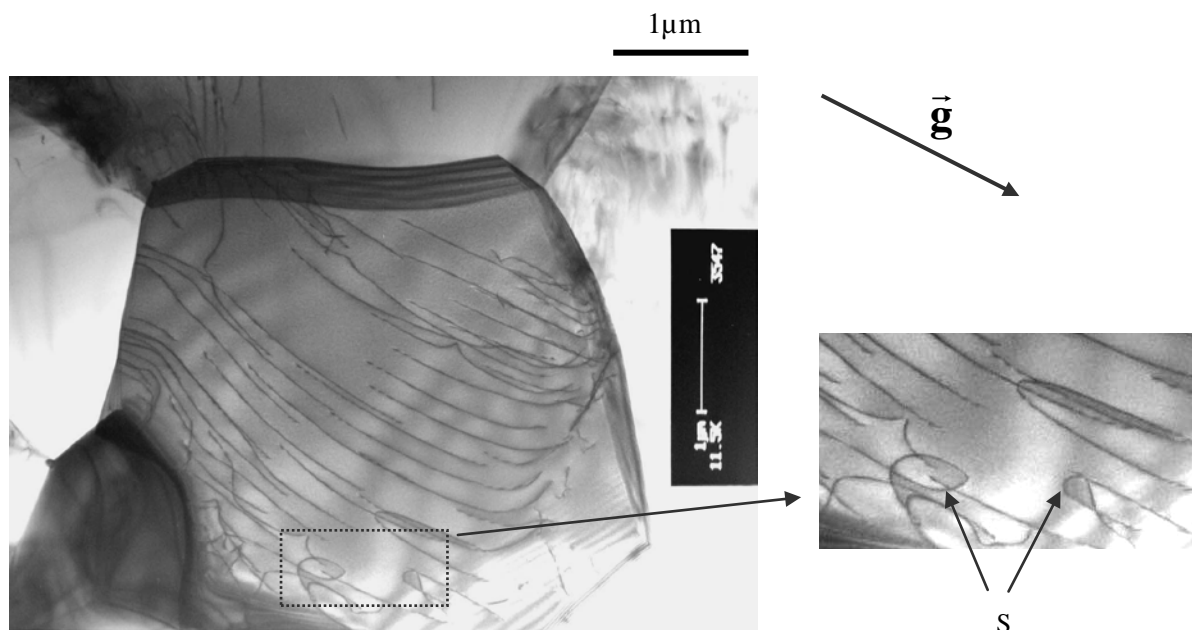


Figure 5.8 : Grain contenant une seule famille de dislocations.
Image obtenue en multiondes



Figure 5.9 : Même grain que la figure 5.8, image obtenue en fond clair avec $g = 1\bar{1}00$, les dislocations sont hors contraste

La figure 5.10 montre une configuration avec le plan de base vertical, le faisceau d'électrons étant parallèle à $[2\bar{1}\bar{1}0]$. On observe un IDP (inversion domain boundary) courbe reconnaissable à ses franges d'égale épaisseur. Les IDB sont des défauts à deux dimensions pouvant être de deux types différents ; plan et situé dans plan (0001) ou courbe sans plan d'habitat préférentiel. Leur existence est attribuée à la présence d'oxygène dans l'AlN.

En effet, il en a été observé pratiquement un dans chaque grain dans l'AlN ESK ou S-AlN (Azzaz et al, 2000), aussi bien avant qu'après déformation. Or une recherche systématique des IDB dans le cas présent, sur 200 grains, n'a montré que 4 IDB courbes et aucun IDB plan. Ce résultat confirme le rôle de l'oxygène dans la formation des IDB et aussi l'idée que les IDB plans résultent de l'interaction d'IDB courbe avec des dislocations de glissement en présence d'oxygène. Aucune évidence de réactivité entre IDB et dislocation n'a été observée. Une autre différence est l'absence d'influence apparente de l'IDB sur l'homogénéité de la densité de dislocations. Celle-ci est la même de part et d'autre du défaut. Néanmoins aucune évidence de traversée de l'IDB par une dislocation n'a pu être observée de façon sûre.

Certains segments de dislocations sont dans le plan de base mais une majorité est en dehors. On peut invoquer l'influence de la montée au voisinage des joints mais elle est insuffisante pour expliquer certaines configurations. Celles-ci peuvent être expliquées par du glissement dévié dans les plans prismatiques, les deux plans $(10\bar{1}0)$ et $(1\bar{1}00)$ sont inclinés de 30° par rapport au plan de la lame, les images des dislocations qu'ils contiennent apparaissent

courbes. Les images des dislocations de vecteur de Burgers $[2\bar{1}\bar{1}0]$, situées dans (0001) et $(01\bar{1}0)$ devraient être constituées de segment rectilignes et perpendiculaires. En fait elles ne peuvent être observées avec aucun vecteur diffraction de cette coupe.

