
***OPTIMISATION PHYSICO-CHIMIQUES ET
MÉCANIQUES***

Optimisation physico-chimique et mécanique du système Al₂O₃/Ni/HAYNES™214®**V.1. CHOIX DU COUPLE Al₂O₃/Ni/HAYNES™214®**

Notre étude a pour but la fabrication de pièces métal/céramique devant travailler à haute température (> 800 °C) et résister aux milieux corrosifs. Pour cela, trois alliages métalliques ont été proposés par l'IFP : INCOLOY 800H, KANTHAL APM et HAYNES™214®.

Les études préliminaires sur la faisabilité de la réalisation des couples métal/céramique pour différents alliages (Al₂O₃/Ni/INCOLOY 800H, Al₂O₃/Ni/KANTHAL APM et Al₂O₃/Ni/HAYNES™214®), nous ont montré que les assemblages sont équivalents du point de vue tenue mécanique au cisaillement, mais que le HAYNES™214® présente une meilleure résistance à l'oxydation vers 1150 °C, d'où son choix pour la suite de notre travail.

Le nickel quant à lui, est choisi pour son haut point de fusion. De plus, il constitue l'élément principal de l' HAYNES™214® (75%).

Deux types d'alumine ont été étudiées : l'alumine standard 'S' riche en ajouts de frittage et l'alumine haute pureté type AL23 pauvre en ajout de frittage. Il s'avère que la pureté de l'alumine joue un rôle important dans l'établissement de la liaison. Pour cela, plusieurs configurations d'assemblage ont été testées. Dans un premier temps, nous nous sommes inspirés pour les paramètres expérimentaux de la thermocompression, des conditions proposées par *Lourdin* [22] dans son étude des liaisons Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ (Tableau V.1).

Paramètres	
Température (C°)	1150-1200
Pression (MPa)	16
Temps du palier (heures)	1-2
Epaisseur du joint (mm)	0,25
Atmosphère (Pa)	Vide primaire dynamique 10 ⁻³

Tableau V. 1 : Conditions d'élaboration de la liaison Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ [22].

V.1.1. Utilisation de l'alumine (S)

Avec cette alumine, ces conditions n'ont pas été favorables dans notre cas. En effet nous n'avons jamais pu obtenir une liaison Al₂O₃/Ni/alliage alors que dans le cas du couple Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ dans les mêmes conditions, une bonne liaison est observée. Cette différence peut être attribuée à la modification des contraintes résiduelles liées à la modification du couple, mais aussi à la température élevée utilisée qui a favorisé le ressuage de la phase vitreuse présente dans les joints de cette alumine (Figure V.1). Cette phase a pour origine les ajouts introduits dans la poudre de départ de l'alumine pour

favoriser le frittage et limiter le grossissement de grains. On retrouve ici le résultat de *Drillet* [32] signalé dans notre étude bibliographique (cf. Chapitre III, § III.2.1).

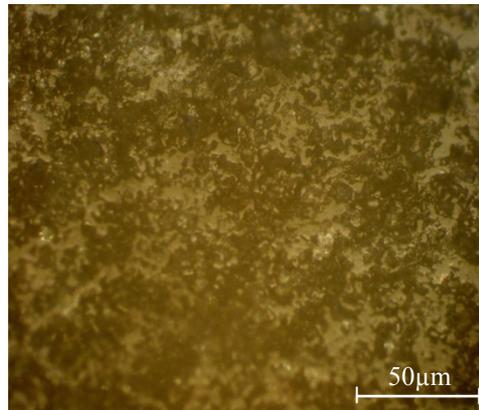


Figure V. 1 : Microstructure de l'alumine S après une attaque thermique de 2 h à 1200 °C.

La diminution de la température de la liaison et du temps de palier ($T = 1150\text{ °C}$, $t = 1\text{ h}$) nous a permis d'obtenir une liaison excellente de point de vue micrographique quel que soit l'alliage utilisé (Figure V.2), avec une très bonne adaptation au niveau des deux surfaces.

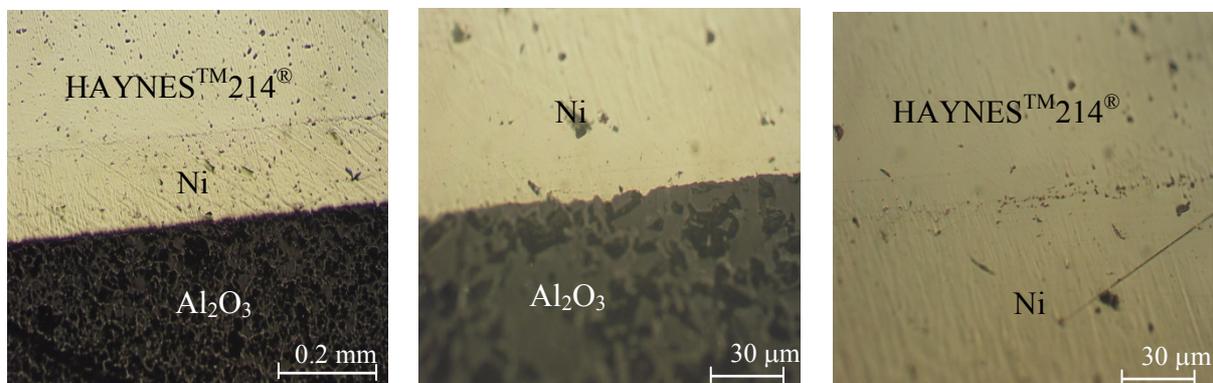


Figure V.2 : Micrographie optique de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{S})/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ ($P = 16\text{ MPa}$, $T = 1150\text{ °C}$, $t = 1\text{ heure}$, vide primaire dynamique 10^{-3} Pa).

Lors de l'essai de cisaillement, la rupture est cohésive dans l'alumine avec une valeur de 12 MPa. Cette valeur est relativement faible, étant toutefois cohésive, on peut là encore faire l'hypothèse de contraintes résiduelles élevées dans l'alumine. Ces conditions ont cependant permis de minimiser la migration des additions au niveau de l'interface entre le nickel et l'alumine et ainsi la formation d'une phase vitreuse.

V.1.1.1. Utilisation de l'alumine (S) avec un pré dépôt $\text{Ni}_{0.93}\text{B}_{0.07}$

Nous avons tenté de refaire les mêmes expériences, mais en utilisant un pré dépôt $\text{Ni}_{0.93}\text{B}_{0.07}$ ($\approx 2\mu\text{m}$) sur Al_2O_3 (S) dans le but de limiter le ressuage de la phase vitreuse. La liaison est alors effective, avec une rupture cohésive d'une valeur de 12 MPa.

A priori, le dépôt n'a pas amélioré le comportement mécanique des liaisons. Deux hypothèses sont retenues :

- il se peut que le pré dépôt $\text{Ni}_{0.93}\text{B}_{0.07}$, n'ai pas joué le rôle de barrière à la migration de la phase vitreuse jusqu'à l'interface,
- existence de fortes contraintes résiduelles au niveau de la céramique.

V.1.1.2. Prétraitement de l'alumine (S)

Afin de limiter le ressuage de la phase vitreuse, les échantillons de l'alumine (S) sont portés à une température de 1200 °C pendant 5 heures. Ce traitement thermique a pour but de provoquer le ressuage de la phase vitreuse présente dans les joints de grains de la céramique. Un polissage mécanique au diamant est ensuite nécessaire afin d'éliminer cette phase en surface. Les conditions d'assemblage retenues pour cet essai sont semblables à l'essai précédent.

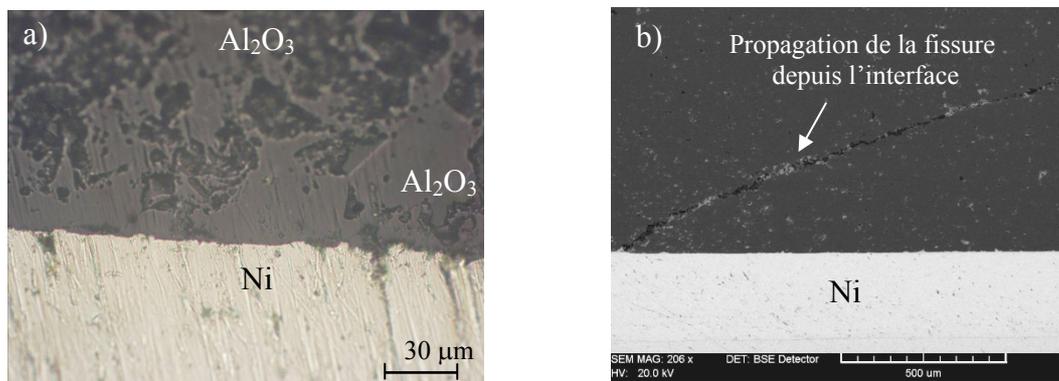


Figure V.3 : Micrographie optique et électronique de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{S})/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ ($P = 16 \text{ MPa}$, $T = 1150 \text{ °C}$, $t = 1 \text{ heure}$, vide primaire dynamique 10-3 Pa).

La liaison présente une très bonne adaptation des interfaces au milieu de la liaison (Figure V.3a). Des observations macroscopiques et microscopiques montrent une fissuration partielle de la céramique au niveau du bord à l'interface (au point singulier). Cette fissuration est probablement liée à de fortes concentrations de contraintes résiduelles dans cette région de l'assemblage (Figure V.3b).

Les tests de cisaillements ont donné une résistance à la rupture de l'ordre de 30 MPa, avec une rupture cohésive côté céramique. Il semble donc que le traitement effectué a joué son rôle quant à l'élimination de la phase vitreuse et à l'amélioration du comportement mécanique de la liaison sans toutefois modifier l'état des contraintes.

La comparaison des tenues mécaniques de différents assemblages réalisés montre que malgré la différence de la composition chimique des trois alliages métalliques leurs comportements ne diffèrent pas trop. Les ruptures sont de type cohésif. L'hypothèse sur la possibilité de formation de la phase vitreuse au niveau de la liaison semble être vraie. Le traitement thermique effectué sur l'alumine a bien amélioré le comportement mécanique des liaisons (Figure V.4).

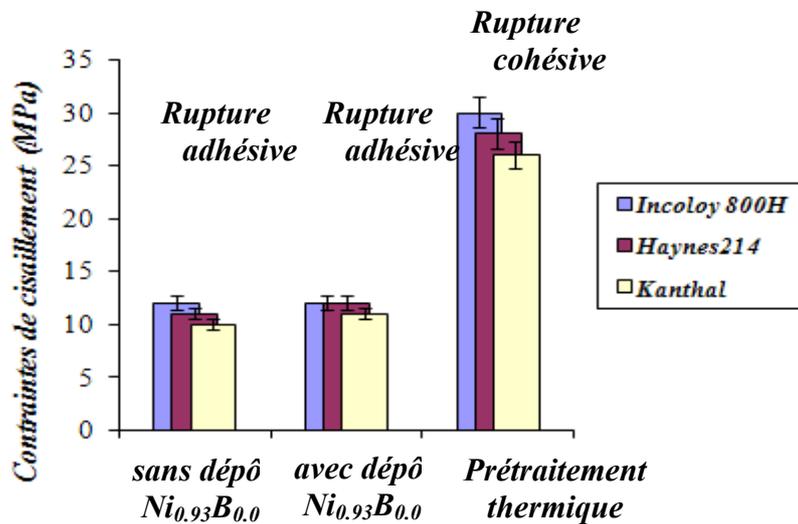


Figure V.4 : Contraintes de cisaillement maximales pour le couple $Al_2O_3(S)/Ni/HAYNES^{TM}214^{\circ}$, INCOLOY 800H et KANTHAL APM dans les conditions $P = 16 \text{ MPa}$, $T = 1150^{\circ}C$, temps = 1 heures, épaisseur joint nickel = 0,2 mm.

V.1.2. Utilisation de l'alumine AL23

Afin de résoudre le problème de ressuage de la phase vitreuse au niveau de l'interface. Nous avons utilisé une alumine plus pure, pauvre en ajout de frittage (AL23- 99.7%).

Les bons résultats obtenus nous ont encouragés à l'utilisation de cette céramique pour toute la suite de nos travaux de thèse. La tenue mécanique en cisaillement est de l'ordre de 35 MPa avec une rupture cohésive côté céramique dans les conditions de la figure V.3.

La figure V.5 montre l'interface formée entre le joint de nickel et l'alumine AL23. Le problème de la fissuration de la céramique depuis l'interface reste entier. En thermocompression le bord du joint n'est jamais parfaitement lié, il peut donc y avoir un effet d'entaille qui amorce la fissure dans l'interface puis la propagation se fait dans l'alumine sous contrainte. L'hypothèse des contraintes résiduelles dans le cas du couple alumine/alliage se confirme une fois de plus.

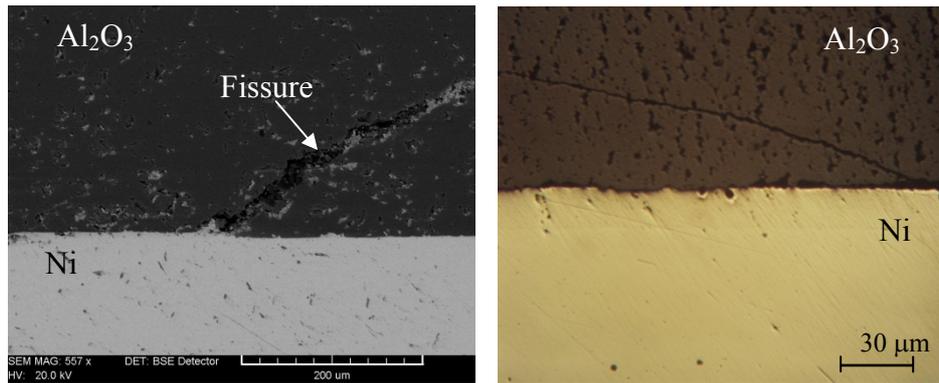


Figure V. 5: Micrographie par MEB de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{HP})/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ montrant l'effet des contraintes résiduelles sur l'endommagement de l'assemblage. ($P = 16 \text{ MPa}$, $T = 1150 \text{ °C}$, $t = 1 \text{ heure}$, vide primaire dynamique 10^{-3} Pa).

Nous avons réalisé des analyses par diffraction X rasante avec un angle d'incidence $\alpha = 1^\circ$ sur l'interface $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ après rupture. Comme le montre la figure V.6, la phase type spinelle NiAl_2O_4 a été identifiée, confirmant le caractère réactif du système $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dans nos conditions expérimentales.

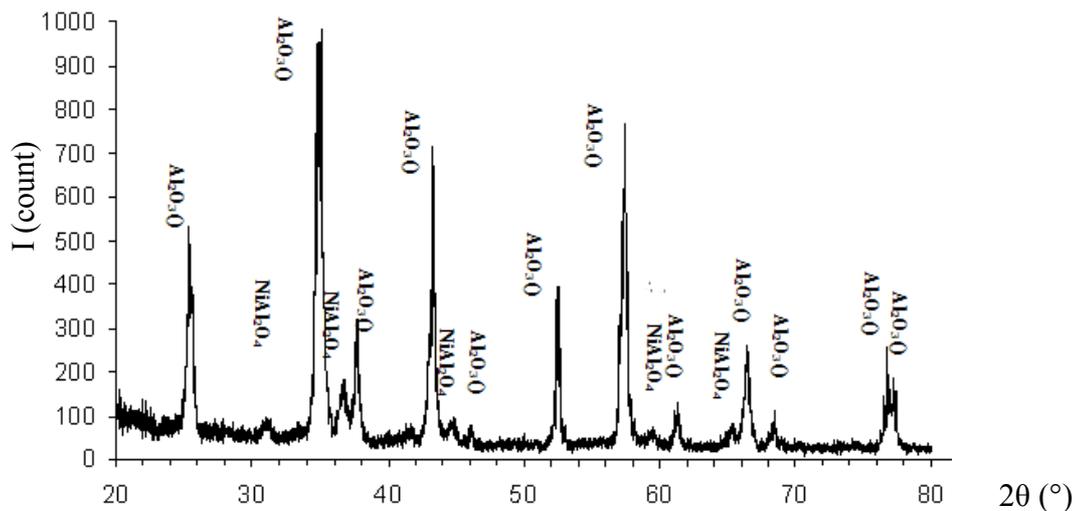


Figure V.6 : Spectre de diffraction X sous incidence rasante ($\alpha = 1^\circ$) d'un faciès de rupture de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ côté Al_2O_3 . ($P = 16 \text{ MPa}$, $T = 1150 \text{ °C}$, $t = 1 \text{ heure}$, vide primaire dynamique 10^{-3} Pa) (anticathode $\text{Cu K}\alpha$).

V.2. COMPARAISON DES TENUES MÉCANIQUES

L'influence de la température de liaison sur la tenue mécanique des systèmes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pour les deux types d'alumine utilisée (S et AL23) a été étudiée (Figure V.7). Les résultats montrent que la tenue mécanique des liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ est toujours supérieure à la tenue mécanique des liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ dans les mêmes conditions d'assemblage et quel que soit le type d'alumine utilisé. Cette différence dans les propriétés mécaniques est liée directement à la différence des coefficients de dilatation thermique entre les matériaux

composant le système. Par conséquent, des contraintes résiduelles se développent et conduisent à la plastification du métal, à la fissuration de la céramique et/ou à la décohésion interfaciale.

D'autres observations montrent que l'utilisation de l'alumine S conduit toujours à des ruptures adhésives alors que l'utilisation de l'alumine AL23 conduit à des ruptures cohésives.

Comparant les différents histogrammes (Figure V.7a, b et c), nous pouvons constater que la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{AL23})/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ réalisée à 1200 °C a une forte résistance mécanique au cisaillement. Mais, à cause de la forte déformation par fluage de l'alliage HAYNESTM214[®], ces conditions ont été abandonnées pour se fixer à une température de 1150 °C qui conduit à un fluage faible de l'alliage.

On note aussi sur ces histogrammes que le système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ symétrique conduit à des résistances mécaniques toujours plus élevées que le système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{alliage}$.