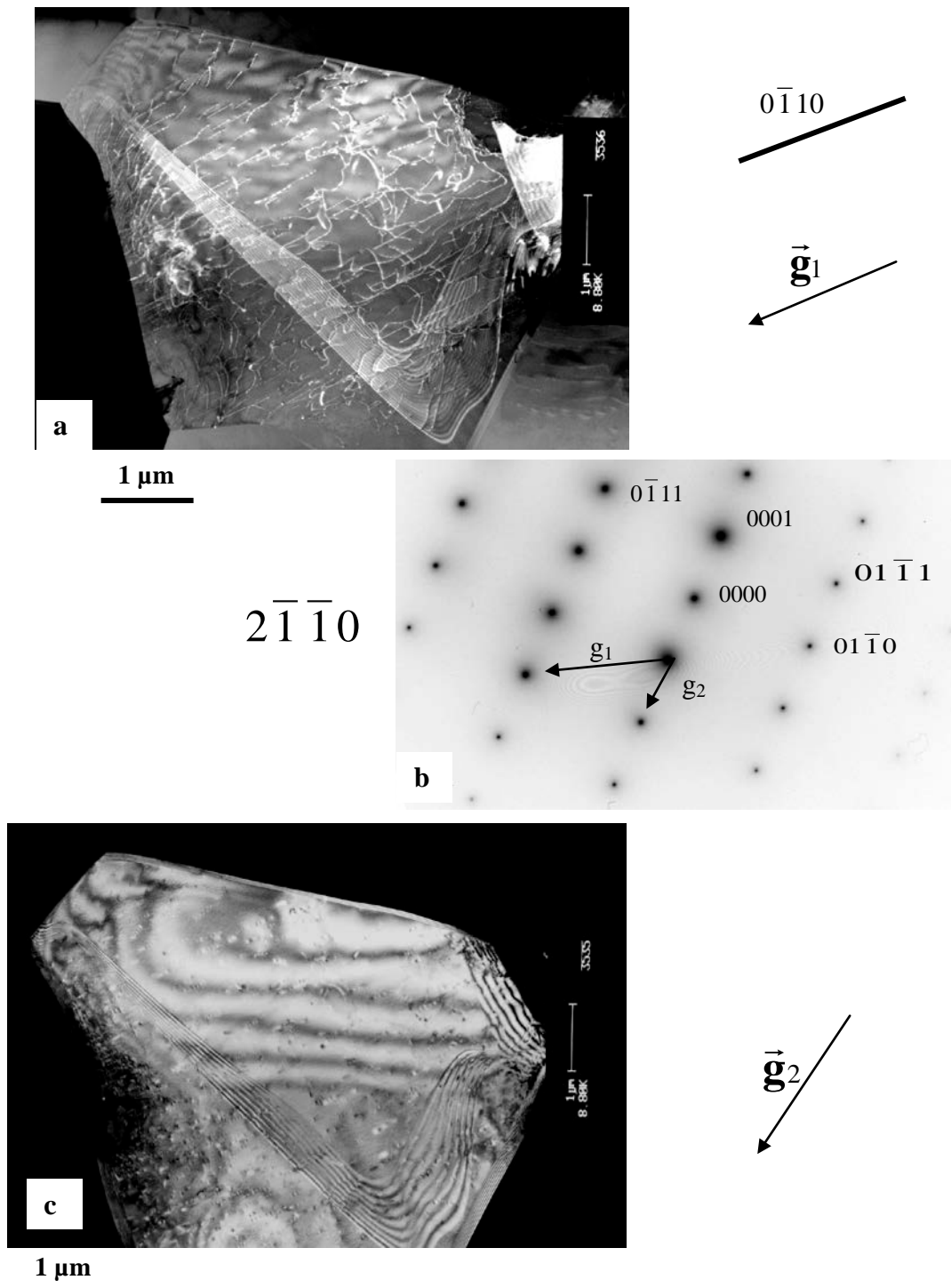


Figure 5.10 : (a) Grain contenant des dislocations et un IDB courbe. Image obtenue en WB ($g, 2g$) avec g_1
 (b) Cliché de diffraction du grain, coupe $2\bar{1}\bar{1}0$
 (c) Image obtenue en WB ($g, 2g$) avec g_2 toutes les dislocations sont hors contraste

Des paires stéréographiques prises sur une coupe (0001) d'autre grain montrent que les segments qui ne sont pas dans un plan perpendiculaire $\{10\bar{1}0\}$ mais dans un plan incliné $\{10\bar{1}n\}$ qui pourrait être $\{10\bar{1}1\}$ par analogie avec les métaux hexagonaux. Les différentes expériences en faisceau faible n'ont montré aucune dissociation à la différence de ce qui avait été observé sur le matériau ESK.

Conclusion

L'étude présente avait pour but de déterminer le comportement thermomécaniques en compression d'une céramique à base de nitrure d'aluminium fournie par la société composite et céramique que nous avons noté cc-AlN. Nous avons comparé les résultats obtenus à ceux obtenus par Azzaz *et al* (2000) sur de l'AlN fourni par ESK que nous avons noté S-AlN. Ces deux matériaux sont obtenus par pressage à chaud en présence de Y_2O_3 . la seule différence entre ces matériau est que cc-AlN contient moins d'oxygène que S-AlN ; 0.7% pour cc-AlN et 1,7 % pour S-AlN.

Dans ce contexte, des essais de compression ont été menés en fluage sous contraintes imposées variant de 150 à 250 MPa. Le domaine de températures étudiées est compris entre 1550 1650°C.

Nous avons caractérisé les microstructures avant et après déformation, par microscopies électroniques à balayage et à transmission afin de fournir des paramètres quantitatifs sur l'aptitude des matériaux à répondre aux sollicitations en service.

Les matériaux frittés et pressés à chaud avaient, initialement, des structures semblables, constituées de grains équiaxes de taille 4 à 5 μm environ, contenant une faible densité de dislocations.

Les courbes de déformation montrent un régime transitoire très court suivi d'un régime quasi stationnaire, pouvant atteindre 5% dans le cas de S-AlN et 9% dans le cas de cc-AlN, sans rupture. Dans ce deuxième domaine, nous avons noté une nette différence entre les matériaux, la vitesse $\dot{\epsilon}$ est dix fois plus faible dans le cas de cc-AlN que S-AlN ; $9 \cdot 10^{-8}$ à $5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ et de $6 \cdot 10^{-7}$ à $4 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ respectivement et selon les conditions d'essai, peut être mise sous la forme :

$$\dot{\varepsilon} = K \sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$$

avec $n = 1.5$ et Q valant 650 KJ/mol pour S-AlN

$n = 5.2$ et Q valant 125 KJ/mol pour cc-AlN

A L'échelle microscopique, les effets de la déformation sont visibles aux joints de grains et à l'intérieur des grains dans le cas de S-AlN. On observe des cavités intergranulaires de forme ellipsoïdale en grand nombre. Elles croissent, à densité sensiblement constante, avec ε pour atteindre une taille de l'ordre du micron. La fraction volumique occupée par les cavités est sensiblement égale à la déformation finale. Les joints de grains affectés par la cavitation sont orientés de façon isotrope par rapport à l'axe de compression. La densité des dislocations augmente avec la déformation. Il s'agit de défauts de vecteurs de Burgers $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Dans ce cas les deux mécanismes de déformation, intergranulaire et intragranulaire coexistent.

Dans le cas de cc-AlN la cavitation est inexistante, malgré qu'on a atteint des taux de déformation de l'ordre de 10%. Donc on a affaire à un seul mécanisme de déformation qui est intragranulaire, ce qui explique les faibles vitesses de déformation observées dans le cas de cc-AlN

Les IDB (inversion domain boundary) ont été observé dans les matériaux, avant et après déformation. Aucune corrélation entre leur densité et la déformation n'a pu être mise en évidence. Par contre on note une faible densité d'IDB dans la cas de cc-AlN, qu'on peut l'attribuer à la faible teneur d'oxygène.

glossaire

A

<i>abrasion</i>	<i>p:38</i>
<i>activation</i>	<i>p:12,48,53,54</i>
<i>additifs</i>	<i>p:06,26</i>
<i>adjacents</i>	<i>p:25</i>
<i>affinités</i>	<i>p:07</i>
<i>agrandissement</i>	<i>p:35,36</i>
<i>aiguilles</i>	<i>p:04</i>
<i>ajouts</i>	<i>p:06,10,23</i>
<i>Al₂O₃</i>	<i>p:28,01</i>
<i>AlCl₃</i>	<i>p:06</i>
<i>aléatoire</i>	<i>p:08</i>
<i>AlN</i>	<i>p:04,01</i>
<i>alumine</i>	<i>p:04,05,06,01</i>
<i>aluminium</i>	<i>p:04,05,06,07,08,24,25,28,33,01,02</i>
<i>AlYO₃</i>	<i>p:25</i>
<i>ambiante</i>	<i>p:10</i>
<i>amincissement</i>	<i>p:38,39</i>
<i>ammoniac</i>	<i>p:06</i>

<i>analyse</i>	<i>p:27,42</i>
<i>angle</i>	<i>p:07</i>
<i>anionique</i>	<i>p:07,18</i>
<i>anions</i>	<i>p:18</i>
<i>antagonistes</i>	<i>p:31</i>
<i>apparente</i>	<i>p:48,32</i>
<i>application</i>	<i>p:30</i>
<i>Argon</i>	<i>p:28</i>
<i>arrachement</i>	<i>p:39</i>
<i>arrangement</i>	<i>p:07</i>
<i>aspérités</i>	<i>p:12</i>
<i>asymétrie</i>	<i>p:21</i>
<i>atmosphère</i>	<i>p:04</i>
<i>atome</i>	<i>p:07;08,14,16</i>
<i>axes</i>	<i>p:07,26</i>
<i>azote</i>	<i>p:04,05,07,08,24,41</i>