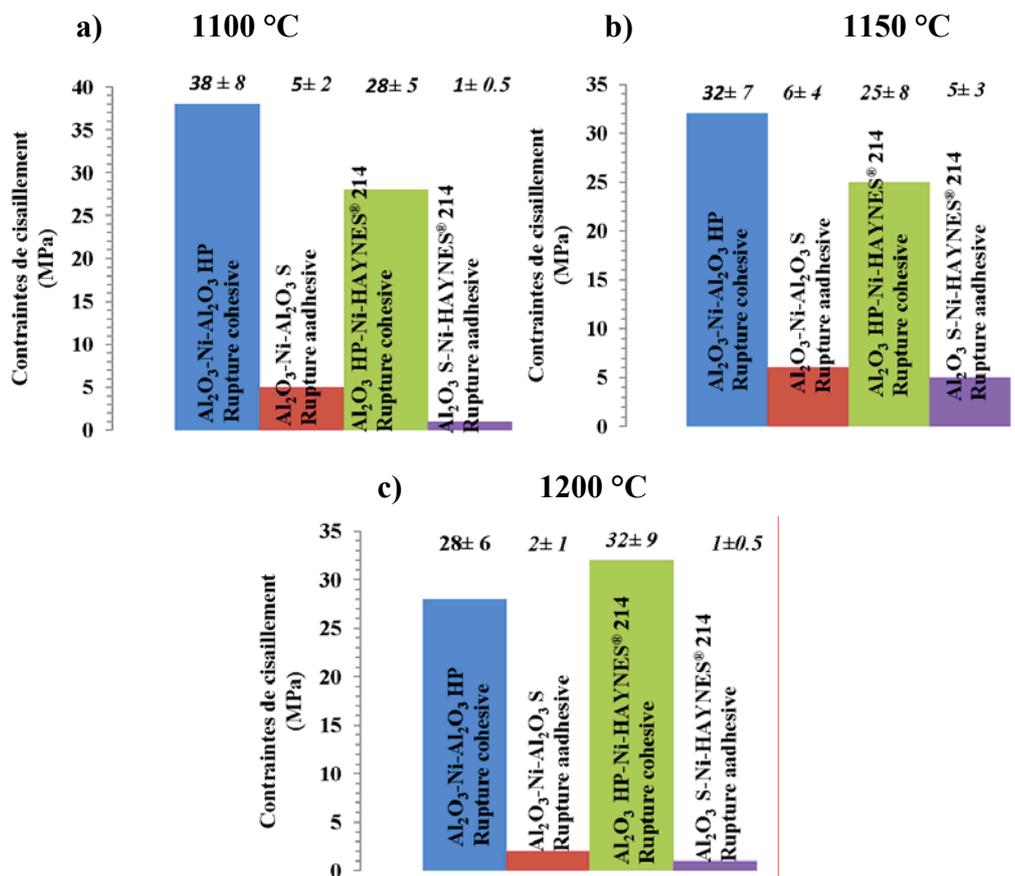


Figure V. 7: Contraintes de cisaillement moyennes des systèmes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ élaborés à différentes températures a) 1100 °C, b) 1150 °C, c) 1200 °C) en utilisant les deux types d'alumine S et AL23 (noté ici HP). ($P = 16 \text{ MPa}$, $T = 1150 \text{ °C}$, $t = 1 \text{ heure}$, vide primaire dynamique 10^{-3} Pa).

Cependant l'utilisation d'une alumine AL23 de haute pureté, pauvre en ajouts de frittage, nous a permis d'obtenir des tenues mécaniques significatives dans le cas de la liaison Al₂O₃(HP)/Ni/HAYNESTM214[®] ($\approx 25 \pm 8$ MPa). L'optimum des conditions d'élaboration de l'assemblage Al₂O₃(HP)/Ni/HAYNESTM214[®] a été choisi en fonction des tenues mécaniques (Figure V.7).

Le tableau V.2 montre les paramètres choisis pour la suite de l'étude.

Paramètres	
Température (C°)	1150
Pression (MPa)	16
Temps du palier (heures)	1
Épaisseur du joint (mm)	0,25
Atmosphère (Pa)	Vide primaire dynamique 10 ⁻³

Tableau V.2 : Conditions optimales d'élaboration de la liaison Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®].

V.3. EFFET DE L'ÉPAISSEUR DE L'ALLIAGE SUR LA TENUE MÉCANIQUE ET LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

Pour confirmer le rôle des contraintes résiduelles dans les liaisons, nous avons modifié l'épaisseur E_a des alliages utilisés, l'épaisseur E_c de la céramique restant constante. Nos résultats ont montré que les faibles épaisseurs des alliages c'est-à-dire $R' = E_c/E_a > 1$ (dans les conditions d'une pression de 16 MPa, température de 1150 °C, temps de maintien $t = 1$ heure, épaisseur de la céramique $E_c = 5$ mm et épaisseur de joint de $E_j = 0,25$ mm), ne permettent pas d'obtenir des liaisons, alors que lorsque $R' \leq 1$, les liaisons sont réussies avec cependant des tenues mécaniques des assemblages modérées (Tableau V.3). Seule une modélisation par éléments finis pourra donc nous informer sur l'état des contraintes en fonction des dimensions et géométries.

Liaison	Conditions (MPa, °C, heure, mm)	Contraintes Max de cisaillement (MPa)	Type de rupture
Al ₂ O ₃ /Ni/HAYNES TM 214 [®]	P=16, T=1150, t = 1, R' = 1.66	0	-
Al ₂ O ₃ /Ni/HAYNES TM 214 [®]	P=16, T=1150, t = 1, R' = 1.25	0	-
Al ₂ O ₃ /Ni/HAYNES TM 214 [®]	P=16, T=1150, t = 1, R' = 1	35	cohésive
Al ₂ O ₃ /Ni/HAYNES TM 214 [®]	P=16, T=1150, t = 1, R' = 0.5	25	cohésive

Tableau V.3 : Conditions d'élaboration de différents assemblages. Effet de l'épaisseur de l'alliage sur la tenue mécanique. $E_c = 5$ mm et $E_j = 0.2$ mm dans les conditions de $P = 16$ MPa, $T = 1150$ °C, $t = 1$ heure, vide primaire dynamique 10⁻³ Pa. ($R' = E_c/E_a$).

V.4. CONCLUSION ET PERSPECTIVE

Dans notre étude de la liaison Al₂O₃/Ni/HAYNES™214® (ajustement avec Incoloy 800H et Kanthal APM) nous avons trouvé des difficultés à réaliser cette liaison. Plusieurs hypothèses peuvent justifier cette difficulté :

- *formation de phase vitreuse par migration des impuretés de la céramique,*
- *problème des contraintes résiduelles développées au cours de l'élaboration.*

Plusieurs propositions ont été testées pour remédier à ces problèmes :

- *dépôt d'une couche (Ni_{0,93}B_{0,07}) qui joue le rôle de barrière à la diffusion de la phase vitreuse,*
- *augmenter le temps de maintien afin de permettre de vider les joints de grains de ces phases vitreuses et pour les éliminer par évaporation,*
- *élimination de la phase vitreuse par un traitement thermique suivi d'un polissage mécanique,*
- *utilisation d'une alumine de haute pureté.*

Parmi ces propositions il faut noter que seulement les deux dernières avaient un rôle significatif dans l'amélioration du comportement mécanique des liaisons.

Le rôle de la couche déposée (Ni_{0,93}B_{0,07}) n'a pas été remarquable. On pense que l'épaisseur faible de la couche était responsable ($\approx 2 \mu\text{m}$) et n'a pas joué le rôle de barrière à la diffusion. Il pourrait être souhaitable de travailler sur des épaisseurs un peu plus grandes afin de stopper la diffusion des phases vitreuses, et améliorer les liaisons dans le cas du choix d'une alumine impure. Ce choix peut apparaître en effet comme le plus économique et le plus facile pour l'approvisionnement, car il faut savoir que la majorité des céramiques industrielles type alumine contiennent des phases vitreuses souvent peu identifiées dans leurs joints de grains (dues aux méthodes d'élaboration).

La comparaison des tenues mécaniques de l'assemblage Al₂O₃/Ni/HAYNES™214® avec l'assemblage Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ montre que ce dernier présente toujours des tenues mécaniques au cisaillement plus élevées. Il est à noter que l'utilisation de l'alliage a conduit à la fragilisation de la céramique par localisation des fissures sur les bords libres (points singuliers). Le type de rupture « cohésive » enregistré, nous laisse penser aux contraintes résiduelles. A titre de confirmation, nous avons pu montrer qualitativement par des essais de cisaillement que l'épaisseur de l'alliage joue un rôle important sur la tenue mécanique des assemblages et par suite sur l'intensité des contraintes résiduelles qu'il est indispensable d'étudier maintenant précisément.



Chapitre V- Partie B



***DÉTERMINATIONS NUMÉRIQUES ET EXPÉRIMENTALES
DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES***

Résultats de la simulation numérique des contraintes résiduelles

La simulation numérique par éléments finis est un outil puissant dont l'utilisation doit permettre la prédiction de la répartition spatiale des contraintes résiduelles lorsque les méthodes analytiques sont inefficaces.

De multiples exemples d'application existent dans le cas du brasage [157,158,159], de la thermocompression [22,26], de la projection plasma [160,161]. Le champ d'investigation dans ce domaine est vaste et connaît un essor particulier ces dernières années en relation avec l'amélioration permanente des logiciels et des stations de calculs disponibles dans les laboratoires. Dans notre cas nous avons utilisé le logiciel **ABAQUS 6.6.1** développé et commercialisé par la société **SIMULIA**. Cet outil recèle un grand nombre de possibilités parmi lesquelles existe la modélisation du comportement élasto-plastique et élasto-visco-plastique des matériaux.

Le but de notre travail est d'appliquer tout d'abord cette méthode à l'assemblage dont la géométrie est simple (Figure V.8) et correspond à l'optimisation expérimentale précédente. Deux configurations d'assemblage ont été étudiées de façon à expliquer pourquoi les tenues mécaniques sont supérieures pour un assemblage symétrique :

- 1- Assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ symétrique.
- 2- Assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$.

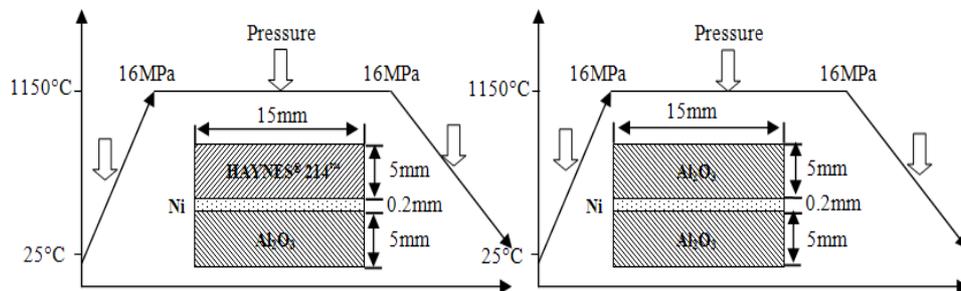


Figure V.8 : Géométrie des assemblages et cycle thermique.

Différents modèles de comportement ont été appliqués (élastique, élasto-plastique et élasto-visco-plastique). Le cas le plus simple revient à considérer des lois de comportement dans le domaine élastique, mais cette démarche n'est généralement pas satisfaisante car elle conduit à des valeurs de contraintes largement surestimées qui dépassent parfois la contrainte à la rupture du matériau. En conséquence, la modélisation par élément finis doit prendre en compte les propriétés élasto-plastiques voire élasto-visco-plastiques.

Une étude paramétrique, doit nous permettre de dégager les facteurs qui influent de façon déterminante sur les contraintes résiduelles d'origine thermomécanique.

V.5. MÉTHODE NUMÉRIQUE

La modélisation des contraintes d'origines thermiques est conduite sur la pièce de géométrie simple (Figure V.9). La démarche calculatoire entreprise est la suivante :

La première étape d'une modélisation des contraintes résiduelles d'origine thermique est le maillage en éléments finis de la structure à analyser. Puis intervient le calcul du chargement thermique et finalement le calcul des contraintes et déformation au cours de ce chargement. Le maillage et la géométrie des mailles doivent prendre en considération les symétries éventuelles des pièces et peuvent être affinés, si on le désire, aux endroits caractérisés par une discontinuité (bord, interface) qui peuvent être source de forts gradients ou de concentration de contraintes. Un maillage fin sera plus précis mais augmente en conséquence le temps de calcul.

V.6. DONNÉES ET HYPOTHÈSES DU CALCUL

V.6.1. Le maillage

Les hypothèses liées à la symétrie permettent de schématiser la pièce par une représentation bidimensionnelle selon un plan délimité par l'épaisseur « y » de l'assemblage et sa longueur « x ». Ceci signifie qu'une ligne repérée par des nœuds peut être considérée comme une ligne isotherme et par voie de conséquence est également une ligne isocontrainte.

Le maillage pratiqué est schématisé sur la figure V.9. Il s'agit de mailles rectangulaires de type DC2D4 (An 4-node linear heat transfer quadrilateral) dans le cas du chargement thermique et de type CPS8R (An 8-node bi-quadratic Plane stress quadrilateral, reduced integration) dans le cas du calcul des contraintes et des déformations au cours du chargement mécanique (Figure V.10).

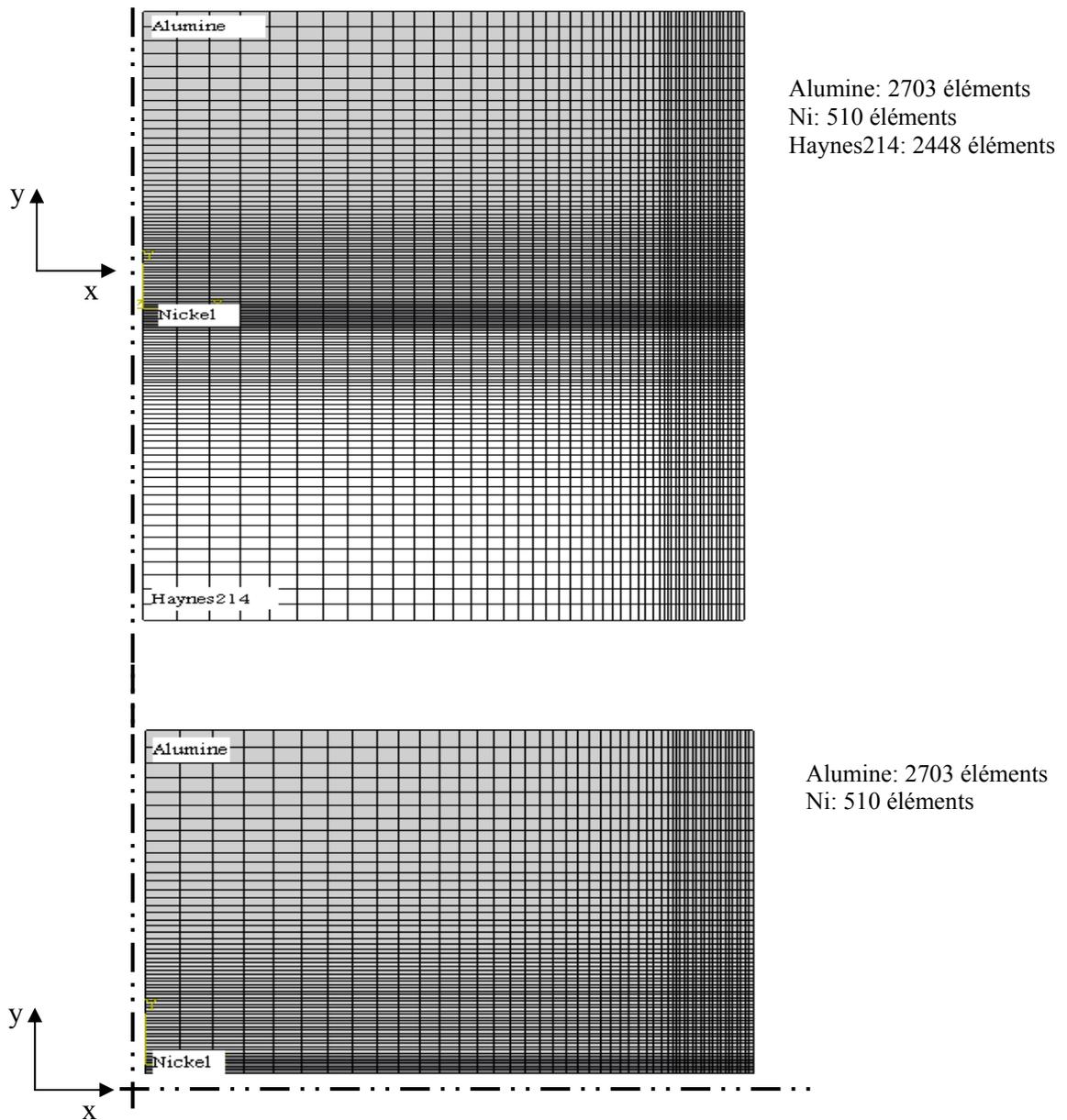


Figure V.9 : Maillage bidimensionnel de l'assemblage $Al_2O_3/Ni/HAYNES^{TM}214^{\circ}$ et $Al_2O_3/Ni/Al_2O_3$.

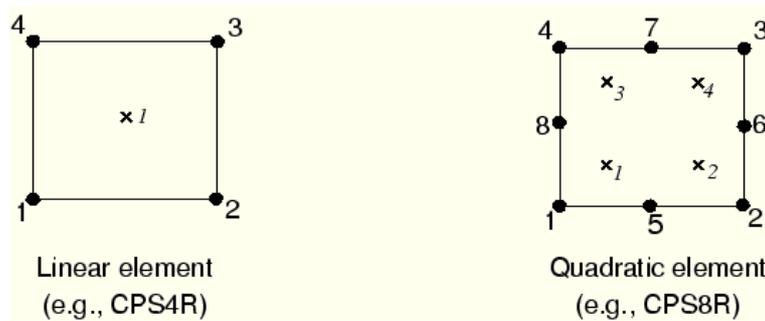


Figure V.10 : Type de maille utilisée pour le calcul des contraintes résiduelles.

V.6.2. Calcul du chargement thermique

Au cours de la thermocompression, l'assemblage subit un cycle thermique composé d'un chauffage de $200\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ jusqu'à la température de l'assemblage $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, suivi d'un maintien d'une heure, et enfin un refroidissement lent de $150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ correspondant approximativement à l'inertie thermique de l'enceinte du four jusqu'à $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. La pression est maintenue constante à 16 MPa pendant tout le cycle thermique. On considère que les surfaces externes du multimatériau suivent rigoureusement le refroidissement du four (les coefficients d'échange thermique ne sont pas pris en compte). Le calcul des températures internes de l'assemblage est effectué grâce aux caractéristiques thermophysiques des matériaux polycristallins, si possible en fonction de la température (cf. Tableaux III.2, 4 et 9).

L'examen des cartographies des isothermes au cours du refroidissement, confirme que le refroidissement est tellement lent que le gradient thermique est négligeable. Cela confirme l'hypothèse implicite qui consiste à négliger la genèse des contraintes résiduelles qui sont issue d'un gradient de température entre deux zones distinctes de la pièce (Figure V.11).