B

<i>Bakélite</i>	<i>p:38</i>
<i>balance</i>	<i>p:33</i>
<i>hydrostatique</i>	
<i>balayé</i>	<i>p:23</i>
<i>Bande interdite</i>	<i>p:09,24</i>
<i>basal</i>	<i>p:13,15,18,22</i>
<i>base</i>	<i>p:15,17,22,01</i>

<i>BeO</i>	<i>p:01</i>	<i>comprimés</i>	<i>p:27,28</i>
<i>béryllium</i>	<i>p:05,42,01</i>	<i>concentrations</i>	<i>p:24,25</i>
<i>binaire</i>	<i>p:04</i>	<i>concentriques</i>	<i>p:29</i>
<i>biplace</i>	<i>p:39</i>	<i>conductibilité</i>	<i>p:06, 09,24,25,01,02</i>
<i>bi-pyramide</i>	<i>p:13</i>	<i>configurations</i>	<i>p:22,18,19,23</i>
<i>bombardement ionique</i>	<i>p:39</i>	<i>confinement</i>	<i>p:18</i>
<i>boucle</i>	<i>p:19</i>	<i>confinés</i>	<i>p:17,26</i>
<i>briques</i>	<i>p:09,11</i>	<i>congruente</i>	<i>p:09</i>
<i>broyage</i>	<i>p:23</i>	<i>consolidation</i>	<i>p:05</i>
<i>Burgers</i>	<i>p:13,14,15,17,22,25</i>	<i>consolidation constante</i>	<i>p:31</i> <i>p:01,12,17,18,20,28,30,31,32,40</i>
C		<i>Constante diélectrique</i>	<i>p:09</i>
<i>calcul</i>	<i>p:24</i>	<i>constantes élastiques</i>	<i>p:10</i>
<i>capteur</i>	<i>p:29</i>	<i>contaminées</i>	<i>p:06,42</i>
<i>caractère</i>	<i>p:17,18</i>	<i>contrainte</i>	<i>p:12,18,26,28,30,31,32,33</i>
<i>caractérisation</i>	<i>p:30</i>	<i>contraste</i>	<i>p:21,22</i>
<i>caractéristiques</i>	<i>p:06,11,19,26,42</i>	<i>conventions</i>	<i>p:16</i>
<i>carbone</i>	<i>p:01,04,05,28,29</i>	<i>convergent</i>	<i>p:21</i>
<i>carboréduction</i>	<i>p:05</i>	<i>coordonnées</i>	<i>p:07,08</i>
<i>carbure de silicium</i>	<i>p:01,29</i>	<i>corps</i>	<i>p:07</i>
<i>cationique</i>	<i>p:06</i>	<i>couches</i>	<i>p:04,05,18,42</i>
<i>cations</i>	<i>p:18</i>	<i>couples</i>	<i>p:24</i>
<i>cavitation</i>	<i>p:12,26,33</i>	<i>courbes</i>	<i>p:11,20</i>
<i>CBED</i>	<i>p:21</i>	<i>covalents</i>	<i>p:04</i>
<i>cellule</i>	<i>p:28,29</i>	<i>creuset</i>	<i>p:01</i>
<i>centre</i>	<i>p:18</i>	<i>crystalline</i>	<i>p:18</i>
<i>centrées</i>	<i>07</i>	<i>cristallographie</i>	<i>p:07</i>
<i>centro-symétriques</i>	<i>p:18</i>	<i>cristallographiques</i>	<i>p:25</i>
<i>céramiques</i>	<i>p:04,06,11,26,27,30,01,02,03</i>	<i>cristaux</i>	<i>p:04</i>
<i>CFC</i>	<i>p:07,13</i>	<i>cristaux</i>	<i>p:14,18</i>
<i>chaleur</i>	<i>p:05, 09</i>	<i>cristaux</i>	<i>p:04</i>
<i>charge</i>	<i>p:29,30</i>	<i>critique</i>	<i>p:23</i>
<i>charnière</i>	<i>p:25</i>	<i>croisant</i>	<i>p:25</i>
<i>chaud</i>	<i>p:06,11,27</i>	<i>croissance</i>	<i>p:01,22,23</i>
<i>chercheurs</i>	<i>p:25</i>	<i>cubique</i>	<i>p:07, 09</i>
<i>chimique</i>	<i>p:05,27,28,29,01</i>	<i>cuvette</i>	<i>p:38</i>
<i>chocs</i>	<i>p:09,01</i>	<i>CVD</i>	<i>p:05,06</i>
<i>circuits</i>	<i>p:05,01,01</i>	D	
<i>cire</i>	<i>p:38</i>	<i>décalée</i>	<i>p:18</i>
<i>cisaillement</i>	<i>p:15,26</i>	<i>décompose</i>	<i>p:04</i>
<i>coefficient</i>	<i>p:09,10,01</i>	<i>Décomposition</i>	<i>p:09</i>
<i>coin</i>	<i>p:18</i>	<i>déduites</i>	<i>p:11</i>
<i>combinaisons</i>	<i>p:14,16,25</i>	<i>défauts</i>	<i>p:02,13,17,18,19,22,23,24,25,39</i>
<i>commercialisées</i>	<i>p:05</i>	<i>déformation</i>	<i>p:01,02,12,17,18,22,44,48,28,29,30,31,32,33</i>
<i>commutation</i>	<i>p:01</i>	<i>déformés</i>	<i>p:08</i>
<i>compact</i>	<i>p:07,09,13,14,15,16</i>	<i>dense</i>	<i>p:06,07,09,11</i>
<i>compactées</i>	<i>p:15</i>	<i>densification</i>	<i>p:05,06</i>
<i>compilations</i>	<i>p:10,11</i>	<i>densifier</i>	<i>p:06</i>
<i>complexes</i>	<i>p:24,25</i>	<i>densité</i>	<i>p:06,09,26,33</i>
<i>comportement</i>	<i>p:12</i>		
<i>composé</i>	<i>p:04,06</i>		
<i>composants</i>	<i>p:01</i>		
<i>composite</i>	<i>p:28</i>		
<i>Compositionels</i>	<i>p:24</i>		
<i>compression</i>	<i>p:11,12,17,18,29,37</i>		