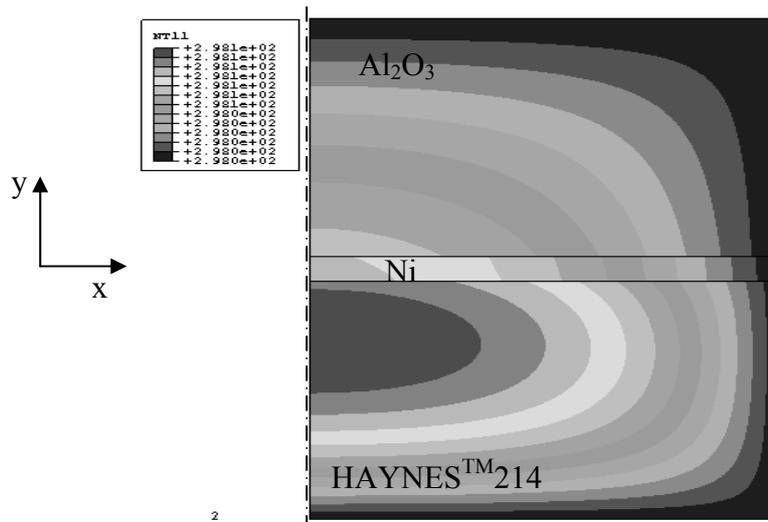


Figure V.11 : Cartographie des courbes isothermes lors du refroidissement d'un assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ à $150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$.

Les constantes élastiques E et ν , la limite d'élasticité σ_y , les coefficients d'expansion thermique α ainsi que les paramètres de fluage A et n pour chaque matériau en fonction de la température ont été nécessaires pour la simulation (cf. Chapitre III, Tableaux III.2, 4 et 9).

Les propriétés thermomécaniques permettent de décrire les hypothèses de calcul retenues pour chaque matériau. La plupart sont extraites de la littérature, certaines ont pu faire l'objet d'expérimentation [22]. L'absence d'information sur les constantes

élastiques $v_{\text{Al}_2\text{O}_3}$, v_{Ni} et $v_{\text{Haynes214}}$ nous a obligé à les considérer comme indépendantes de la température.

Lors de la mise en données du calcul, nous avons considéré deux modèles :

- 1- Le modèle élasto-plastique où la céramique est considérée fragile, son comportement est supposée purement élastique (pas de limite d'élasticité). Le nickel et le superalliage HAYNESTM214[®] sont ductiles, leurs limites d'élasticité évoluent avec la température.
- 2- Le modèle élasto-visco-plastique où la céramique est aussi supposée purement élastique. Le nickel et le superalliage HAYNESTM214[®] sont ductiles, leurs limites élastiques évoluent avec la température et leurs déformations sont dépendantes du temps.

Nous avons tout le temps supposé que l'alumine a un comportement élastique. Les cartes de déformation de l'alumine pour une taille de grain de $10\ \mu\text{m}$ (Figure V.12), qui correspondaient parfaitement aux caractéristiques mécaniques de notre alumine montrent que le fluage débute à des températures supérieures à $0.5 T_f$ soit $\sim 1160\ \text{°C}$. Nous pouvons donc considérer que pour des températures inférieures à $1160\ \text{°C}$, ce qui est le cas dans nos assemblages, les déformations de l'alumine sont négligeables par rapport au nickel et l'alliage et que la déformation imposée lors du refroidissement est alors entièrement prise en compte par le nickel et le HAYNESTM214[®].

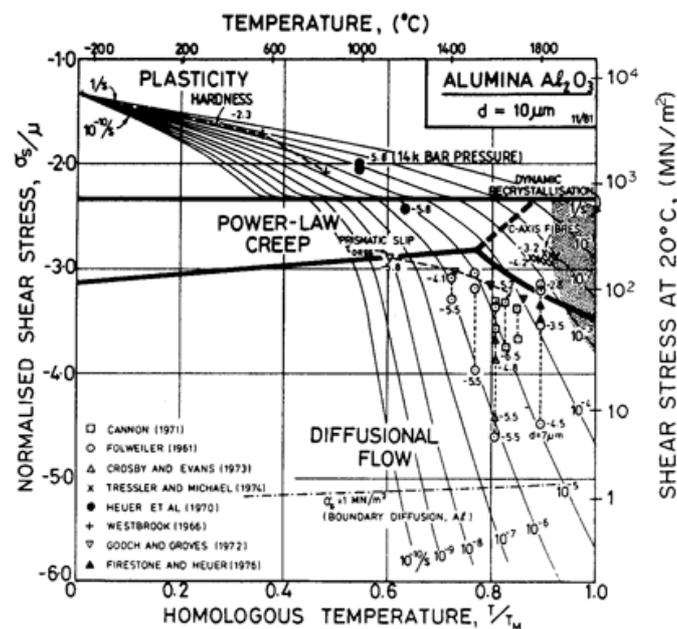


Figure V. 12 : Carte de déformation de l'alumine [22].

V.7. APPROCHE CALCULATOIRE

V.7.1. Approche élasto-plastique

Le premier modèle utilisé dans le calcul des contraintes résiduelles dans notre travail est un modèle élasto-plastique appliqué à un phénomène thermomécanique. Le modèle continu est utilisé afin de calculer les déformations et les contraintes développées dans

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ lors du refroidissement depuis la température de 1150 °C vers la température ambiante. Un refroidissement uniforme est appliqué (i.e., pas de gradient thermique), et les propriétés des matériaux sont indépendantes du temps (i.e., pas du fluage).

La solution numérique est obtenue en utilisant le code *ABAQUS 6.6.1*, logiciel de simulation numérique qui utilise l'approche en éléments finis (EF) afin d'obtenir les solutions des équations différentielles partielles de l'équilibre de la forme lagrangienne. Le comportement plastique des matériaux implique une réponse non linéaire. La solution est obtenue après un certain nombre d'incréments suivi de plusieurs itérations afin d'obtenir l'équilibre. Approximativement 85 incrémentes ont été suffisants pour résoudre le calcul dans le cas de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ et 30 incrémentes dans le cas du $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Dans toute la simulation nous avons utilisé des éléments de second ordre quadratiques avec intégration réduite. Dans notre analyse nous avons supposé que les contraintes étaient planes.

Nous avons analysé par la méthode des éléments finis la répartition des contraintes résiduelles et leurs intensités dans les couples $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$. Pour des raisons de symétrie de géométrie de ses couples, nous avons étudié le quart de l'échantillon du bimatériau dans le cas de la liaison symétrique ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$) et la moitié de l'échantillon dans le cas de la liaison non symétrique ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$). L'analyse de ces contraintes a été faite sur le bord libre de l'échantillon selon la direction 1 (figure V.13). Pour une épaisseur de céramique égale à celle de l'alliage (5mm), un joint de nickel de 0.2 mm et le cycle thermique de la figure V.8.

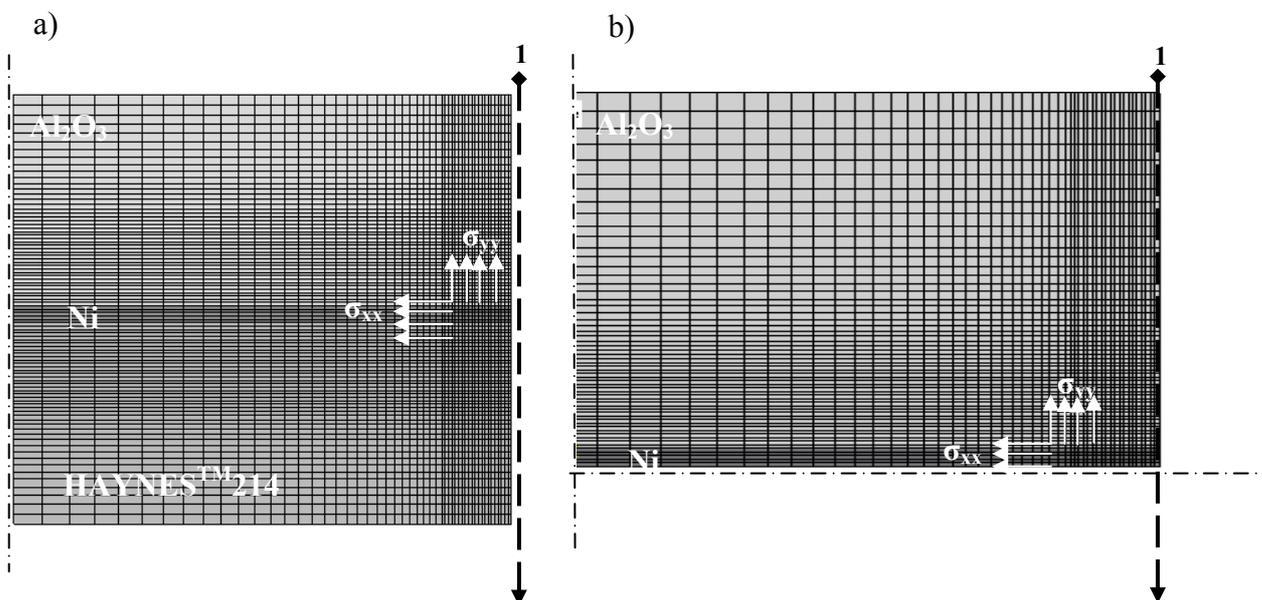


Figure V. 13 : Représentation schématique des deux configurations d'assemblages métal/céramique étudiées avec la direction des contraintes par rapport à l'interface, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Les résultats ainsi obtenus sont représentés sur les figures V.14, 15 et 16. Ces figures illustrent respectivement la variation des contraintes résiduelles parallèles (σ_{xx}), perpendiculaires (σ_{yy}) et de cisaillement (σ_{xy}) des multimatériaux $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$, en fonction de la distance à l'interface, pour la direction 1 (cf. figure V.13).

L'analyse de la figure V.14 montre que, quelle que soit la nature du couple, les contraintes résiduelles parallèles σ_{xx} sont fortement localisées au niveau de l'interface au bord libre de l'assemblage. Ces contraintes sont positives dans la céramique et négatives dans le métal.

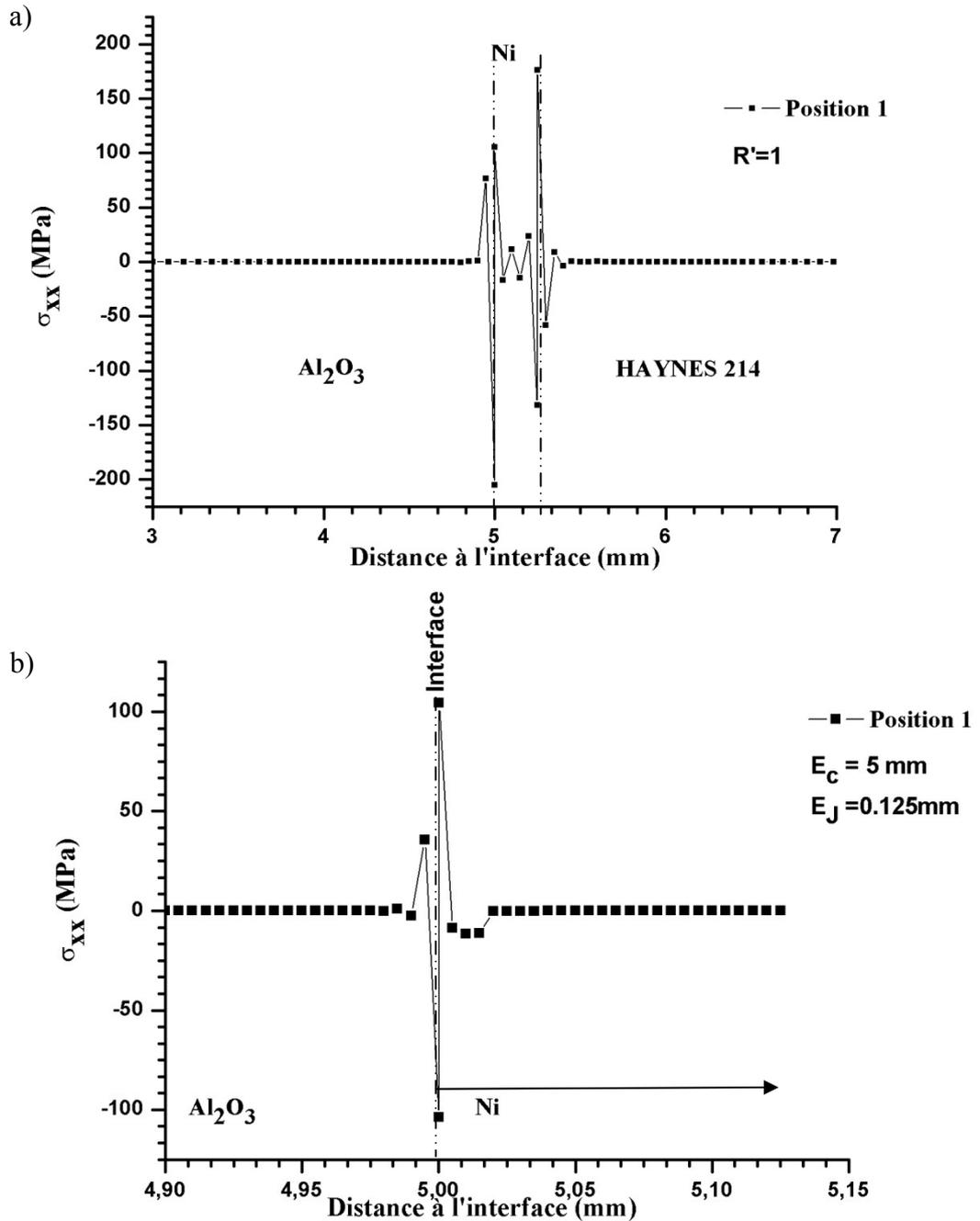


Figure V. 14: Variation des contraintes parallèles σ_{xx} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-plastique a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Sur les figures V.15 nous avons illustré la variation des contraintes résiduelles normales σ_{yy} dans les deux couples $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ respectivement. Notons que ces contraintes ont été déterminées perpendiculairement à l'interface.

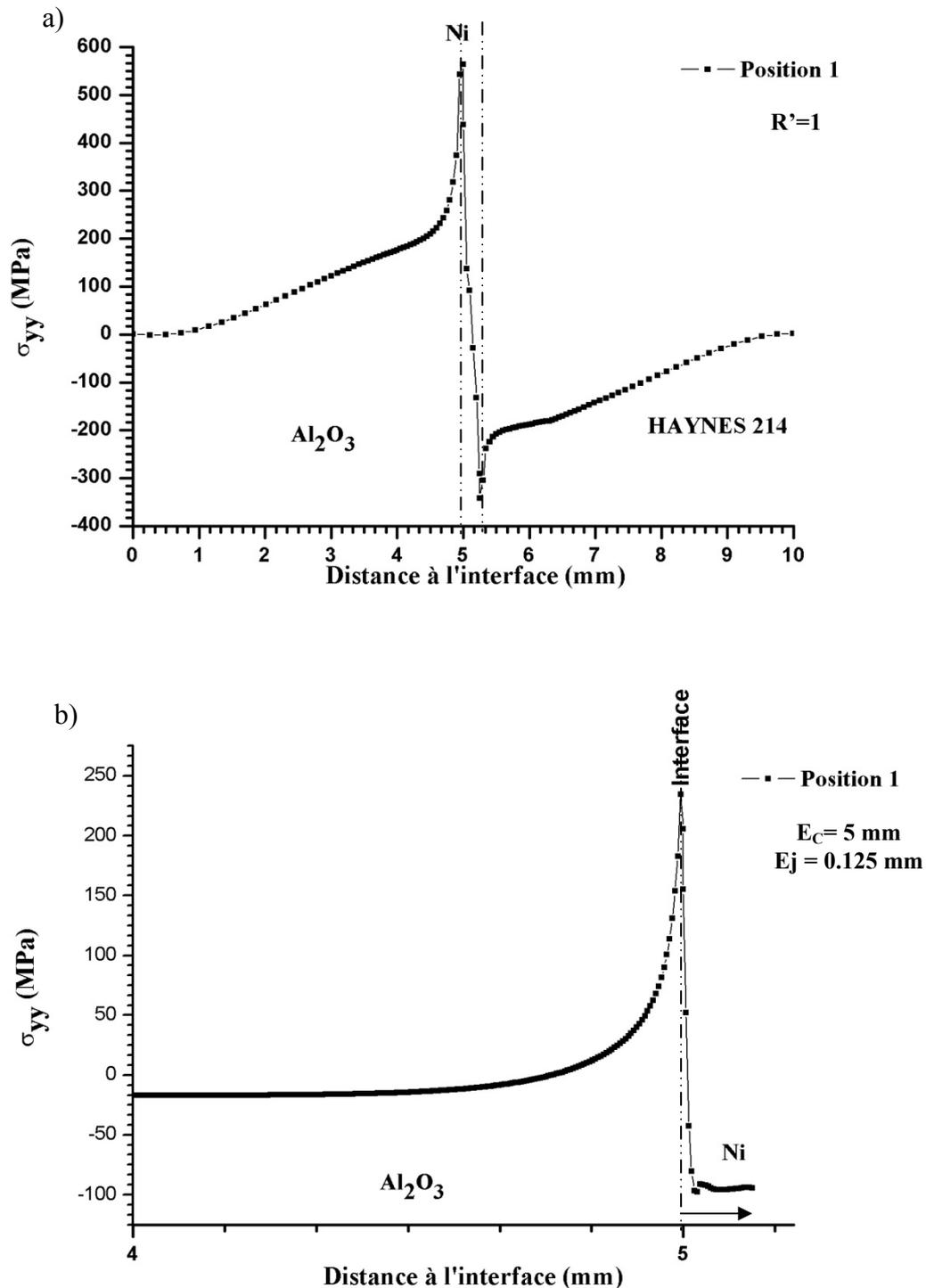


Figure V. 15: Variation des contraintes normales σ_{yy} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-plastique a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Les figures V.15a et b montrent clairement que comparativement aux contraintes parallèles σ_{xx} , les contraintes normales σ_{yy} sont d'une intensité plus forte. Elles sont plus

importantes au voisinage de l'interface, près du bord de l'assemblage. L'assemblage Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214 donne naissance à des contraintes plus élevées (> 550 MPa) que l'assemblage Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ (> 230 MPa). De part leurs amplitudes, les contraintes résiduelles normales σ_{yy} restent fortes et peuvent constituer un risque d'endommagement des multimatériaux. Ce comportement est observé quel que soit le couple étudié.

Pour une analyse complète des états de contraintes résiduelles, nous avons déterminé la distribution des contraintes de cisaillement σ_{xy} . Les résultats obtenus sont représentés sur la figure V.16 pour les couples Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®] et Al₂O₃/Ni/Al₂O₃.

L'analyse de cette figure montre que ces contraintes sont peu intenses par rapport aux contraintes parallèles (σ_{xx}) et normales (σ_{yy}). Proche ou loin de l'interface elles présentent une faible amplitude. Nous notons cependant que cette amplitude est plus forte au bord qu'au centre de la jonction. Ce comportement est observé quelle que soit la nature des couples. Cependant l'assemblage Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®] crée des contraintes internes plus significatives que celles engendrées dans l'assemblage Al₂O₃/Ni/Al₂O₃.