déplacement	p:12, 14,16,17,31	étendue	p:17
déplacement	p:14,16	eutectique	p:06
dépôt	p:05	exempt	p:26
détecteur	p:42	Expansion	10
développent	p:06	thermique	
diagramme	p:06	expériences	p:24
diamètre	p:12,38	exposant de	p:12,48,31,32,33
diélectrique	p:09,01	contrainte	
différence	p:07,08	exposant de taille	p:12,48,31
diffraction	p:21,27	de grain	
diffusion	p:06,12,40	extensométrie	p:29
dimensions	p:18,23,27,35,38	extinctions	p:25,21,22,39,40
diminution	p:14	extrinsèque	p:16
directe	p:05,06		
directions	p:08,11,15,21	F	
dislocation	p:02,13,14,15,16,17, 18,22,23,25,26,31	faces	p:07
displacive	p:23	facteur d'ionocité	p:07
dispositif	p:29	facteur de structure	p:41
dispersion	p:41	faible	p:05,06,24
disques	p:21	faisceaux	p:21,12
disque diamantée	p:29	fautes	p:14,16,17,24,40
dissiper	p:02,05	d'empilement	
dissociation	p:14,17,22	films	p:04,05
dissolution-	p:12	fine	p:05
reprécipitation		flambage	p:28
distribution	p:05	flexion	p:11
domaine	p:18,23	fluage	p:02,11,12,18,44,53, 27,29,30,31,32
dôme	p:20	flux	p:05
donneur-accepteur	p:24	fond	p:21
durée	p:23	fondamentales	p:05
dureté	p:02,11,18	fondues	p:05
E		force motrice	p:23
écrans	p:28	formation	p:18,22,24
élargissent	p:23	forme	p:04,06,10
élastiques	p:10,29	fortement	p:04
électrique	p:01,10,19,38	four	p:28
électroniques	p:01,07,37	fraîches	p:17
électrostatique	p:08,24	franges	p:21
élément	p:08	Frank	p:13
empilements	p:07,13,14,15,16,17, 24,40	Frank- Schockley	p:14,17
énergie	p:14,17,18,25	Fridel	p:21
énergie	p:12,48,53,31,32,33, 41	frittage	p:05,06,10,17,18,22, 48
d'activation		frontières	p:18,22
entassement	p:18	frottements	p:28
entrecroisent	p:17	Fusion	p:08,30
épaisseur	p:21,38	G	
épitaxie	p:05	gaz parfaits	p:12,48,31
éprouvette	p:28,29,36,37,38,39	gazeux	p:05,06
équiaxes	p:35	gaz neutre	p:27
équivalentes	p:09	germination	p:23
espace	p:08	Glide	p:15
espèce	p:11,18	glissement	p:12,13,15,16,17
essai	p:20,44,48,28	glissile	p:08,131
étapes	p:23		
état	p:04		

<i>grains</i>	<i>p:03,06,12,17,20,21,22,23,26,48,31,34,35,36,37,43</i>	<i>Knoop</i>	<i>p:11</i>
<i>granulométrie</i>	<i>p:06,38</i>	L	
<i>groupe d'espace</i>	<i>p:08</i>	<i>lacunes</i>	<i>p:24</i>
H		<i>laitiers</i>	<i>P:02</i>
<i>haute</i>	<i>p:05,06,17,22,25,26,44,48,28,37</i>	<i>lamelles</i>	<i>p:38</i>
<i>HC</i>	<i>p:07,08,09,13,14</i>	<i>liaisons</i>	<i>p:07,08,25,26</i>
<i>Hélium</i>	<i>p:28</i>	<i>liquide</i>	<i>p:06,33</i>
<i>hexagonale</i>	<i>p:04,07,09,10,13,16,23</i>	<i>lithium</i>	<i>p:42</i>
<i>hydrostatique</i>	<i>p:33</i>	M	
<i>HRTEM</i>	<i>p:17</i>	<i>maille</i>	<i>p:07,08,23,24,25,40</i>
<i>hypothèse</i>	<i>p:22</i>	<i>macroscopiquement</i>	<i>p:27</i>
I		<i>t</i>	
<i>IDB</i>	<i>p:18,19,20,21,22,23,24,25,26</i>	<i>maintien</i>	<i>p:22</i>
<i>idéal</i>	<i>p:08,23</i>	<i>masse volumique</i>	<i>p:33,34</i>
<i>image</i>	<i>p:35</i>	<i>massif</i>	<i>p:05</i>
<i>imparfaite</i>	<i>p:14</i>	<i>matériaux</i>	<i>p:01,02,03,06,12,20,48,27,33,38</i>
<i>implantation</i>	<i>p:05</i>	<i>matrice</i>	<i>p:26</i>
<i>impuretés</i>	<i>p:17</i>	<i>MBE</i>	<i>p:05</i>
<i>incorporation</i>	<i>p:23,24</i>	<i>mécanique</i>	<i>p:03,10,28,30,34,38</i>
<i>indentation</i>	<i>p:18,29</i>	<i>mécanismes</i>	<i>03,06,12,22</i>
<i>indices</i>	<i>p:09</i>	<i>mesures</i>	<i>p:10,33,34,35,37</i>
<i>induites</i>	<i>p:17</i>	<i>MET</i>	<i>p:17,20,21,22,39</i>
<i>industrialisation</i>	<i>p:05</i>	<i>métallique</i>	<i>p:06</i>
<i>influence</i>	<i>p:03</i>	<i>méthanol</i>	<i>p:33,34</i>
<i>instable</i>	<i>p:23</i>	<i>micro-électronique</i>	<i>p:02</i>
<i>intégrés</i>	<i>p:05</i>	<i>microscope</i>	<i>p:35</i>
<i>interactions</i>	<i>p:26,31</i>	<i>métallographique</i>	
<i>interceptions</i>	<i>p:35,37</i>	<i>microscopiquement</i>	<i>p:37</i>
<i>intersection</i>	<i>p:16</i>	<i>microstructurale</i>	<i>p:37</i>
<i>intragranulaire</i>	<i>p:12,21,22</i>	<i>Miller-Bravais</i>	<i>p:09</i>
<i>intrinsèque</i>	<i>p:16</i>	<i>minces</i>	<i>p:04,05,17,38,39</i>
<i>inversion</i>	<i>p:17,18,23</i>	<i>mixte</i>	<i>p:18,20,39</i>
<i>ionocovalentes</i>	<i>p:07</i>	<i>Module</i>	<i>p:14</i>
<i>ions</i>	<i>p:05,39</i>	<i>module d'YOUNG</i>	<i>p:10,11</i>
<i>irradié</i>	<i>p:17</i>	<i>moléculaire</i>	<i>p:05</i>
<i>isolants</i>	<i>p:02</i>	<i>Molybdène</i>	<i>p:28</i>
<i>isolation thermique</i>	<i>p:28</i>	<i>monocristaux</i>	<i>p:04,17,18</i>
<i>isotrope</i>	<i>10</i>	<i>montage</i>	<i>p:33</i>
J		<i>montée de</i>	<i>p:12,17</i>
<i>jet moléculaire</i>	<i>p:05</i>	<i>dislocations</i>	
<i>joint de grains</i>	<i>p:12,20,21,26,35,36,43</i>	<i>motif</i>	<i>p:07</i>
<i>jonctions</i>	<i>p:43</i>	<i>mouillabilité</i>	<i>p:33</i>
K		<i>multifaisceaux</i>	<i>p:21</i>
<i>Kelvin</i>	<i>p:48</i>	N	
		<i>nacelle</i>	<i>p:33</i>
		<i>nappe</i>	<i>p:21</i>
		<i>neutrons</i>	<i>p:17</i>
		<i>nitruration</i>	<i>p:05</i>
		<i>nitrure</i>	<i>p:02,03,04,05,06,07,09,10,11,27,33</i>
		<i>norme</i>	<i>p:07</i>

<i>nucléée</i>	<i>p:26</i>	<i>prismatique</i>	<i>p:13,17,18</i>
O		<i>procédés</i>	<i>p:05,06</i>
<i>obstacles</i>	<i>p:26</i>	<i>processus</i>	<i>p:31</i>
<i>octaédriquement</i>	<i>p:25</i>	<i>produit gazeux</i>	<i>p:04</i>
<i>optiques</i>	<i>p:25</i>	<i>propriété</i>	<i>p:06</i>
<i>or</i>	<i>p:42</i>	<i>propriétés</i>	<i>p:09,10,35</i>
<i>ordinateur</i>	<i>p:42</i>	<i>physiques</i>	
<i>organométalliques</i>	<i>p:06</i>	<i>protectrice</i>	<i>p:05</i>
<i>orientés</i>	<i>p:17</i>	<i>pseudo-binaire</i>	<i>p:06</i>
<i>oxydation</i>	<i>p:05</i>	<i>pureté</i>	<i>p:05,06</i>
<i>oxyde</i>	<i>p:05,06</i>	<i>pyromètre</i>	<i>p:28</i>
<i>oxygène</i>	<i>p:04,05,06,17,19,22,23,24,25,28,42</i>	Q	
<i>oxynitrurées</i>	<i>p:06</i>	<i>quasiconstante</i>	<i>p:48, 31</i>
P		<i>quasistationnaire</i>	<i>p:12,45,31,33</i>
<i>paramètres de maille</i>	<i>p:08,33</i>	R	
<i>parfaites</i>	<i>p:18,22,23</i>	<i>rayons X</i>	<i>p:27,42</i>
<i>parois d'inversion</i>	<i>p:25,26</i>	<i>réaction</i>	<i>p:05,06,13,29</i>
<i>parallélépipédiques</i>	<i>p:28</i>	<i>réarrangement</i>	<i>p:31</i>
<i>partielles de Schockley</i>	<i>p:17,22,23</i>	<i>rectiligne</i>	<i>p:45</i>
<i>pâte diamantée</i>	<i>p:38</i>	<i>réfractaires</i>	<i>p:06,09</i>
<i>pente</i>	<i>p:32</i>	<i>refroidissement</i>	<i>p:30</i>
<i>périodique</i>	<i>p:07</i>	<i>repère</i>	<i>p:08</i>
<i>perpendiculaire</i>	<i>p:07,08,09,11,16,18</i>	<i>reprécipitation</i>	<i>p:12</i>
<i>pesées</i>	<i>p:33</i>	<i>répulsion</i>	<i>p:08</i>
<i>phase</i>	<i>p:05,06,12,17,24,45,27</i>	<i>électrostatique</i>	
<i>photographie</i>	<i>p:35,36,37</i>	<i>réseau</i>	<i>p:07,13,23,24</i>
<i>photoluminescence</i>	<i>p:24,25</i>	<i>résistance</i>	<i>p:09,11,30</i>
<i>photons</i>	<i>p:42</i>	<i>Résistivité électrique</i>	<i>p:09</i>
<i>plans</i>	<i>p:07,08,09,13,15,18,22,23,38,40</i>	<i>rubans des dislocations</i>	<i>23</i>
<i>plastique</i>	<i>p:17,18,22,30</i>	S	
<i>platine</i>	<i>p:39</i>	<i>Schockley</i>	<i>p:16,22,23</i>
<i>pistons</i>	<i>p:28,29</i>	<i>ségrégation</i>	<i>p:17,19</i>
<i>poisson</i>	<i>p:10</i>	<i>semelles</i>	<i>p:28,29</i>
<i>polaire</i>	<i>p:18</i>	<i>séquence</i>	<i>p:07</i>
<i>polluées</i>	<i>p:05</i>	<i>sessile</i>	<i>p:13</i>
<i>polissage</i>	<i>p:34</i>	<i>Shuffle</i>	<i>p:15</i>
<i>polycristal</i>	<i>p:10,22</i>	<i>silicium</i>	<i>p:04,28,43</i>
<i>polytypes</i>	<i>p:24</i>	<i>sites</i>	<i>p:07,08,14</i>
<i>polytypoïdes</i>	<i>p:04</i>	<i>solution solide</i>	<i>p:04</i>
<i>porosité</i>	<i>p:10,11</i>	<i>sonde</i>	<i>p:43</i>
<i>porte-échantillon</i>	<i>p:42</i>	<i>sous couches</i>	<i>p:18</i>
<i>post synthèse</i>	<i>p:05</i>	<i>spectre</i>	<i>p:43</i>
<i>poudres</i>	<i>p:04,05,06</i>	<i>spectrométrie</i>	<i>p:42</i>
<i>poussée</i>	<i>p:33</i>	<i>stabilisation</i>	<i>p:04,34</i>
<i>d'Archimède</i>		<i>stable</i>	<i>p:04</i>
<i>précurseurs</i>	<i>p:06</i>	<i>stade primaire</i>	<i>p:12,44,30</i>
<i>prépondérante</i>	<i>p:12</i>	<i>stade secondaire</i>	<i>p:12,45,30</i>
<i>pressage</i>	<i>p:06,11,27</i>	<i>stade tertiaire</i>	<i>p:12,45,30</i>
<i>pression</i>	<i>p:06,18</i>	<i>structure</i>	<i>p:04,10,13,15,18,21,23,40</i>

<i>sublimation</i>	p:04		
<i>substitution</i>	p:24		
<i>substrat</i>	p:05		
<i>synthèse de poudres</i>	p:05		
<i>synthétisé</i>	p:04		
<i>système binaire</i>	p:04		
T			
<i>taille</i>	p:05,12,23,26,30,35,37,42		
<i>techniques</i>	p:05,06,36,37,39,43		
<i>technologique</i>	p:04		
<i>températures</i>	p:04,05,06,10,12,13,17,18,22,44,45,27,28,29,30,31		
<i>ténacité</i>	p:11		
<i>tension</i>	p:39,41		
<i>tétracoordinés</i>	p:07		
<i>tétraèdre</i>	p:08,18,231		
<i>tétraèdre de Thompson</i>	p:13		
<i>tétraédriques</i>	p:07,08		
<i>thermocouples</i>	p:28		
<i>thermomécanique</i>	p:43		
<i>traitement</i>	p:05		
<i>thermique</i>			
<i>transformation</i>	p:23		
<i>translation</i>	p:14		
<i>transmission</i>	p:34,38		
<i>transparent</i>	p:04		
<i>traversée</i>	p:20		
<i>Tungstène</i>	p:28,33		
U			
<i>uniforme</i>	p:05		
V			
<i>vapeur</i>	p:05,06,17		
<i>vaporisation</i>	p:17		
<i>variations</i>	p:21		
<i>vecteur</i>	p:09,13,14,16,17,21,22,24,39,40		
<i>Vickers</i>	p:11,18		
<i>violation</i>	p:21		
<i>vis</i>	p:17,18,39		
<i>visée</i>	p:28		
<i>viscoélastique</i>	p:12		
<i>visibilité</i>	p:21,35		
<i>vitesse</i>	p:12,17,18,45,48,30,31,32,33,38,39,50		
<i>volume</i>	p:23		

W	
<i>Würzite</i>	p:04,07,10,13,15,18,19
Z	
<i>zone</i>	p:39
<i>zigzag</i>	p:17
<i>ZnS</i>	p:07

Annexes

Annexe A : Etude de la métallisation d'AlN et mise en évidence des performances d'un substrat AlN intégré à un sous ensemble de puissance.

L'AlN est une céramique très appréciée dans l'industrie des nouvelles technologies. La société MATRA est une société pionnière dans la recherche des céramiques à base d'AlN, tel l'exemple de l'étude faite par cette société sur la multimétallisation (Ti / Au / Cu / Ni / Au) et la comparaison de deux métallisations d'AlN et leur analyse structurale (figure 01 et 02).