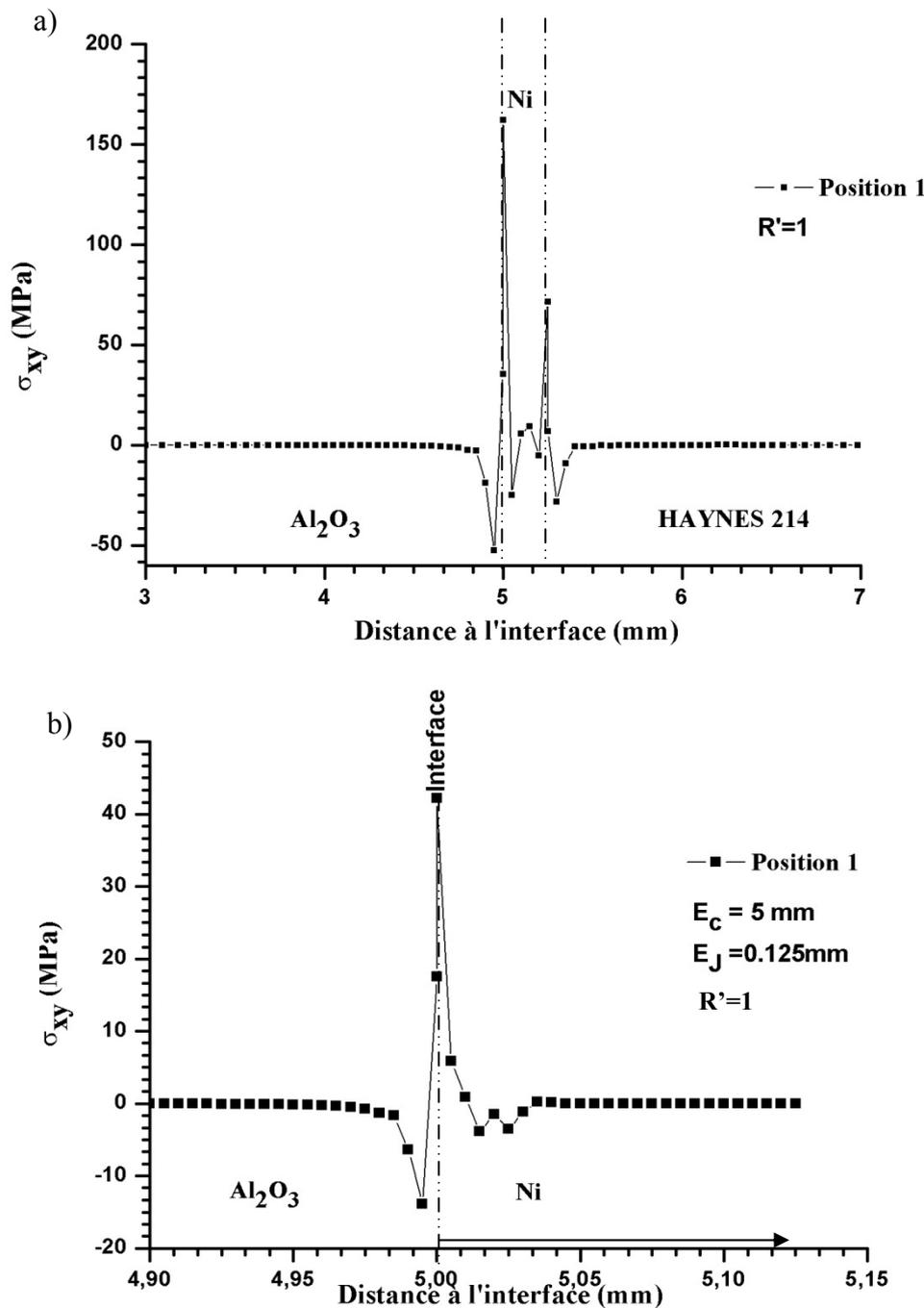
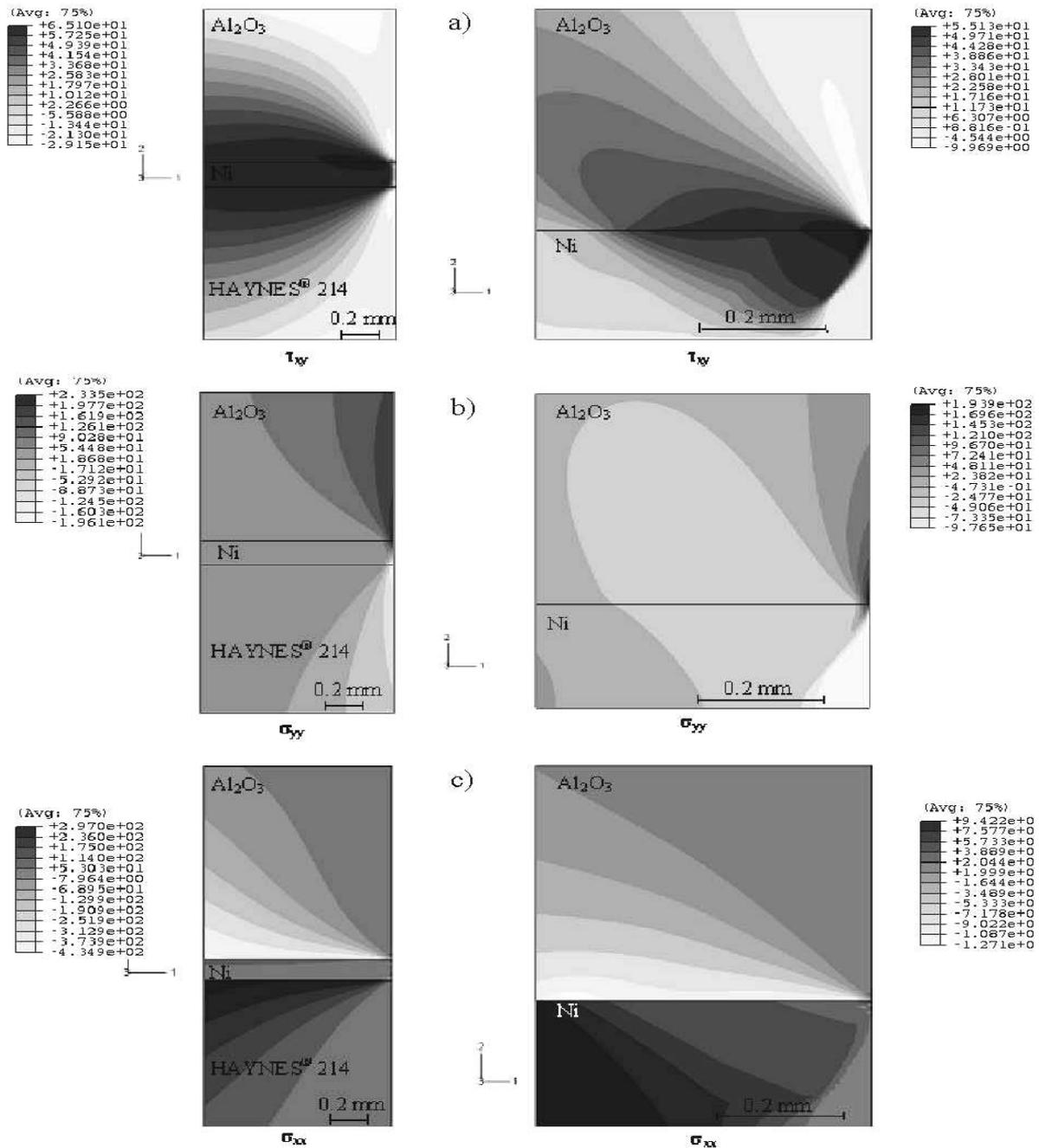


Figure V. 16: Variation des contraintes de cisaillement σ_{xy} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-plastique a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

V.7.2. Approche élasto-visco-plastique

La géométrie et les conditions sont les mêmes que pour le modèle élasto-plastique. Dans notre cas et pour les assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ nous avons trouvé des contraintes selon le modèle élasto-plastique très élevées. Dans certains cas les contraintes dépassent la limite de rupture en traction de la céramique ($\approx 450 \text{ MPa}$). Il semble donc qu'un calcul en modèle élasto-visco-plastique soit plus réaliste.

La figure V.17 montre la cartographie de la répartition des contraintes résiduelles dans les deux systèmes étudiés : $Al_2O_3/Ni/Al_2O_3$ et $Al_2O_3/Ni/HAYNES^{TM}214^{\circledR}$ pour les trois composantes de la contrainte. (i) σ_{yy} contrainte normale à l'interface, (ii) σ_{xx} la contrainte parallèle à l'interface et σ_{xy} contrainte de cisaillement dans le plan des contraintes planes. Ces représentations donnent un aperçu global du niveau de contraintes résiduelles. On remarque que la céramique est globalement en compression, ce qui est bénéfique pour sa tenue mécanique. En revanche, on note la présence d'une zone en très forte tension située près du bord libre de la céramique. Une exploitation précise des résultats est plus aisée à partir du tracé de coupes choisies.



L'analyse des contraintes résiduelles a été faite sur plusieurs positions de l'échantillon numérotées par 1,2,3 et 4 (figure V.18).

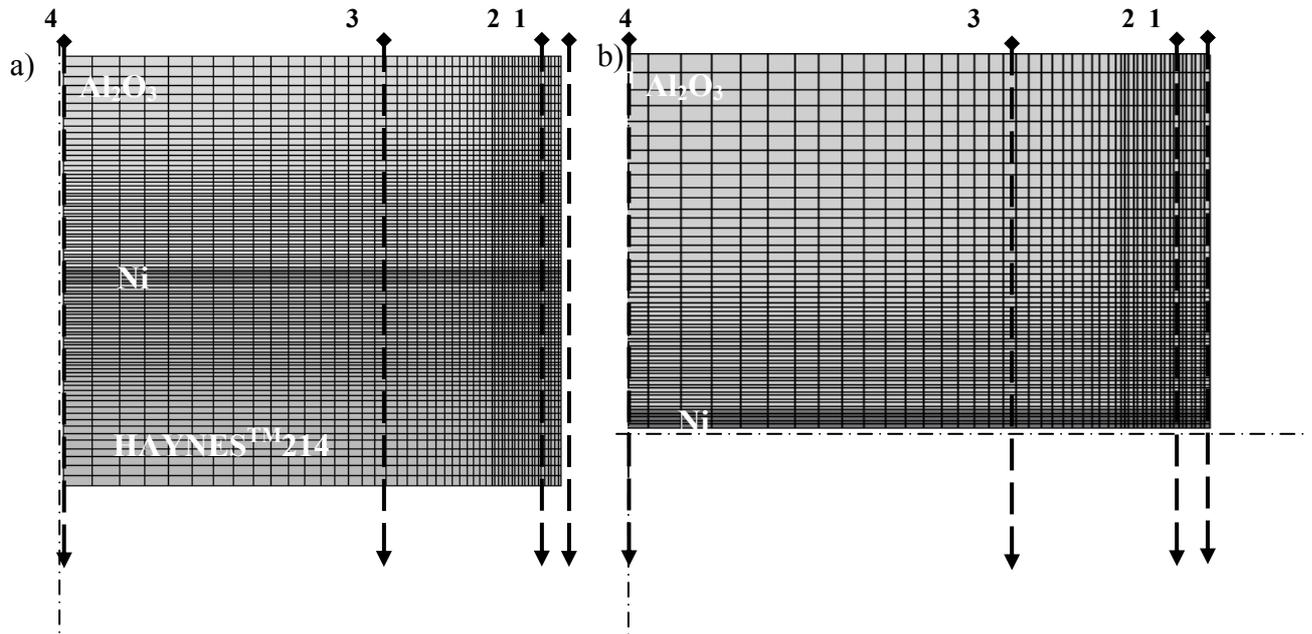


Figure V.18 : Représentation schématique des deux configurations d'assemblages métal/céramique étudiées, a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

La figure V.19a montre que dans le cas de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ les contraintes parallèles σ_{xx} sont en traction dans la céramique et en compression dans l'alliage sur le bord libre de l'assemblage. Au fur et à mesure qu'on s'éloigne du bord, ces contraintes changent de signe. Elles augmentent en valeur absolue, montrant ainsi que la céramique est bien globalement en compression et l'alliage en traction. Même constatation pour le système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

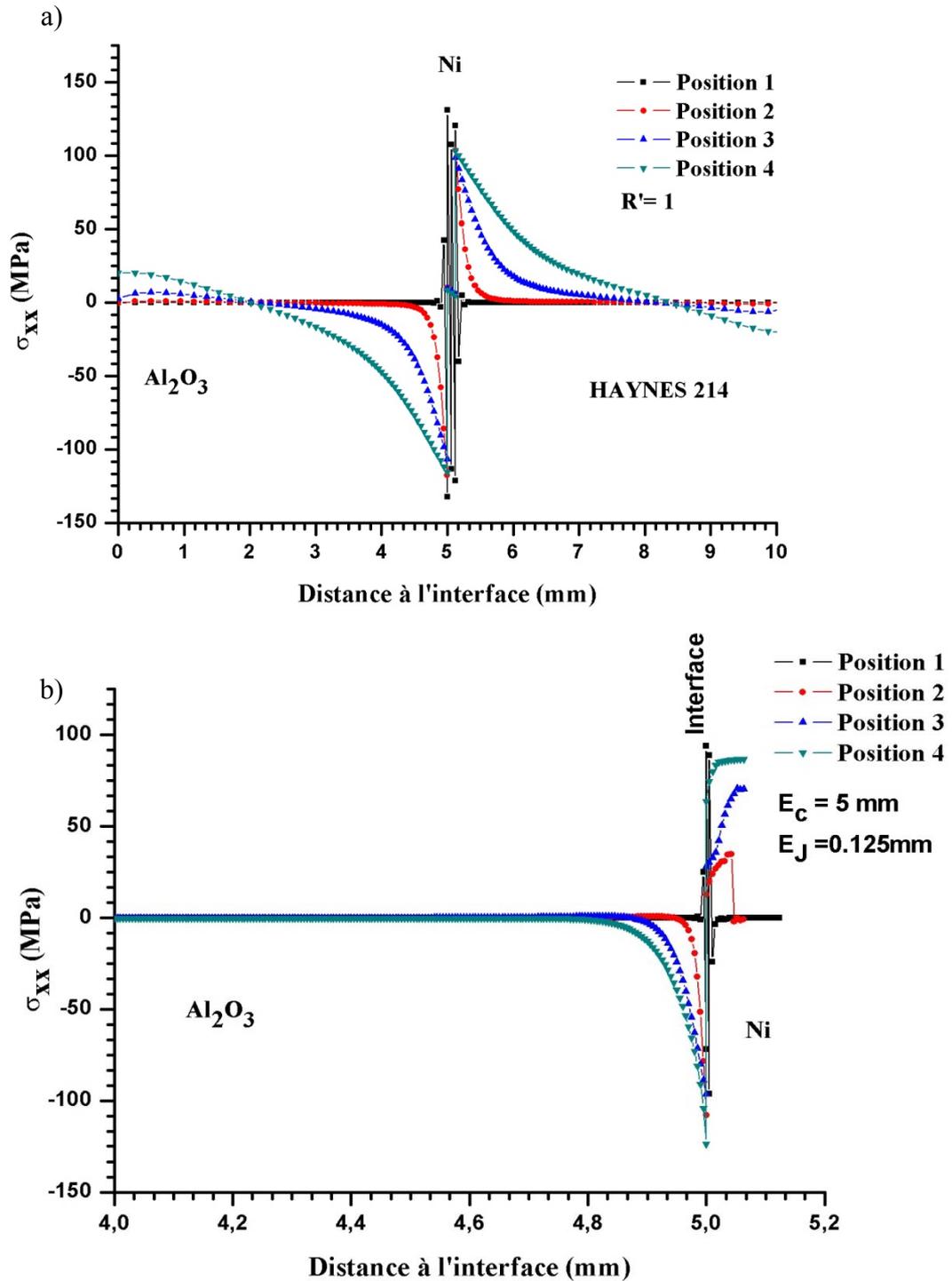


Figure V. 19 : Variation des contraintes parallèles σ_{xx} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-visco-plastique selon les directions 1,2,3 et 4 (cf. Figure V.18),
a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Dans la figure V.20a nous avons représenté la distribution des contraintes normales σ_{yy} de l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$, dans les différentes directions citées ci-dessus. On remarque qu'au bord de la jonction les valeurs des contraintes sont fortement en tension (≈ 233 MPa, Position 1). Loin du bord les contraintes σ_{yy} tendent à s'annuler. Alors, que dans le cas de l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ la traction est observée seulement sur le bord libre de la jonction (Position 1) (Figure V.20b).