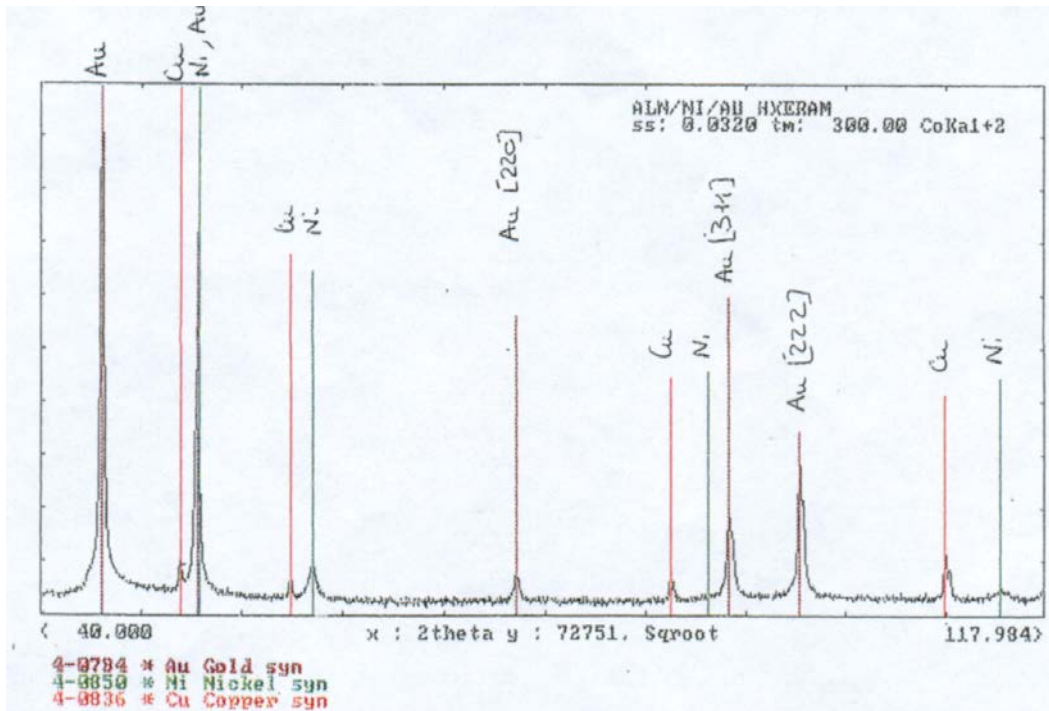


Figure 01 : diagramme de diffraction, métallisation HXERAM, Raies ASTM des phases probables Au ,Ni, Cu.

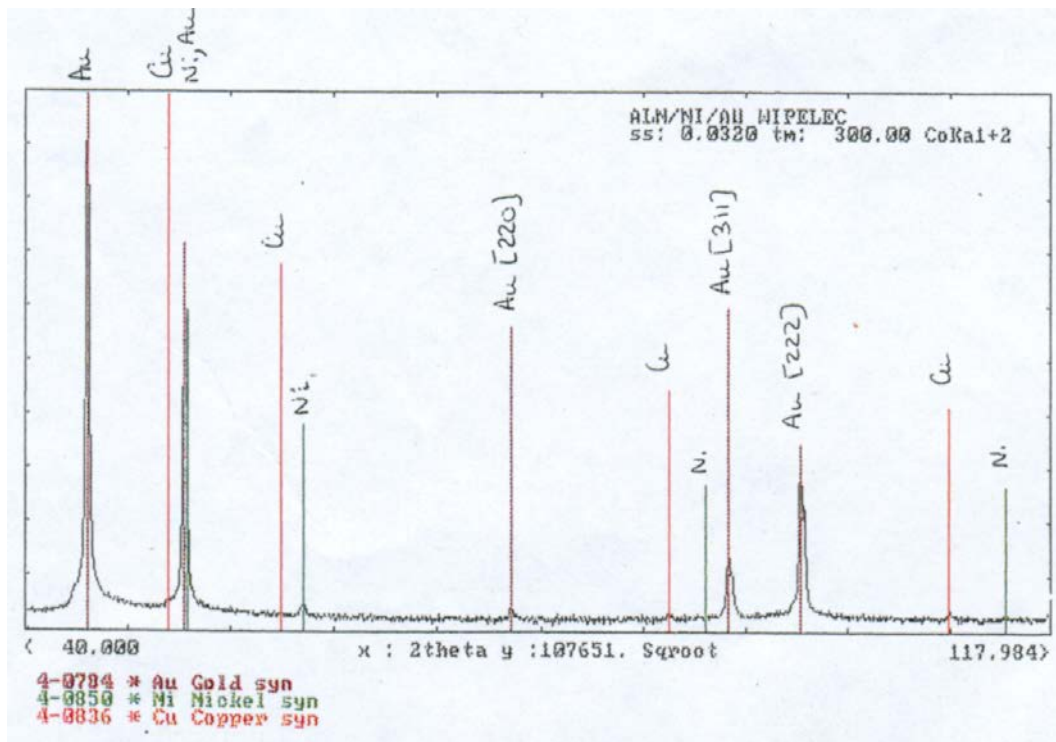


Figure 02 : diagramme de diffraction, métallisation WIPELEC, Raies ASTM des phases probables Au, Ni, Cu.

Cette étude lui a bénéficié pour l'octroi d'une recherche demandé par l'armée française sur la possibilité d'un changement au niveau d'un composant de puissance utilisé dans un nouveau missile, ce composant de puissance est divisé en deux parties :

- L'une réalisée en couche épaisse assure la commande puissance.
- La seconde en technologie DCB (Lead Frame Cuivre reporté sur Al_2O_3) comporte tous les composants de puissance.

C'est cette seconde partie qui a été élaborée sur un substrat d'AlN intégré à un ensemble électronique de puissance pour mettre en évidence ces performances .

La figure 03 ci- dessous permet la comparaison des deux assemblages. Les drains et conducteurs en cuivre ont été supprimés de l'assemblage AlN, étant donné que ses performances thermiques devraient compenser leur absence. Le montage des différents éléments est par ailleurs identique (colle époxy, brasure, fils de liaison...). Le substrat de puissance gravé est obtenu après métallisation de plages de report et conducteurs (figure 04).