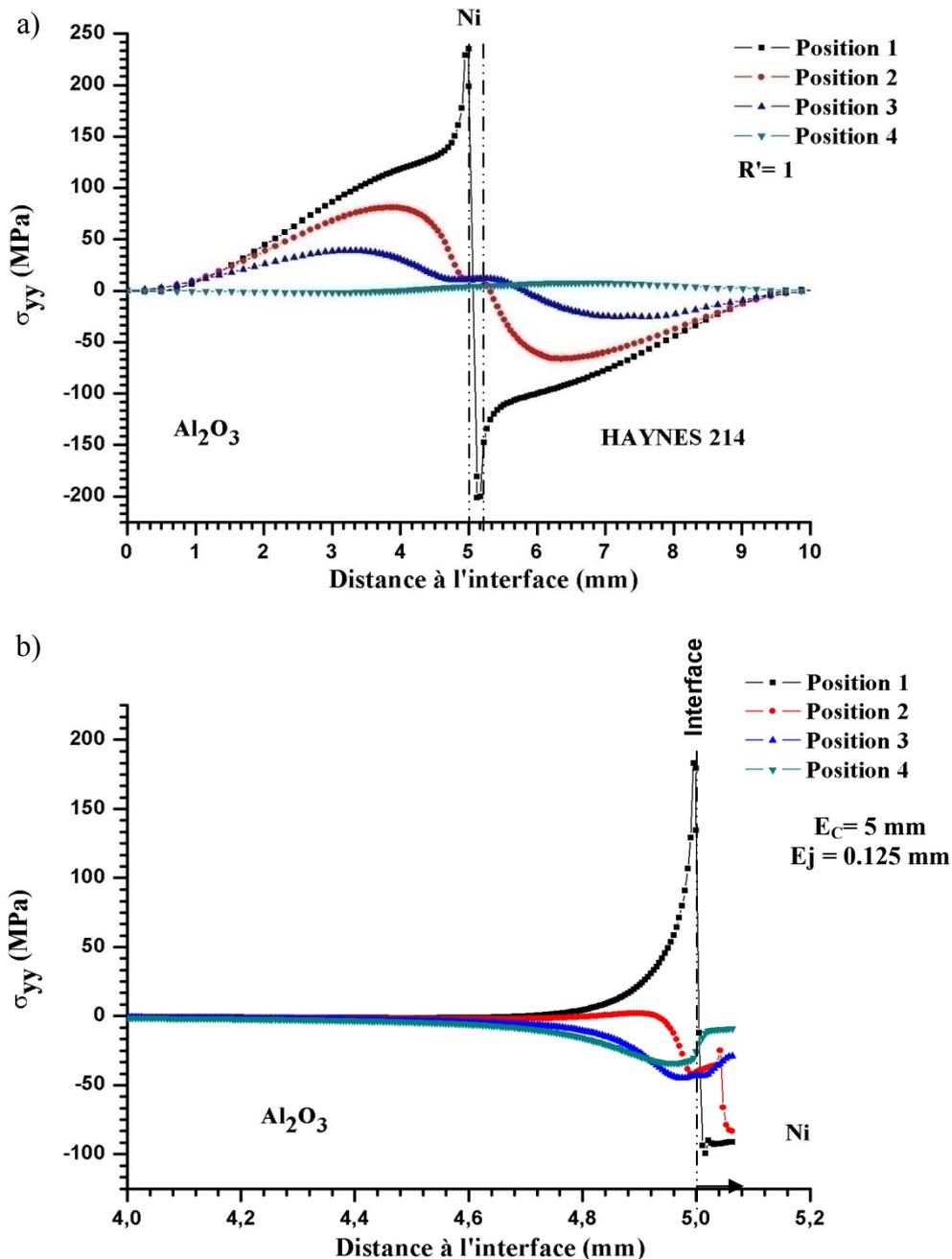


Figure V. 20: Variation des contraintes normales σ_{yy} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-visco-plastique selon les directions 1,2,3 et 4 (cf. Figure V.18), $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

L'exploitation des résultats des courbes de cisaillement montre que la céramique et l'alliage (HAYNESTM214) présentent des contraintes négatives alors que dans le joint de nickel les contraintes sont positives (Figure V.21a - position 1). En s'éloignant du bord, les valeurs de ces contraintes augmentent en valeurs absolue.

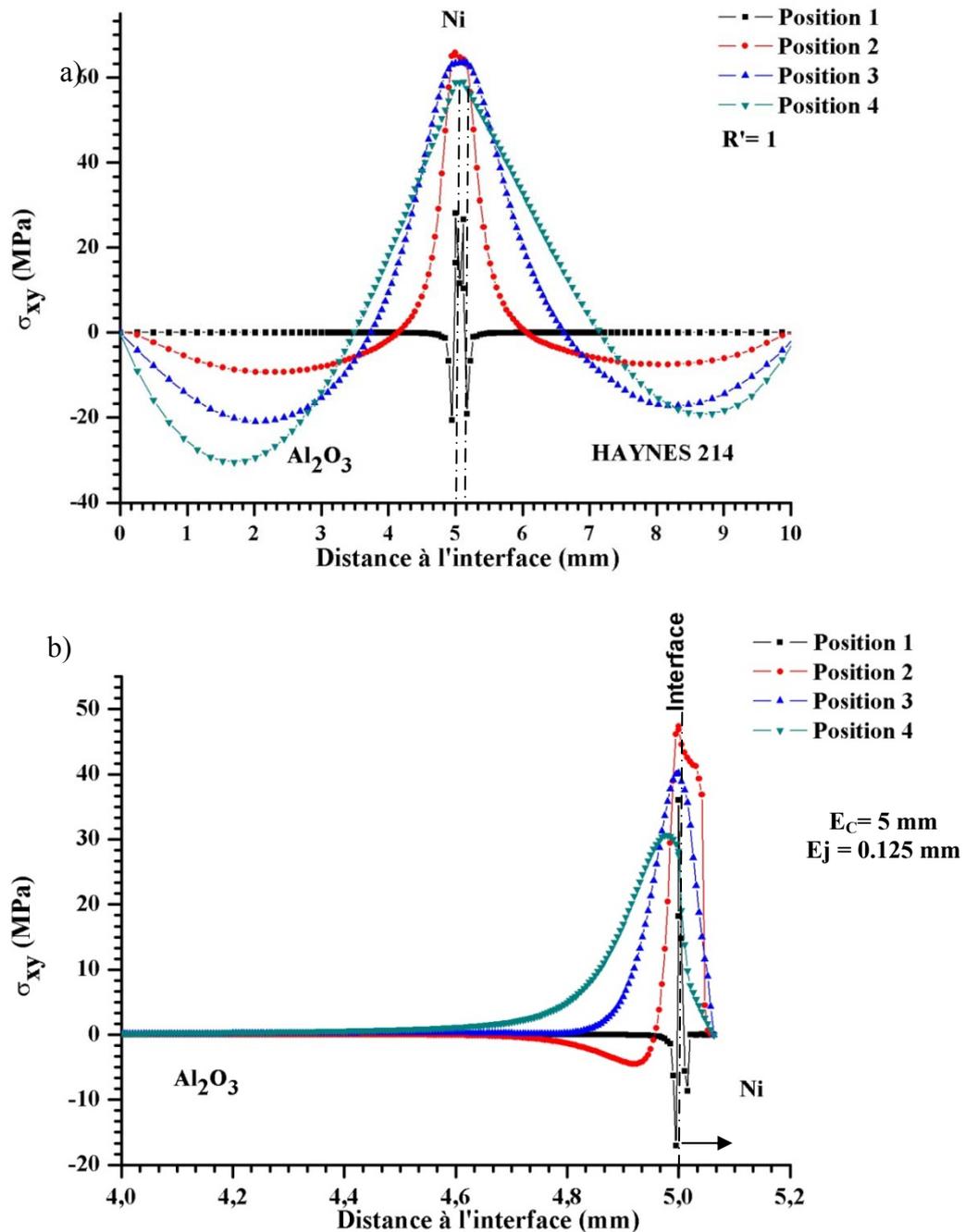


Figure V. 21: Variation des contraintes de cisaillement σ_{xy} en fonction de la distance à l'interface en mode élasto-visco-plastique selon les directions 1,2,3 et 4 (cf. Figure V.18), $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Dans le cas de l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ la céramique est en compression seulement dans les régions proches du bord libre (Position 1 et 2). Elle passe des contraintes positives au contraintes négatives (Position 3 et 4) (Figure V.21).

V.8. COMPARAISON ENTRE LES DEUX MODÈLES DE CALCULS

Les résultats obtenus entre les différents modes de calcul montrent que dans le cas des assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ le calcul en élasto-visco-plastique ne donne pas une grande différence par rapport au calcul en mode élasto-plastique. Alors que dans le cas des assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$, la différence existe et cela est dû essentiellement au fluage de l'alliage et du joint de nickel. Une différence de l'ordre de 300 MPa en contrainte σ_{yy} entre le calcul élasto-plastique et élasto-visco-plastique est observée (Figure V.22).

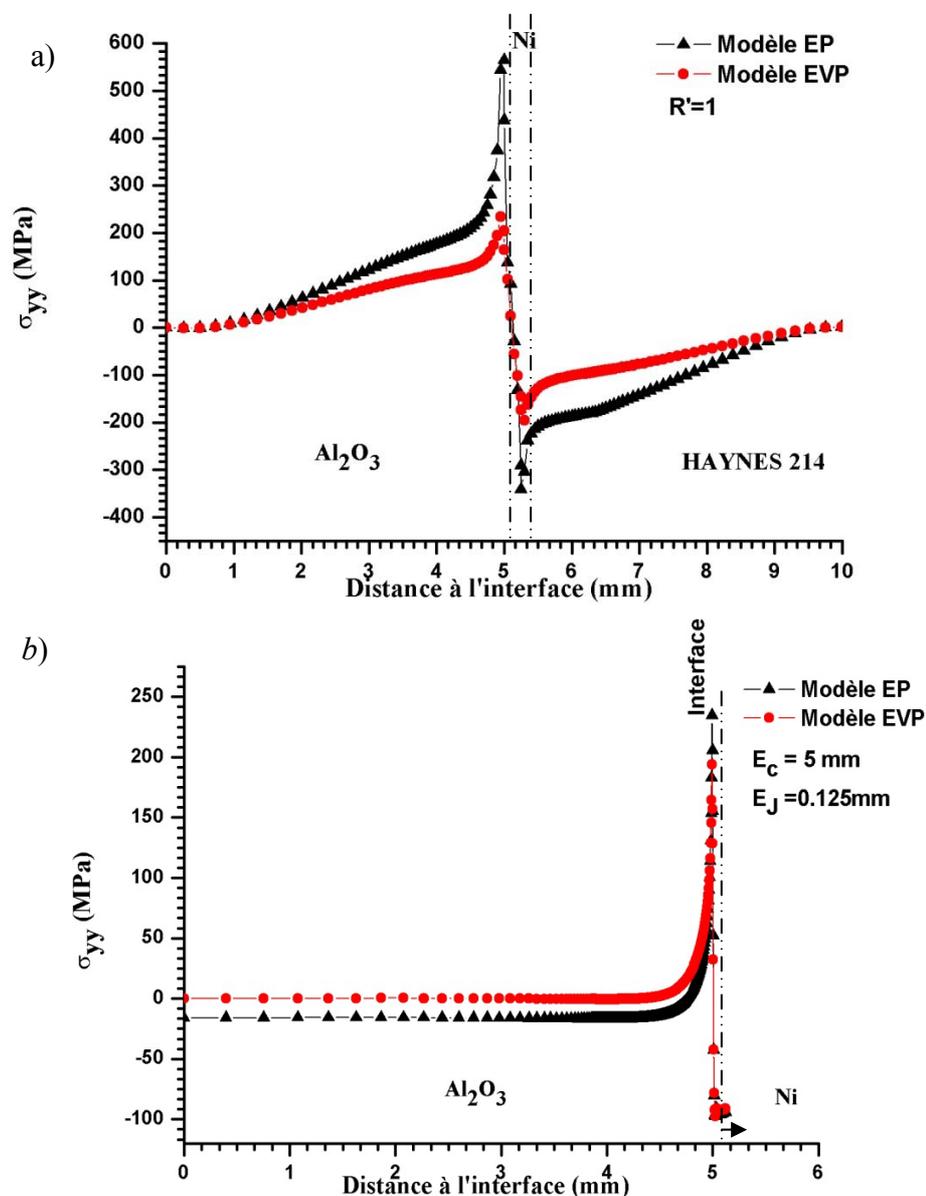


Figure V. 22: Comparaison entre les deux modèles de calculs (EP et EVP) sur le bord libre de l'assemblage. a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Le tableau V.4 donne une analyse complète des états de contraintes résiduelles pour trois lois de comportement ; élastique (E), élasto-plastique (EP) et élasto-visco-plastique (EVP) pour les deux systèmes étudiés.

	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
	HAYNES TM 214 [®]	HAYNES TM 214 [®]	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Haynes214} :5mm	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Haynes214} :5mm	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Al₂O₃} :5mm	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Al₂O₃} :5mm	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Al₂O₃} :5mm
	Elasto-plastique	Elasto-visco-plastique	Elastique	Elasto-plastique	Elasto-visco-plastique
	CONTRAINTES RÉSIDUELLES EN MPa				
$\sigma_{\min-xx} =$	-617,7	-113,6	-643,7	-103,9	-96,3
$\sigma_{\max-xx} =$	367,7	93,1	512,3	104,3	93,9
$\sigma_{\min-yy} =$	-342,2	-196,2	-1320	-97,6	-97,6
$\sigma_{\max-yy} =$	583,4-	233,5	589,4	234,4	193,8
$\sigma_{\min-xy} =$	-52,3	-8,3	-70,4	-14,21	-9,8
$\sigma_{\max-xy} =$	162,3	42,5	392,8	42,2	34,2

Tableau V.4 : Comparaison entre les différents modèles de calcul pour les systèmes Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ et Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®].

V.9. PARAMÈTRES INFLUENÇANT LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

Après avoir souligné l'influence de la loi de comportement choisi sur la valeur des contraintes résiduelles, un autre paramètre peut jouer un rôle prépondérant : la géométrie des matériaux constitutifs de l'assemblage. Pour cela nous avons pris en considération ce paramètre en simulation numérique afin d'optimiser les assemblages.

V.9.1. Influence de l'épaisseur du joint ou du rapport $R = E_j / l$

L'examen des différents résultats obtenus montre clairement que le niveau des contraintes résiduelles change en fonction de l'épaisseur E_j du joint en nickel ainsi que du rapport R défini comme le rapport de l'épaisseur du joint « E_j » sur la longueur du contact « l » dans les deux types d'assemblage (Figure V.23).

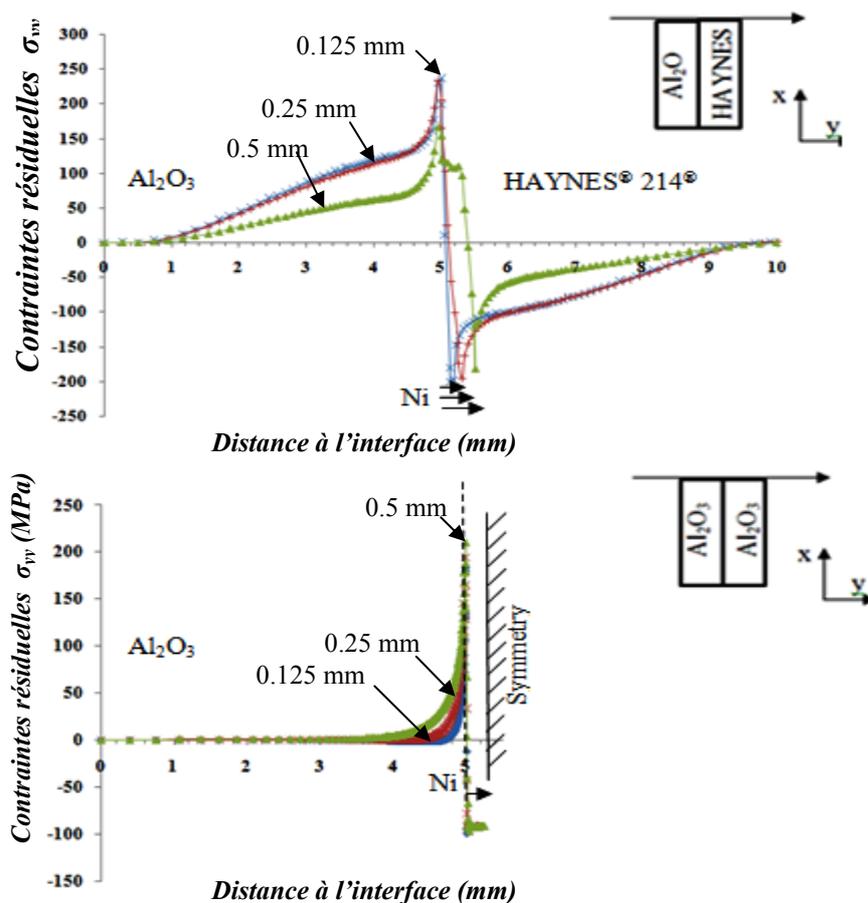


Figure V.23 : Prédiction de la variation de la contrainte normale σ_{yy} avec l'épaisseur du joint (0.125, 0.25, 0.5 mm) pour les deux systèmes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ or $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{®}}214$, en mode élasto-visco-plastique pour une épaisseur de céramique et d'alliage de 5 mm.

Pour le cas du système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ les faibles épaisseurs du joint conduisent à de fortes valeurs de contraintes, essentiellement en σ_{yy} . L'optimum des contraintes est obtenu pour une épaisseur de l'ordre de 0.5 mm. Alors que le comportement de l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ se comporte en sens inverse. Ce dernier se caractérise par une diminution des contraintes pour des épaisseurs faibles de joint. Pour notre cas, l'optimum est alors obtenu pour une épaisseur du joint de nickel de l'ordre de 0.125 mm (Figure V.23).

La dimension des pièces jouent aussi un rôle important. Cette dernière a une influence directe sur l'intensité des contraintes résiduelles et elle est lié en particulier au rapport de la longueur du contact « l » (ou diamètre « d ») sur l'épaisseur du joint « E_j ». Un rapport $R = E_j/l$ important conduit à des contraintes élevées dans le cas du $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et plus faibles dans le cas du $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ (Figure V.24).

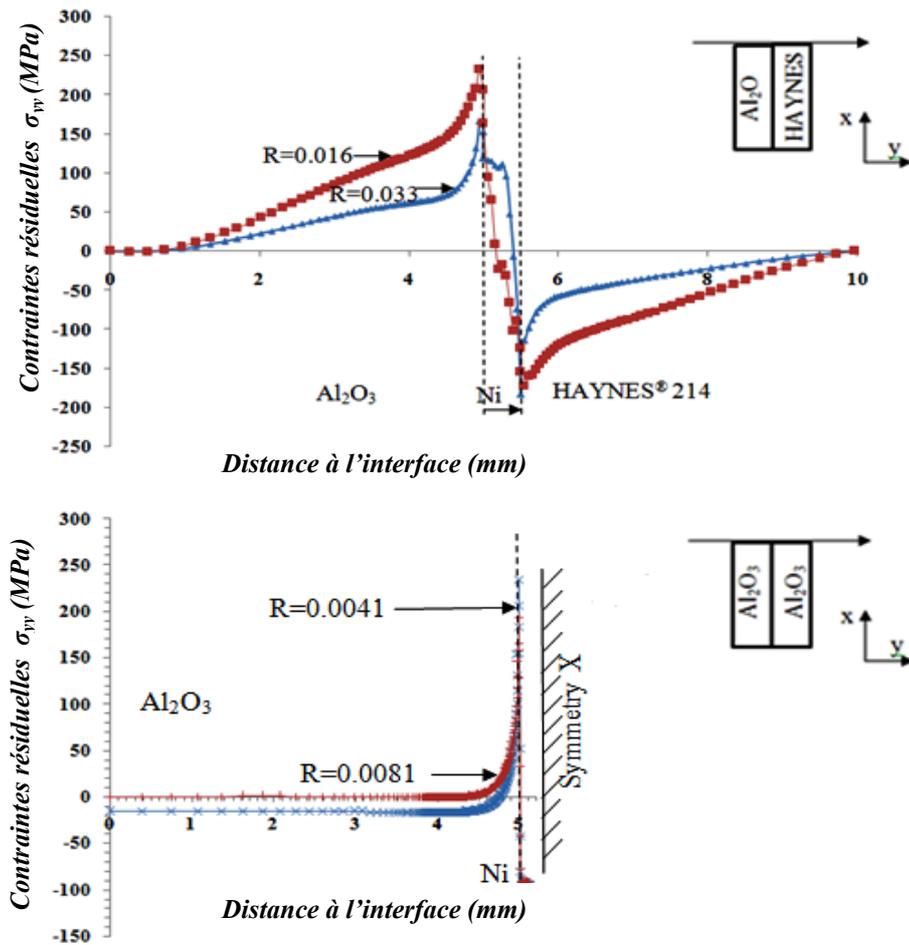


Figure V. 24: Prédiction de la variation de la contrainte normale σ_{yy} avec le rapport $R = l/Ej$ pour les deux systèmes étudiés $Al_2O_3/Ni/Al_2O_3$ et $Al_2O_3/Ni/HAYNES^{TM}214^{\circ}$ en mode élasto-visco-plastique.