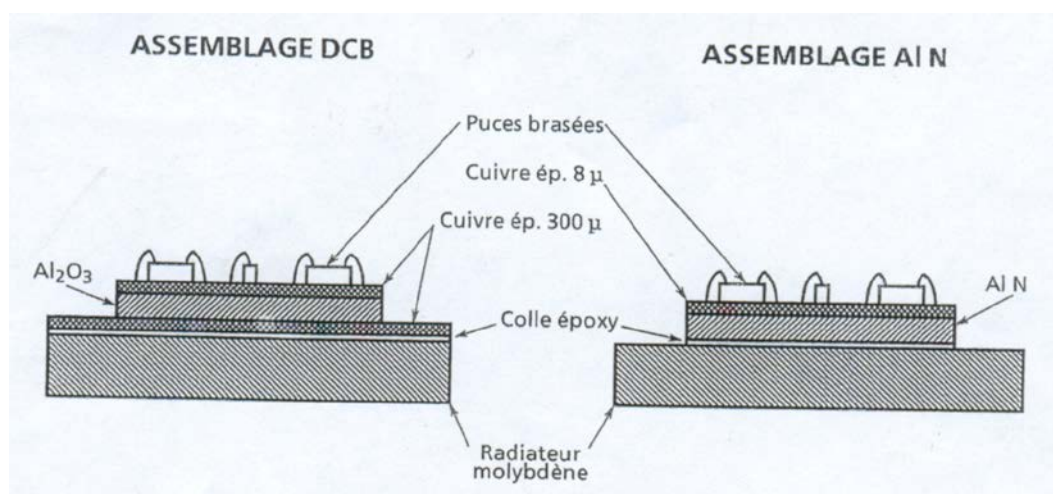


Figure 03 : Croquis comparatif des deux technologies (DCB, AlN)

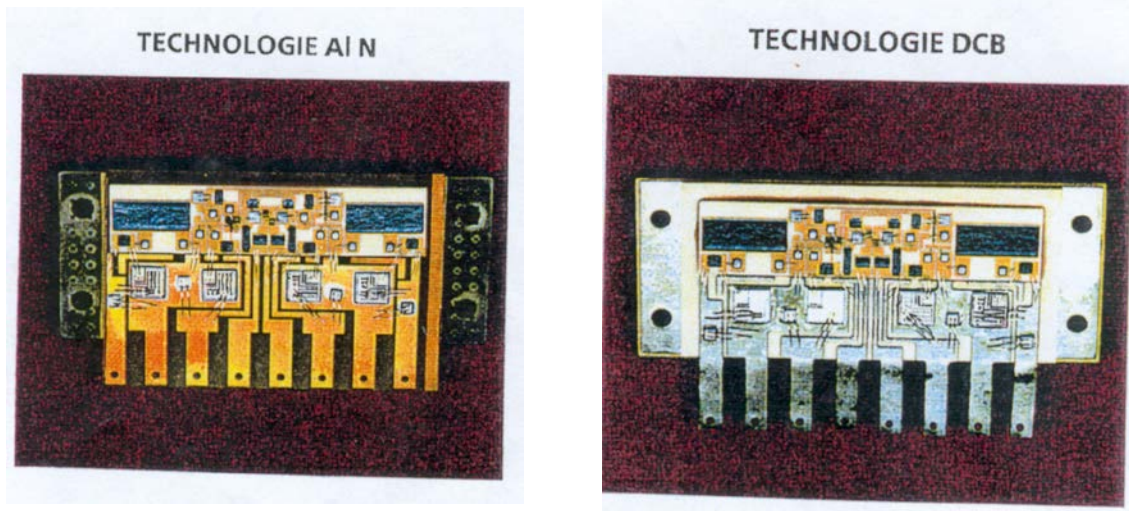


Figure 04:ensembles de commande servomoteur.

Une étude thermique a été effectuée sur ces deux assemblages DCB et AlN, qui a pu montrer les meilleurs avantages que peut donner le dispositif d'AlN (figure05 et 06).

Figure 05 : étude thermique – Thermographie IR-CSM – (technologie DCB)

Figure 06: étude thermique – Thermographie IR-CSM – (technologie AlN)

Annexe B – Notion de cristallographie :**B -1 Réseau réciproque :**

Le réseau réciproque est un outil indispensable à la compréhension et la résolution des problèmes de diffraction par les cristaux et de physique du solide : conductivités électrique, thermique, ...

B -1- 1- vecteurs de base :

Les vecteurs de base du RR se déduisent des vecteurs de base et du volume V_D de la maille élémentaire du réseau direct (RD).

$$\vec{A} = \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{V_D}$$

$$\vec{B} = \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{V_D}$$

$$\vec{C} = \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{V_D}$$

B -1 - 2-Propriétés :

B-1-2-1/ Deux propriétés intéressantes pour la diffraction

a) produit scalaire d'un vecteur du RD et d'un vecteur du RR.

➤ Vecteurs de base :

$$\vec{a} \cdot \vec{A} = \vec{b} \cdot \vec{B} = \vec{c} \cdot \vec{C} = 1$$

$$\vec{a} \cdot \vec{B} = \vec{a} \cdot \vec{C} = \vec{b} \cdot \vec{C} = \vec{b} \cdot \vec{A} = \vec{c} \cdot \vec{A} = \vec{c} \cdot \vec{B} = 0$$

➤ Vecteurs quelconques :

$$(\vec{u}\vec{a} + \vec{v}\vec{b} + \vec{w}\vec{c})(\vec{h}\vec{A} + \vec{k}\vec{B} + \vec{l}\vec{C}) = \vec{u}\vec{h} + \vec{v}\vec{k} + \vec{w}\vec{l}$$

b) produit vectoriel de deux vecteurs du RR :

$$(\mathbf{h}_1 \vec{A} + \mathbf{k}_1 \vec{B} + \mathbf{l}_1 \vec{C}) \wedge (\mathbf{h}_2 \vec{A} + \mathbf{k}_2 \vec{B} + \mathbf{l}_2 \vec{C}) = (\mathbf{k}_1 \mathbf{l}_2 - \mathbf{k}_2 \mathbf{l}_1) \vec{a} + (\mathbf{h}_2 \mathbf{l}_1 - \mathbf{h}_1 \mathbf{l}_2) \vec{b} + (\mathbf{h}_1 \mathbf{k}_2 - \mathbf{h}_2 \mathbf{k}_1) \vec{c}$$

c'est le vecteur de composantes

$$\begin{aligned} & \mathbf{k}_1 \mathbf{l}_2 - \mathbf{k}_2 \mathbf{l}_1 \\ & \mathbf{h}_2 \mathbf{l}_1 - \mathbf{h}_1 \mathbf{l}_2 \\ & \mathbf{h}_1 \mathbf{k}_2 - \mathbf{h}_2 \mathbf{k}_1 \end{aligned}$$

du réseau direct (on remarque que les composantes sont les mêmes que celles qu'on obtiendrait dans un seul repère cartésien).

Remarque : Lorsqu'on travaille dans l'hexagonal, toujours faire ce type de calcul à 3 indices ; ne repasser à 4 indices que sur le résultat final.

B-1-2-2/ le RR du RR est le réseau direct

B-1-2-3/ la normale du plan (hkl) du RD est le vecteur [hkl] du RR.

Le plan (hkl) contient les vecteurs

$$\begin{pmatrix} \vec{b} & -\vec{a} \\ \mathbf{k} & \mathbf{h} \end{pmatrix} \text{ et } \begin{pmatrix} \vec{c} & -\vec{b} \\ \mathbf{l} & \mathbf{k} \end{pmatrix}$$

la normale à ce plan est parallèle au produit vectoriel de ces deux vecteurs.

$$\vec{N} // \begin{pmatrix} \vec{b} & -\vec{a} \\ \mathbf{k} & \mathbf{h} \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} \vec{c} & -\vec{b} \\ \mathbf{l} & \mathbf{k} \end{pmatrix}$$

$$\vec{N}_{\text{hkl}} // \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{\mathbf{k}\mathbf{l}} + \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{\mathbf{l}\mathbf{h}} + \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{\mathbf{h}\mathbf{k}}$$

ou encore en multipliant le second membre par (hkl/V_D)

$$\vec{N}_{\text{hkl}} = \mathbf{h} \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{\mathbf{V}_D} + \mathbf{k} \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{\mathbf{V}_D} + \mathbf{l} \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{\mathbf{V}_D}$$

$$= h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}$$

les indices h, k et l apparaissent comme les composantes d'un vecteur repéré dans le réseau réciproque.