L'analyse complète des états de contraintes résiduelles en fonction de l'épaisseur du joint et le paramètre R est illustrée dans le tableau ci-dessous :

Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
HAYNES TM 214 [®]	HAYNES TM 214 [®]	HAYNES TM 214 [®]	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.125mm E _{Haynes214} :5mm R = 0.0083	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm E _{Haynes214} :5mm R = 0.016	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.5mm E _{Haynes214} :5mm R = 0.033	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.125mm R = 0.0083	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.25mm R = 0.016	E _{Al₂O₃} :5mm E _{Ni} : 0.5mm R = 0.033
Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique
CONTRAINTES RÉSIDUELLES EN MPa					
$\sigma_{\min-xx}=131,2$ $\sigma_{\max-xx}=-131$	93,1 -113,6	92,6 -125,1	86,8 -123,7	93,9 -96,4	86,6 -94,74
$\sigma_{\min-yy}=235,2$ $\sigma_{\max-yy}=-201$	233,5 -196,1	166,4 -182,6	183,1 -99,4	193,8 -97,64	210,2 -95,9
$\sigma_{\min-xy}=28,1$ $\sigma_{\max-xy}=-20,6$	42,4 -8,3	20,9 -25,5	35,9 -17,1	42,4 -8,32	36,8 -10,1

Tableau V.5 : Influence de l'épaisseur du joint et du rapport $R=Ej/l$ sur les contraintes résiduelles pour les deux systèmes étudiés Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ et Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®].

Les résultats obtenus montrent clairement que quelle que soit l'épaisseur du joint ou le rapport R défini, la céramique reste toujours en tension près du bord libre de la liaison alors que le joint en nickel ou l'alliage est en compression. Il est à noter que le joint du nickel permet d'adapter les contraintes entre la céramique et l'alliage (Figure V.24). L'optimum des résultats est obtenu pour $R = 0.033$ dans le cas de l'assemblage Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®] et $R = 0.0083$ dans le cas de l'assemblage Al₂O₃/Ni/Al₂O₃.

V.9.2. Influence du rapport $R' = Ec/Ea$

La figure V.25 et le tableau V.6 montrent clairement que, pour une épaisseur du joint constante ($Ej = 0.125$ mm) les contraintes résiduelles dépendent de l'épaisseur de la céramique ou en toute rigueur du rapport épaisseur de la céramique sur l'épaisseur de l'alliage « $R' = Ec/Ea$ ». Dans notre cas de figure, il est impératif d'avoir $Ea > Ec$ pour minimiser les contraintes ($R' < 1$). Les essais expérimentaux de cisaillement (cf. Chapitre V, Tableau V.2) vont dans le même sens que nos résultats numériques. L'optimum est obtenu dans le cas de la liaison Al₂O₃/Ni/HAYNESTM214[®] pour $R' = 0.06$.

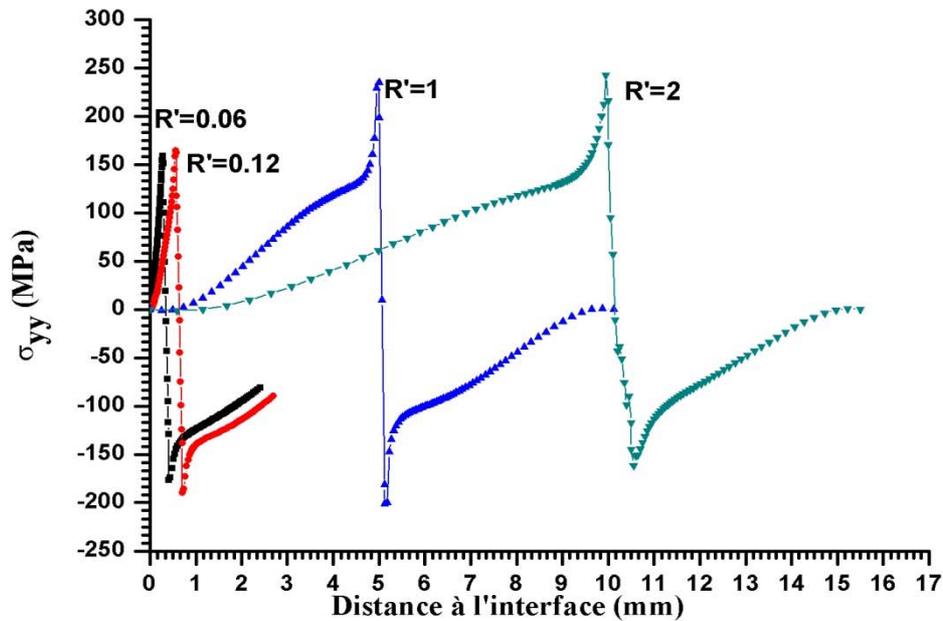


Figure V.25 : Prédiction de la variation de la contrainte normale σ_{yy} avec le paramètre $R' = Ec$ (5mm)/ Ea (0.06, 0.12, 1 et 2 mm) pour le système Al₂O₃/Ni/HAYNES[®] 214TM en mode élasto-visco-plastique.

L'analyse complète des contraintes résiduelles est illustrée dans le tableau V.6.

Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
$E_{Al_2O_3} : 0.3\text{mm}$ $E_{Ni} : 0.125\text{mm}$ $E_{Haynes214} : 5\text{mm}$ $R' = 0.06$	$E_{Al_2O_3} : 0.6\text{mm}$ $E_{Ni} : 0.125\text{mm}$ $E_{Haynes214} : 5\text{mm}$ $R' = 0.12$	$E_{Al_2O_3} : 5\text{mm}$ $E_{Ni} : 0.125\text{mm}$ $E_{Haynes214} : 5\text{mm}$ $R' = 1$	$E_{Al_2O_3} : 10\text{mm}$ $E_{Ni} : 0.125\text{mm}$ $E_{Haynes214} : 5\text{mm}$ $R' = 2$
Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique	Elasto-visco-plastique
CONTRAINTES RÉSIDUELLES EN MPa			
$\sigma_{\min-xx} = -121,7$ $\sigma_{\max-xx} = 77,1$	-132,3 131	-49,9 31,3	-68,9 33,7
$\sigma_{\min-yy} = -176,2$ $\sigma_{\max-yy} = 159,3$	-189,7 164,4	-201 235,2	-161,3 242,7
$\sigma_{\min-xy} = -8,4$ $\sigma_{\max-xy} = 32,1$	-20,6 28,2	-8,9 35,9	-11,3 52,1

Tableau V 6 : Influence du rapport $R' = Ec/Ea$ sur les contraintes résiduelles pour le système Al₂O₃/Ni/HAYNESTM 214[®].

V.9.3. Influence de la géométrie ; cas d'une configuration Tube/joint/Tube

Des simulations numériques pour une configuration type Tube/joint/Tube de l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ ont été réalisées. Le calcul a été établi en respectant les conditions de symétrie du tube. Les mailles choisies sont de type DCAX4 (A 4-node linear axisymmetric heat transfer quadrilateral) dans le cas du chargement thermique et de type CAX4R (A 4-node bilinear axisymmetric quadrilateral, reduced integration) dans le cas du calcul des contraintes et des déformations au cours du chargement mécanique.

Les dimensions adoptées sont données dans le chapitre III (cf. Chapitre III, § III.6). La figure V.26 montre que dans le cas d'une configuration tube/tube, les contraintes normales σ_{yy} sont comme précédemment sensibles à l'épaisseur du joint. L'optimum est obtenu pour les épaisseurs les plus faibles $E_j = 0.3$ mm. On remarque que l'ordre de grandeur de ces contraintes est plus faible que celui engendré par une géométrie prismatique ($\sigma_{yy} = 120$ MPa et 233 MPa respectivement) (Figure V.27).

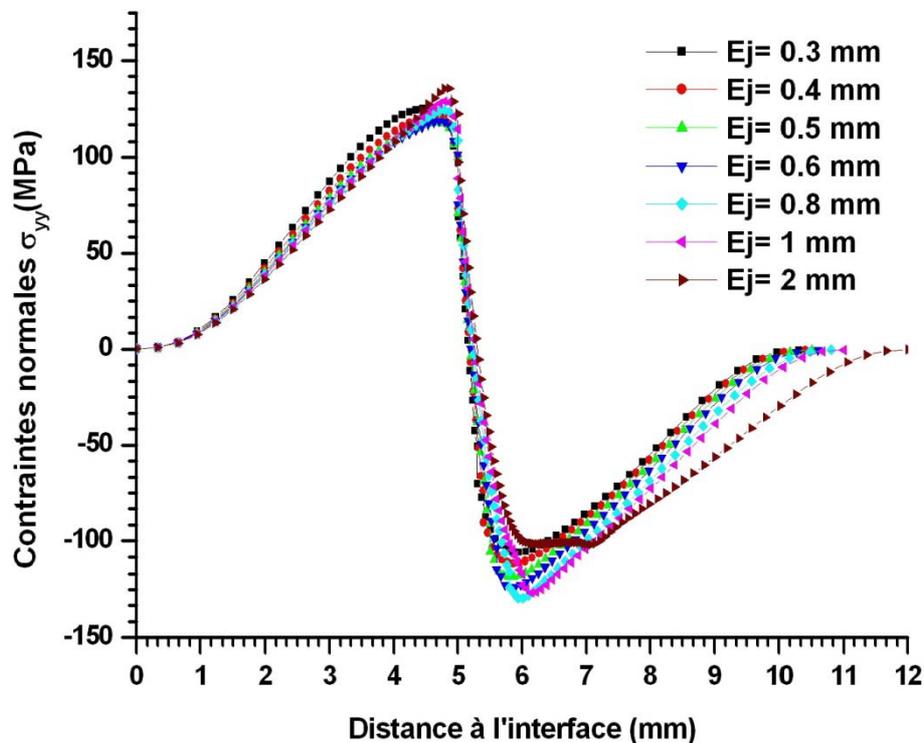


Figure V. 26: Variation des contraintes normales σ_{yy} en fonction de la distance à l'interface pour différentes épaisseurs de joint. Calcul en mode élasto-visco-plastique selon la direction 1 (cf. Figure V.18), cas d'une configuration tube/tube pour l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$.

La comparaison entre les profils des contraintes pour une configuration prismatique et une configuration tube/tube conduit à opter pour cette dernière. Le profil est doux et ne correspond pas à un changement brusque de signe.

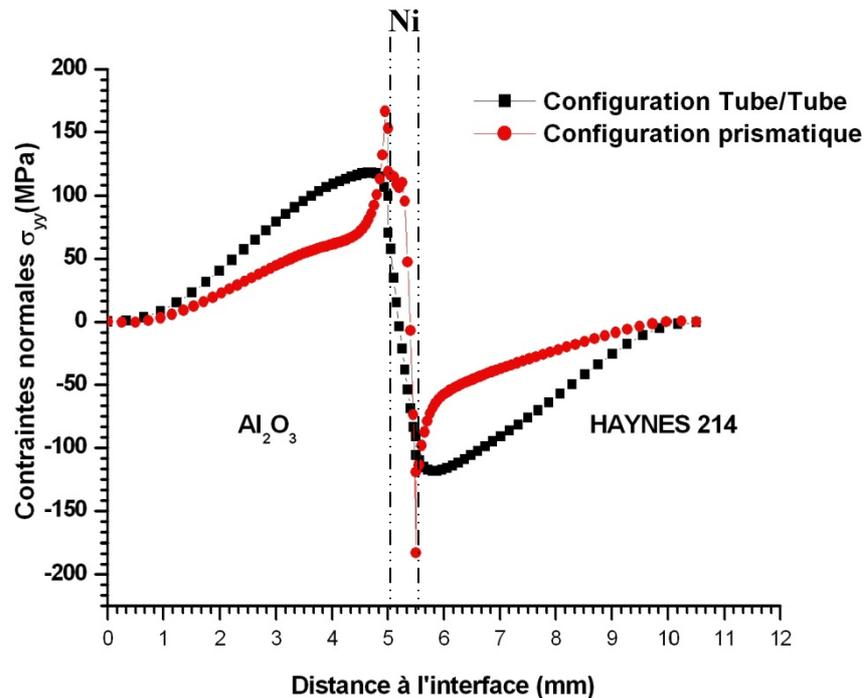


Figure V. 27: Variation des contraintes normales σ_{yy} en fonction de la distance à l'interface pour les deux types de configurations étudiées. Calcul en mode élasto-visco-plastique selon la direction 1 (cf. Figure V.18), cas d'une configuration tube/tube pour l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$.

Afin d'avoir une idée globale sur le tenseur des contraintes résiduelles réelles, nous avons réalisé une simulation numérique en 3D. La figure V.28 illustre le champ des contraintes résiduelles près de l'interface. Le calcul 3D a montré que le bord libre de l'assemblage est soumis à une contrainte normale de tension dans la céramique et de compression dans l'alliage. Ces contraintes sont concentrées au niveau de l'interface sur la périphérie du diamètre extérieur et inférieur du tube. Cette concentration de contraintes est due à la forte énergie de déformation plastique emmagasinée dans le volume des matériaux.

Les résultats obtenus dans le cas d'une simulation 3D sont du même ordre de grandeur que pour le cas de la simulation en 2D (σ_{yy} (3D) = 112 MPa, σ_{yy} (2D-axisymétrique) = 124 MPa). La faible différence entre les deux modèles est due essentiellement à la taille et à l'affinage des mailles. Le maillage 3D est moins fin dans la zone du point singulier (250 μm) que le maillage 2D (50 μm) afin de limiter le temps de calcul : le calcul 3D est destiné à obtenir le niveau global de contraintes et non pas à faire une analyse fine des contraintes.

Expérimentalement, nous avons réussi à réaliser des assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214$ type Tube/Tube avec succès en adaptant les dimensions proposées par l'IFP (cf. Chapitre III, Figure III.8).

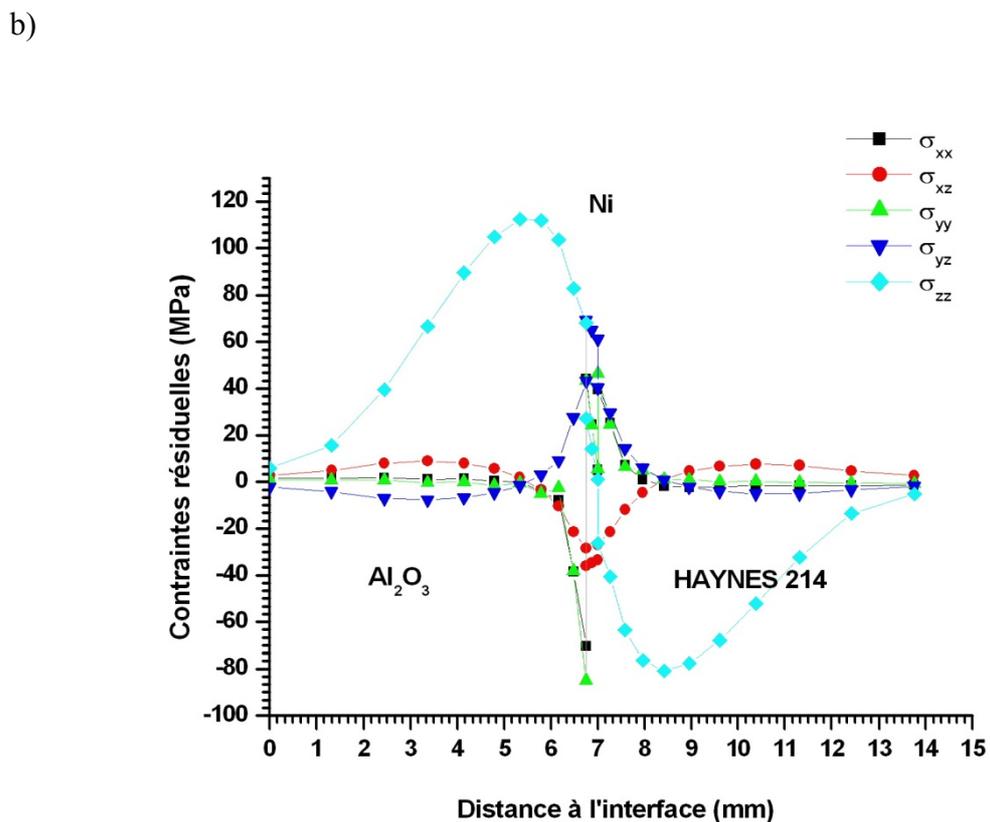
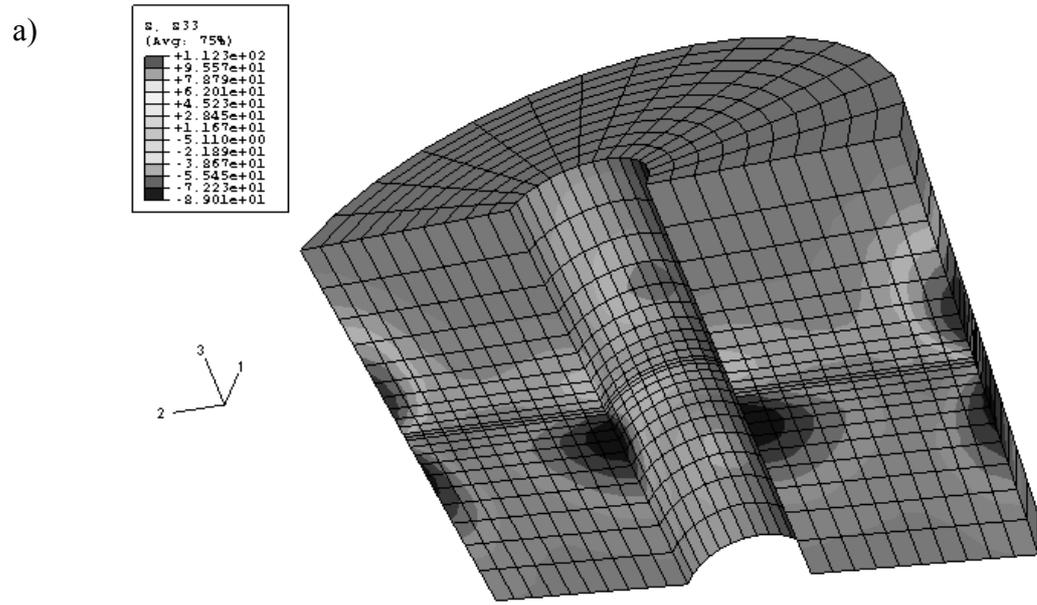


Figure V.28 : Variation de différentes contraintes en fonction de la distance à l'interface selon la direction 1, (cf. Figure V.18), cas d'une configuration tube/tube pour l'assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$. a) Cartographie de champ de contraintes normales σ_{zz} , b) variation du tenseur de contraintes en fonction de la distance à l'interface.