Réciproquement la normale à un plan (u v w) du RR est le vecteur [u v w] du RD.

B-1-2-4/ Le paramètre de la rangée [h,k,l] du RR est égale à l'inverse de la distance

d_{hkl} entre plans réticulaires de la famille (h,k,l).

La distance d_{hkl} est égale à la projection du vecteur \vec{a} / h sur la normale au plan.

$$d_{hkl} = \frac{\vec{a} \cdot \vec{N}_{hkl}}{h |\vec{N}_{hkl}|} = \frac{\vec{a} \cdot h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}}{h |\vec{N}_{hkl}|} = \frac{1}{|\vec{N}_{hkl}|}$$

Considérons les plans de la famille (hkl) :

Le plan n° 0 passe par l'origine des axes.

Le plan n° 1 passe par $\frac{\vec{a}}{h}, \frac{\vec{b}}{k}, \frac{\vec{c}}{l}$.

Le plan n° 2 passe par $\frac{2\vec{a}}{h}, \frac{2\vec{b}}{k}, \frac{2\vec{c}}{l}$.

La distance entre deux plans consécutifs, d_{hkl} , est donc égale à la projection du vecteur

$\frac{\vec{a}}{h} \left(\text{ou } \frac{\vec{b}}{k} \text{ ou } \frac{\vec{c}}{l} \right)$ sur la normale au plan. Or la normale au plan est parallèle au vecteur \vec{N}_{hkl} du

RR.

$$d_{hkl} = \frac{\vec{a}}{h} \cdot \frac{\vec{N}_{hkl}}{|\vec{N}_{hkl}|} = \frac{\vec{a}}{h} \cdot \frac{h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}}{|\vec{N}_{hkl}|}$$

or $\vec{a} \cdot (h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}) = h$ (propriété du RR, voir B.2.1)

d'où
$$\mathbf{d}_{hkl} = \frac{1}{|\vec{\mathbf{N}}_{hkl}|}$$

B - 2 Complément de Cristallographie Pour La Diffraction Electronique:

Tout vecteur diffraction $\vec{\mathbf{g}} = \mathbf{hkl}$ peut être considéré comme un vecteur du RR . En effet $\vec{\mathbf{g}}$ est perpendiculaire au plan (hkl) du RD et toute normale à un plan du RD est la rangée du RR de mêmes indices.

$$\vec{\mathbf{g}} = h\vec{\mathbf{A}} + k\vec{\mathbf{B}} + l\vec{\mathbf{C}}$$

la direction du faisceau d'électrons $\vec{\mathbf{B}}$ (ou $\vec{\mathbf{BD}}$: beam direction) est une rangée du RD (ou ce qui revient au même, elle est parallèle à une rangée RD).

$$\vec{\mathbf{B}} = u\vec{\mathbf{a}} + v\vec{\mathbf{b}} + w\vec{\mathbf{c}}$$

conséquences :

1. le produit scalaire $\vec{\mathbf{g}} \cdot \vec{\mathbf{B}} = 0$ en effet

$$(u\vec{\mathbf{a}} + v\vec{\mathbf{b}} + w\vec{\mathbf{c}}) \cdot (h\vec{\mathbf{A}} + k\vec{\mathbf{B}} + l\vec{\mathbf{C}}) = uh + vk + wl$$

or [uvw] est une rangée du plan (hkl) d'où

$$uh + vk + wl = 0$$

ce résultat est valable quel que soit le système cristallin. Il est aussi valable à 4 indices.

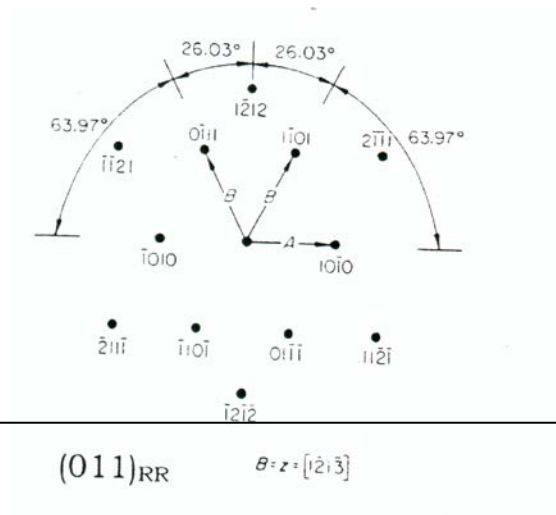
Exemple :

$\vec{\mathbf{B}}$: direction du faisceau d'électrons

$$\vec{\mathbf{g}} = 11\bar{2}\bar{1} \quad ; \quad \vec{\mathbf{B}} = \bar{1}\bar{2}1\bar{3}$$

(les modules ne sont pas pris en compte)

$$\vec{\mathbf{g}} \cdot \vec{\mathbf{B}} = 1 - 2 - 2 + 3 = 0$$



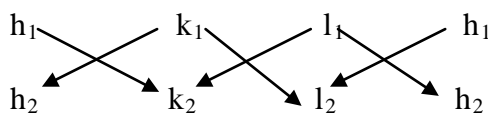
2. le produit vectoriel de deux vecteurs diffraction \vec{g}_1 et \vec{g}_2 (il est parallèle à \vec{B}) est calculable très facilement quel que soit le système cristallin

$$\vec{g}_1 \wedge \vec{g}_2 = \vec{B}$$

(dans RR) (dans RD)

$$(\mathbf{h}_1\vec{A} + \mathbf{k}_1\vec{B} + \mathbf{l}_1\vec{C}) \wedge (\mathbf{h}_2\vec{A} + \mathbf{k}_2\vec{B} + \mathbf{l}_2\vec{C}) = \underbrace{(\mathbf{k}_1\mathbf{l}_2 - \mathbf{k}_2\mathbf{l}_1)}_u \vec{a} + \underbrace{(\mathbf{h}_2\mathbf{l}_1 - \mathbf{h}_1\mathbf{l}_2)}_v \vec{b} + \underbrace{(\mathbf{h}_1\mathbf{k}_2 - \mathbf{h}_2\mathbf{k}_1)}_w \vec{c}$$

les composantes u, v, w peuvent être obtenues comme par un produit vectoriel dans le cubique :



B - 3 Rotation de l'image par rapport à l'objet et au cliché de diffraction dans le cas d'un MET Philips CM200 fonctionnant en mode SA sous 200KV

L'étalonnage du MET Philips CM200, utilisé en mode SA (grandissement moyen) avec une tension d'accélération de 200KV et une longueur de chambre de 1,35 m conduit au tableau de rotation diffraction – image reporté ci-dessous :

GROSSISSEMENT	$3,8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	$8,8 \cdot 10^3$ $11,5 \cdot 10^3$	$15 \cdot 10^3$	$20 \cdot 10^3$	$27,5 \cdot 10^3$
α (degrés)	-60	-40	-60	-53	-42	-16
GROSSISSEMENT	$38 \cdot 10^3$	$50 \cdot 10^3$	$66 \cdot 10^3$	$88 \cdot 10^3$	$115 \cdot 10^3$	
α (degrés)	-60	-40	-60	-53	-42	

Ce tableau est équivalent à l'abaque suivant :