V.10. RESULTATS ET DISCUSSION

L'intensité des contraintes résiduelles σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{xy} et leur localisation près de l'interface de la jonction dépendent de plusieurs facteurs :

- la taille et la géométrie de l'assemblage (E_c , E_a , E_j),
- les modules de Young des matériaux en présence,
- l'épaisseur et le taux d'écrouissage du métal [31],
- la différence des coefficients de dilatation thermique des matériaux à assembler et les paramètres de la thermocompression (pression appliquée, temps du palier, vitesse de refroidissement).

Nous avons en outre trouvé par la simulation numérique que la pression appliquée ($5 \text{ MPa} < P < 20 \text{ MPa}$) n'a pas d'influence significative sur l'intensité des contraintes résiduelles. Il en va de même pour la durée du temps de palier. Or expérimentalement, ces paramètres jouent un rôle important [22] car certains paramètres ne sont pas pris en compte dans la simulation. Ainsi, nous avons remarqué, lors de la fabrication des assemblages, que l'application de la pression pendant tout le cycle thermique de la thermocompression conduit à la fissuration de la céramique près du bord libre de la jonction, alors que l'application de la pression seulement au début du palier et pendant le refroidissement permet d'éviter cette fissuration. La vitesse du refroidissement joue, elle aussi, un rôle important dans l'établissement de la liaison. La simulation numérique montre que pour des vitesses de refroidissement élevées (600 °C/h), les contraintes résiduelles sont plus intenses que pour le cas d'un refroidissement de 150 °C/h . Dans notre cas, on a opté pour la vitesse de refroidissement choisie par *Lourdin* [22] afin d'éviter le choc thermique des céramiques du four.

L'épaisseur du joint de nickel a un rôle prépondérant sur l'intensité des contraintes résiduelles et tout particulièrement sur les contraintes normales (σ_{yy}). Dans le cas de la liaison symétrique Al₂O₃/Ni/Al₂O₃, une augmentation de cette épaisseur conduit à une dilatation plus considérable suivant cet axe et donc à des contraintes plus intenses. Plus le rapport $R = E_j/l$ est petit, plus la pression nécessaire à appliquer pour dépasser la limite d'élasticité est élevée. Pour de faibles valeurs de R , la distribution de contrainte appliquée n'est pas uniforme. L'adaptation est mauvaise. L'épaisseur de métal est insuffisante pour que cette distribution soit homogène. Par contre, pour de grandes valeurs de R , il se produit une grande déformation du joint qui permet une adaptation, mais en créant des défauts dans la céramique au cours du frottement d'où une fragilisation de la céramique. Ces deux extrêmes ne permettent pas d'obtenir une bonne liaison. Cette dernière peut être obtenue, pour des conditions de thermocompression qui entraînent une distribution de contrainte appliquée uniforme et des déformations soit plastiques, soit par fluage, suffisantes pour permettre d'obtenir une interface morphologiquement optimisée. Dans le cas où R est faible, il se produit non seulement une distribution non homogène des contraintes, trop élevées au sommet des aspérités, mais aussi l'existence probable de porosités dues à une déformation trop faible du joint, d'où une aire de contact limitée. Le cas optimal est caractéristique d'une bonne déformation suivie d'une homogénéité des contraintes appliquées sur la céramique. Dans le cas où R est grand, la trop grande déformation du joint qui est éjecté hors de la zone de contact, entraîne non seulement un

arrachement de grains sur les bords [22], mais aussi un glissement constant et un excès de contrainte susceptible d'accroître les contraintes appliquées sur la céramique, d'où un risque de fissuration.

Le paramètre R ne peut pas à lui seul définir les contraintes. Le rapport de taille de la céramique et de l'alliage joue aussi un rôle prépondérant. Le rapport $R' = E_c/E_a$ montre que plus R' est faible plus les contraintes sont faibles. L'optimisation doit prendre en considération les deux paramètres définis R et R' car qualitativement, nous avons remarqué lors de l'élaboration des éprouvettes de flexion 4 points que la céramique ($E_c = 0.3$ mm, $E_a = 5$ mm) se fissure et par conséquent la liaison n'a pas eu lieu. Même remarque a été établie pour le cas d'une épaisseur $E_c = 0.6$ mm. Alors que dans le cas de l'assemblage Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ on a pu réaliser ces éprouvettes. Cette difficulté est liée à la longueur du contact dans les éprouvettes de flexion 4 points ($l = 50$ mm), d'où la nécessité de prendre en considération aussi le paramètre $R = E_j/l$ que nous avons défini auparavant.

V.11. CONCLUSION

A la lumière des résultats numériques obtenus, un certain nombre de directives peuvent être proposées en vue de réaliser dans de bonnes conditions un assemblage métal/céramique avec des contraintes résiduelles les plus faibles possibles.

1- Expérimentalement, l'application de la pression au début du palier et pendant le refroidissement permet d'avoir des assemblages sans fissuration de l'alumine. La modélisation montre le faible effet de la pression sur la genèse des contraintes résiduelles. Par contre expérimentalement, cette pression influe fortement sur l'adaptation des surfaces.

2- Choisir la vitesse de refroidissement la plus lente afin d'éviter le choc thermique de la céramique, dans notre cas $v = 150$ °C/h.

3- Dans le cas de l'étude de l'assemblage Al₂O₃/Ni/HAYNES[®] 214TM, il a été montré qu'il est nécessairement d'introduire les lois de comportement visco-plastique de l'alliage et du nickel alors que ceci n'est pas nécessaire pour Al₂O₃/Ni/Al₂O₃.

4- Choix du paramètre R : épaisseur du joint/longueur du contact (E_j/l). Un rapport R faible dans le cas de la liaison Al₂O₃/Ni/HAYNES[®] 214TM permet d'avoir de fortes concentrations de contraintes et par conséquent l'endommagement de l'assemblage. L'optimum pour ce cas est $R = 0.033$. Au contraire, un rapport R faible dans le cas de la liaison Al₂O₃/Ni/Al₂O₃ permet de minimiser les contraintes. L'optimum pour ce cas est $R = 0.0083$.

5- Choix du paramètre R' : épaisseur de la céramique/épaisseur de l'alliage (E_c/E_a). Pour une faible épaisseur de la céramique c'est-à-dire pour R faible les contraintes sont minimales. L'optimum est pour $R = 0.06$.

6- Choisir une géométrie cylindrique permet de minimiser les contraintes résiduelles par rapport à une géométrie prismatique.

Estimation expérimentale des contraintes résiduelles par la méthode d'indentation Vickers

Cette partie présente nos résultats expérimentaux pour les contraintes résiduelles obtenues dans les multimatériaux $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ par la méthode d'indentation Vickers.

Nous avons mentionné au chapitre précédent l'existence d'un champ de contraintes résiduelles dû en particulier à la différence de coefficients de dilatation thermique qui s'additionne aux champs de contraintes appliquées. Cela s'est manifesté par l'apparition des fissures elliptiques sur la céramique après assemblage et par des ruptures cohésives remarquées lors des essais de cisaillements. Ces contraintes résiduelles sont susceptibles de fragiliser la céramique. Pour déterminer le niveau des contraintes résiduelles dans la céramique près de l'interface nous avons choisi l'indentation Vickers, dont les conditions expérimentales ont été présentées au chapitre III. Différents états du joint ont été étudiés, suivant qu'il soit recuit ou écroui.

Nous détaillons le principe du calcul des contraintes, ainsi que les différentes observations remarquées et nous terminons par une synthèse englobant les résultats obtenus.

V.12. TÉNACITÉS AU VOISINAGE DE L'INTERFACE ALUMINE/NICKEL

Nous avons mesuré la ténacité de l'alumine au voisinage de l'interface après la liaison. Les éprouvettes ont été élaborées par thermocompression, dans les conditions classiques retenues ($P = 16\text{MPa}$, $t = 1\text{h}$, $T = 1150\text{ °C}$).

La figure V.29 présente la variation de K_{IC} , mesuré selon le protocole décrit au chapitre III, § III.6.1, dans la céramique en fonction de la distance à l'interface, pour les couples $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}(\text{écroui})/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}(\text{recuit})/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$.

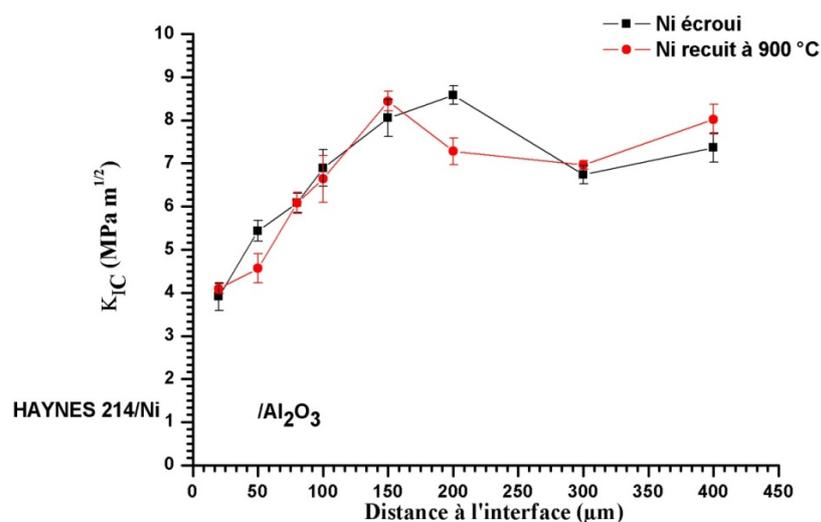


Figure V. 29: Variation de facteur d'intensité de contrainte K_{IC} sur le bord libre de la céramique pour les liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ suivant l'état du joint de nickel (écroui, recuit).

Les résultats obtenus montrent que le facteur d'intensité de contrainte K_{IC} est abaissé au voisinage de l'interface sur des distances de l'ordre de 100 μm . Aucune différence significative n'est observée entre les deux courbes, ce qui témoigne de la non influence de l'écroutissage du joint, pour des conditions de thermocompression identiques, sur la fragilisation ou non de la céramique. Ce résultat est en accord avec les résultats de *Lourdin* [22], qui a montré que l'écroutissage du nickel a un effet peu marquant sur la tenue des assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ contrairement au cas des liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ag}/\text{Al}_2\text{O}_3$ [31]. Rappelons que cette différence peut être expliquée par trois hypothèses décrites dans le chapitre II (cf. Chapitre II, § II.2.4.7).

La baisse de ténacité peut être expliquée par l'effet de la différence de coefficient de dilatation thermique entre le nickel et l'alumine, qui conduit à des contraintes résiduelles et/ou par l'effet de la diffusion du nickel dans l'alumine. La diffusion du métal dans la céramique, en particulier le long de joints de grains ou des dislocations [23], accentue la baisse de la ténacité par création de contraintes mais aussi par création de sites de piégeage de charges électriques comme nous le verrons plus loin.

Pour consolider l'hypothèse sur le rôle de la diffusion, nous avons étudié l'effet d'un traitement de recuit après assemblage. Des mesures de K_{IC} ont été effectuées sur des échantillons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ thermocompressés puis recuit 120 heures à 900 °C. Les résultats montrent une diminution du K_{IC} dans la céramique près de l'interface (Figure V.30). Cette fragilisation après le recuit confirme que la chute de la ténacité de la céramique au voisinage de l'interface ne peut pas être due uniquement à la différence de coefficient de dilatation thermique mais va dans le sens de l'hypothèse de la diffusion du nickel dans l'alumine, fragilisant ainsi la céramique comme cela a été prouvé par *Sérier* [31] lors de l'étude des assemblages $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ag}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

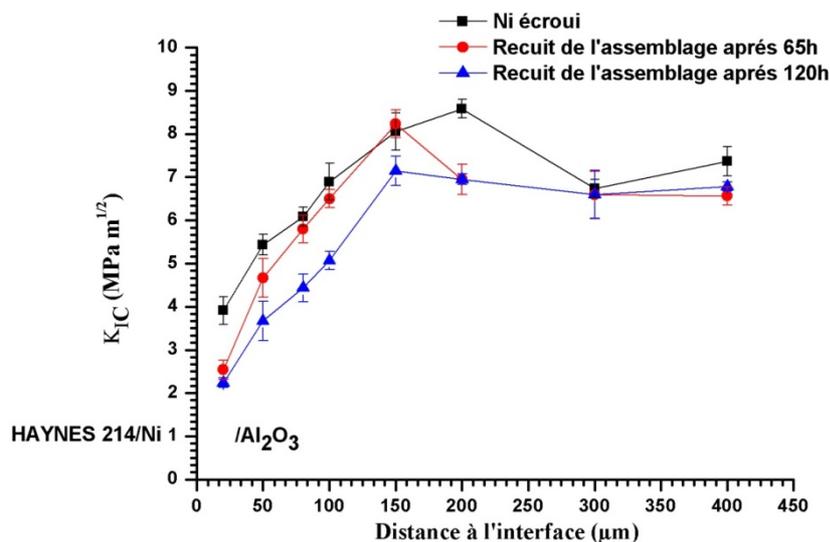


Figure V.30 : Variation de facteur d'intensité de contrainte K_{IC} sur le bord libre de la céramique pour les liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ après un recuit de 65 et 120 heures.

L'analyse de ces résultats montre une diminution du facteur d'intensité de contrainte K_{IC} de l'alumine sur une profondeur d'autant plus grande que le temps de recuit à 900°C est long. Une valeur de K_{IC} très faible ($2.24 \pm 0.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) a été mesurée dans le cas d'un

recuit pendant 120 heures. Nos résultats confirment donc ceux de *Serier* [31], *Lasca* [115] et *Mbongo* [23] qui trouvent que le facteur d'intensité de contrainte K_{IC} diminue fortement à l'approche de l'interface sur une distance pouvant atteindre plusieurs dixièmes de millimètres quel que soit le couple étudié. De telles distances ne peuvent s'expliquer que par la diffusion intergranulaire du métal comme l'a montré *Serier* [31]. En effet, la chute n'apparaît pas pour de l'alumine monocristalline dans le système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ag}/\text{Al}_2\text{O}_3$ [31].

V.13. ESTIMATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR INDENTATION VICKERS DANS LE COUPLE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$

D'un point de vue qualitatif il est possible d'estimer le niveau des contraintes résiduelles à l'interface en appliquant la formulation développée par *Lasca* [115] (cf. Chapitre III, § III.8.1). Des investigations ont été réalisées par indentation VICKERS sur les mêmes types d'éprouvettes afin d'évaluer les contraintes résiduelles dans la céramique au niveau de la surface libre proche de l'interface de liaison. Les mesures sont faites par filiation d'indentation afin d'évaluer le profil des contraintes résiduelles. Ces profils seront comparés à ceux obtenus par diffraction des rayons X et par simulation numérique (Figure V.31).

Le tableau V.7 et la figure V.32 donnent les valeurs des contraintes normales σ_{yy} (mode I) en fonction de la distance à l'interface en comparant l'effet du recuit sur la relaxation de ces contraintes.

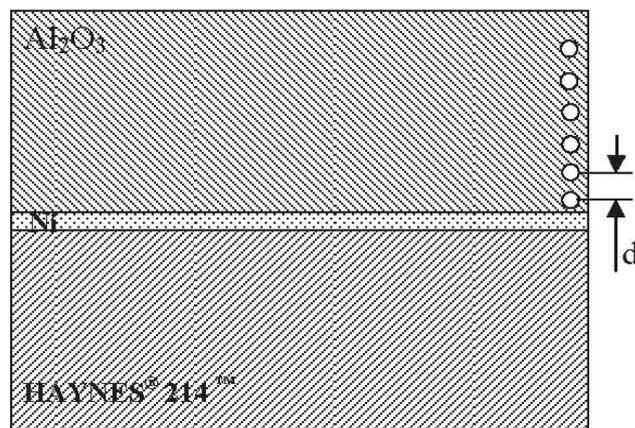


Figure V.31: Représentation schématique d'une filiation d'indentation Vickers pour un assemblage $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$.

Distance (μm)	$C_i 10^{-3}(\text{mm})$	$C 10^{-3}(\text{mm})$	$K_{Ici}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	$K_{IC}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	$\sigma_r(\text{MPa})$
20	140	178	5	$3,91\pm 0,32$	318 ± 34
50	140	187	5	$5,44\pm 0,24$	361 ± 42
80	140	140	5	$6,08\pm 0,22$	0 ± 32
100	140	130	5	$6,89\pm 0,43$	-144 ± 21
150	140	133	5	$8,06\pm 0,43$	-972 ± 43
200	140	130	5	$8,59\pm 0,22$	-144 ± 32
300	140	134	5	$6,73\pm 0,21$	$-82,2\pm 54$
400	140	136	5	$7,37\pm 0,34$	$-53,4\pm 43$
Avec recuit de 120 h					
Distance (μm)	$C_i 10^{-3}(\text{mm})$	$C 10^{-3}(\text{mm})$	$K_{Ici}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	$K_{IC}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	$\sigma_r(\text{MPa})$
20	140	170	5	$2,24\pm 0,11$	271 ± 30
50	140	172	5	$3,67\pm 0,45$	284 ± 34
80	140	153	5	$4,43\pm 0,32$	141 ± 21
100	140	142	5	$5,07\pm 0,32$	247 ± 45
150	140	131	5	$7,15\pm 0,21$	-128 ± 50
200	140	131	5	$6,95\pm 0,12$	-128 ± 35
300	140	134	5	$6,60\pm 0,56$	$-82,2\pm 45$
400	140	130	5	$6,78\pm 0,1$	-144 ± 67

Tableau V. 7 : Mesures sur des liaisons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ après assemblage sous une charge d'indentation de 300 g. (C_i : longueur de fissure générée sur la surface de la céramique avant liaison, C : longueur de fissure générée sur la surface de la céramique après liaison).

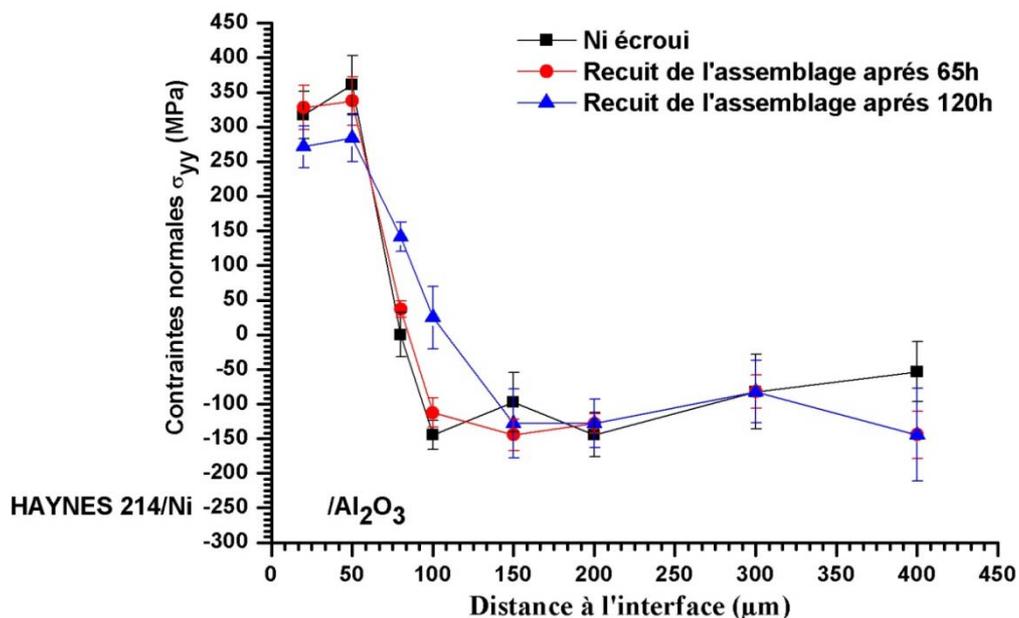


Figure V.32 : Niveau des contraintes résiduelles en fonction du temps de recuit.

Après 120 heures de recuit, il semble que les contraintes soient abaissées de 318 ± 34 MPa à 271 ± 30 MPa. Ces valeurs doivent être prises avec précaution pour

plusieurs raisons. Il s'agit d'une valeur moyenne superficielle entachée d'une erreur liée à la difficulté d'apprécier précisément les longueurs de fissures. Les valeurs de ces contraintes restent relativement importantes.

Estimation des contraintes résiduelles obtenues par diffraction X

V.14. MESURES DES CONTRAINTES DANS Al₂O₃ AVANT ASSEMBLAGE

On dispose d'un échantillon de Al₂O₃ (AL23) préparé dans les mêmes conditions que les substrats des assemblages réalisés (cf. Tableau V.2).

Les courbes en $\sin^2\psi$ (cf. Chapitre III, § III.6.2.2) obtenues conduisent à des valeurs de contraintes $\sigma_{yy} = -32 \pm 12$ MPa et $\sigma_{xy} = 7 \pm 5$ MPa. Elles ont une allure elliptique, phénomène généralement attribué à un matériau homogène, macroscopiquement isotrope, il n'y a pas de texture marquée, c'est à dire pas d'orientations préférentielles des grains. Un exemple type de courbe en $\sin^2\psi$ obtenue est représenté sur la figure V.33.

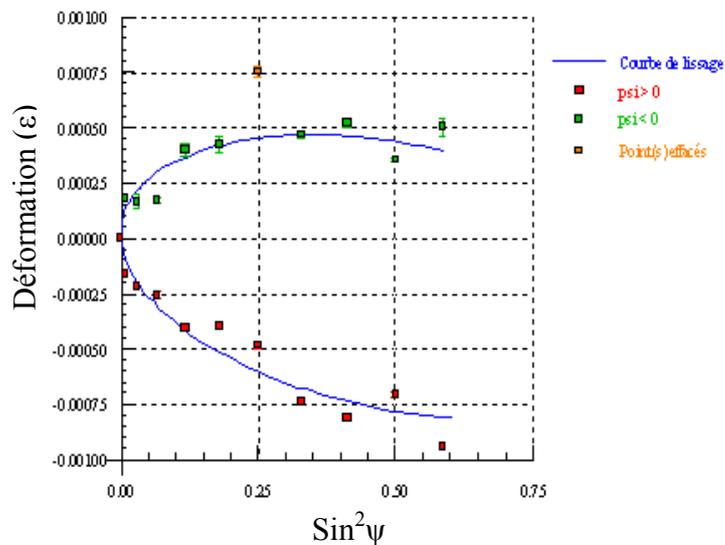


Figure V. 33: Allure d'une courbe en $\sin^2\psi$ dans l'alumine avant assemblage (anticathode Ka Cr).

V.15. MESURES DES CONTRAINTES DANS Al₂O₃ APRÈS ASSEMBLAGE

Après assemblage, une mesure est effectuée selon deux lignes (Figure V.34) :

- L1 : ligne perpendiculaire à la liaison proche du bord,
- L2 : ligne perpendiculaire à la liaison au milieu de la liaison.

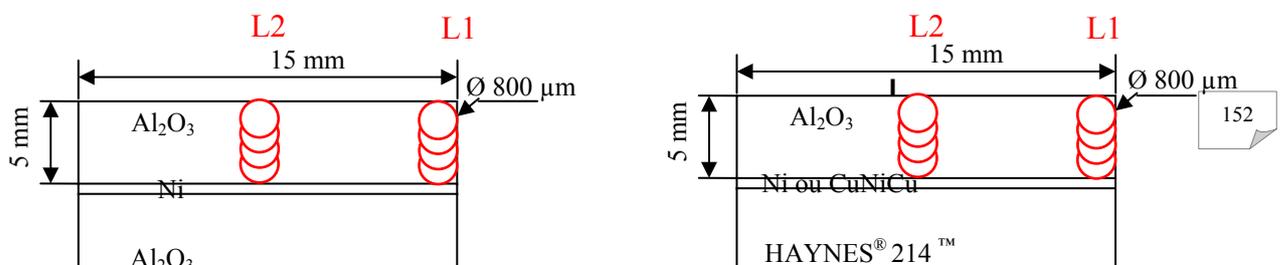


Figure V.34 : Schéma de principe des mesures par diffraction X après assemblage.

Deux éprouvettes type $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{®}}214^{\text{TM}}$ et une éprouvette type $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ sont analysées par diffraction X. Les mesures par diffraction X dans Al_2O_3 sont conduites avec le rayonnement $\text{K}\alpha$ Cr. La distance entre chaque mesure est de l'ordre de 0.5 mm. L'allure de différents pics enregistrés de -50° à 50° par pas de 5° est représentée dans la figure V.35.

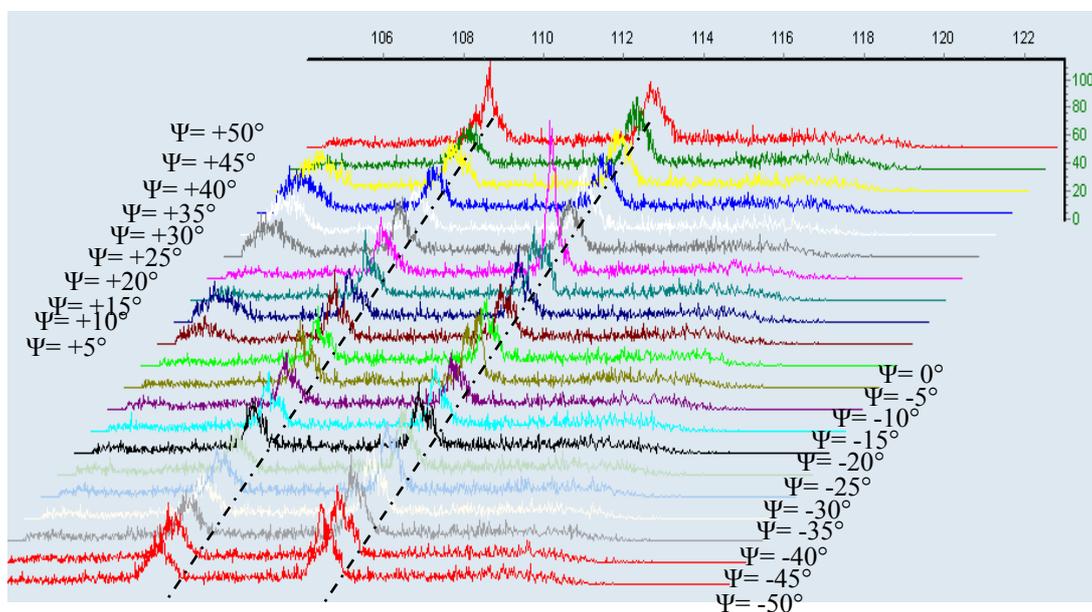


Figure V. 35: Représentation des 21 pics de l'alumine après assemblage.

V.16. PROFILS BRUT DES CONTRAINTES EN FONCTION DE LA DISTANCE À L'INTERFACE

Les profils des figures V.36 et V.37 sont réalisés selon les deux directions citées dans le paragraphe précédent (Figure V.34).

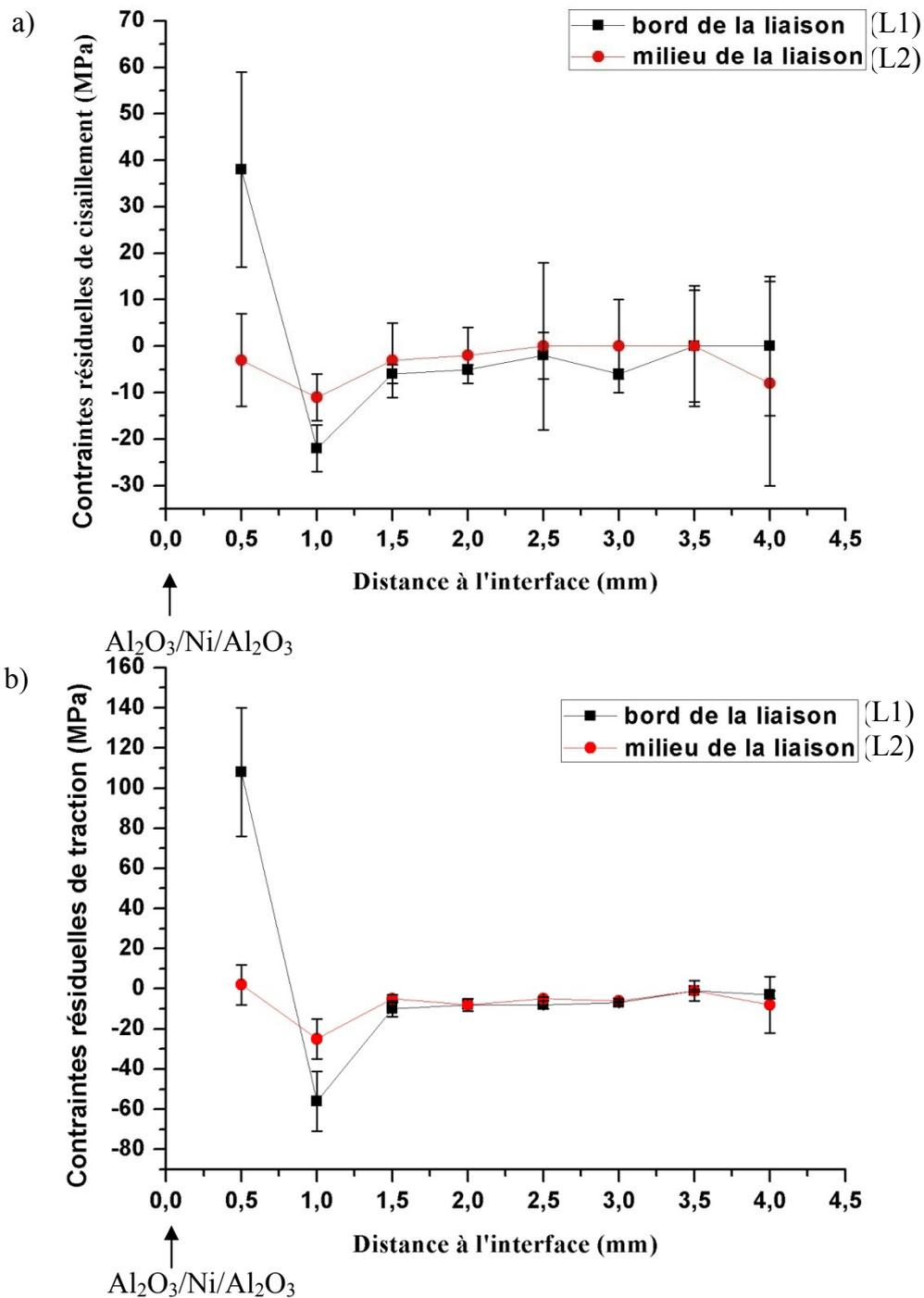


Figure V. 36: Profil des contraintes résiduelles par diffraction X de la liaison $Al_2O_3/Ni/Al_2O_3$
 a) profil de contraintes de cisaillement σ_{xy} , b) profil de contraintes normales σ_{yy} .

a)

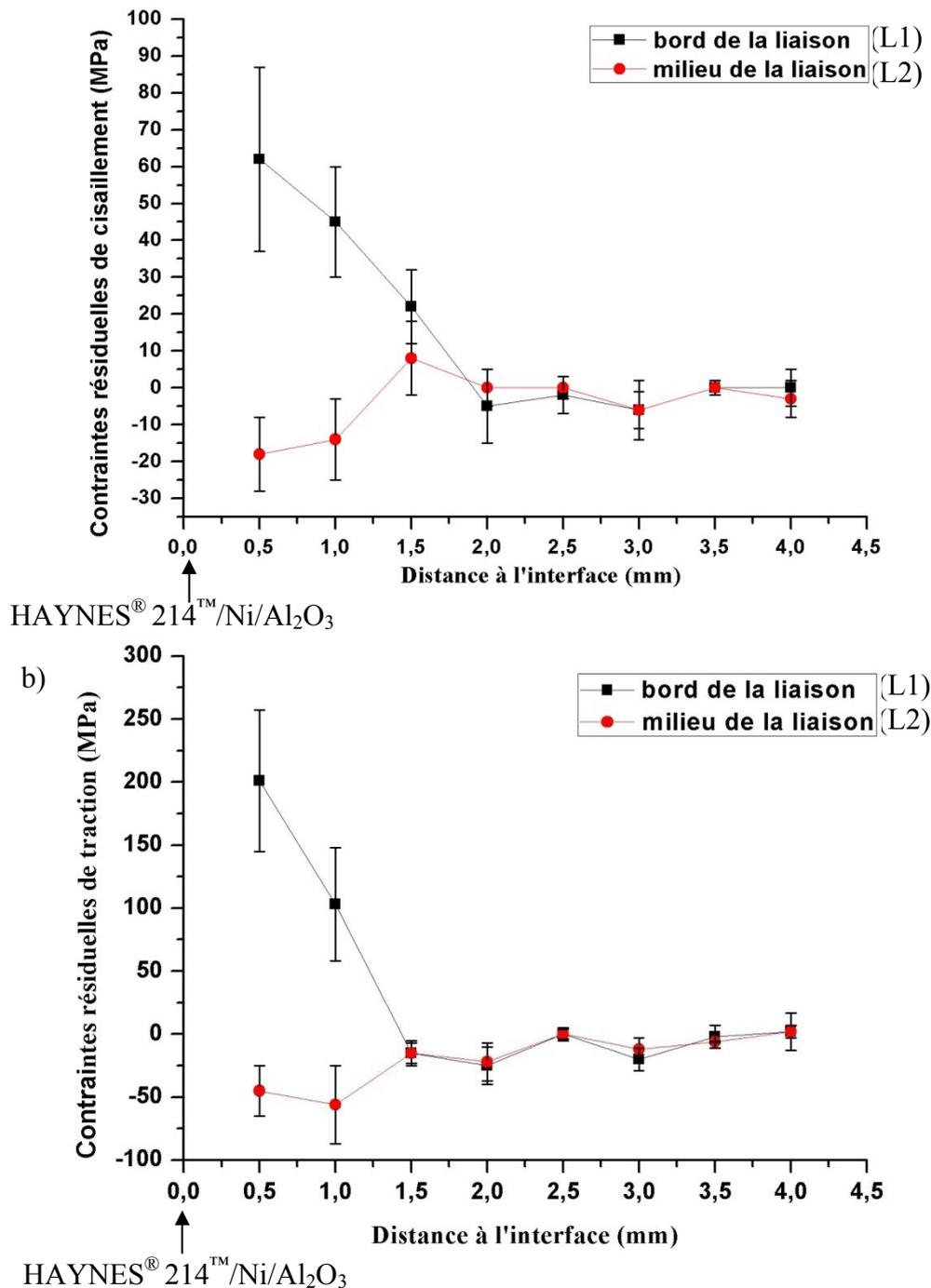


Figure V. 37: Profil des contraintes résiduelles par diffraction X de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{®}}214^{\text{TM}}$. a) profil de contraintes de cisaillement σ_{xy} , b) profil de contraintes normales σ_{yy} .

Les informations que l'on peut extraire de l'observation des profils des contraintes résiduelles des figures V.36 et V.37 permettent de mettre en avant les points suivants :

- Les deux types d'assemblages réalisés présentent des profils d'allure globale équivalente. Près du bord libre de l'alumine, les contraintes résiduelles normales σ_{yy} sont positives. Elles sont très élevées dans le cas de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{®}}214^{\text{TM}}$ et atteignent une valeur de 201 ± 53 MPa à 0.5 mm de l'interface. On note une tendance très

faible à la compression à plus de 1.5 mm de l'interface. Dans le cas de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ les contraintes résiduelles normales atteignent une valeur maximale de 108 ± 42 MPa à 0.5 mm de l'interface avec une tendance en compression au-delà de 0.75 mm de l'interface. Par contre, les contraintes normales σ_{yy} et de cisaillement σ_{xy} au milieu de la liaison sont toujours en compression et tendent vers des valeurs nulles loin de l'interface.

L'examen des profils sur les bords montre qu'à environ 0.5 mm de l'interface, le niveau des contraintes résiduelles normales σ_{yy} chute brutalement pour afficher des valeurs en compression. Aucune microfissure n'est survenue au cours de l'élaboration, et la diffusion d'éléments du joint dans la céramique n'est pas sensible à cette distance.

On notera cependant que les courbes en $\sin^2\psi$ près de l'interface ont une allure serpentée (Figure V.38). Cette effet n'est visible qu'au voisinage de l'interface ; à plus longue distance on retrouve des courbes classiques type Figure V.33. La non linéarité des courbes de $\sin^2\psi$ traduit la variation importante de d_{hkl} lorsque ψ croît, c'est-à-dire lorsque la profondeur analysée décroît. Phénomène attribué généralement à un gradient superficiel important de contrainte [101].

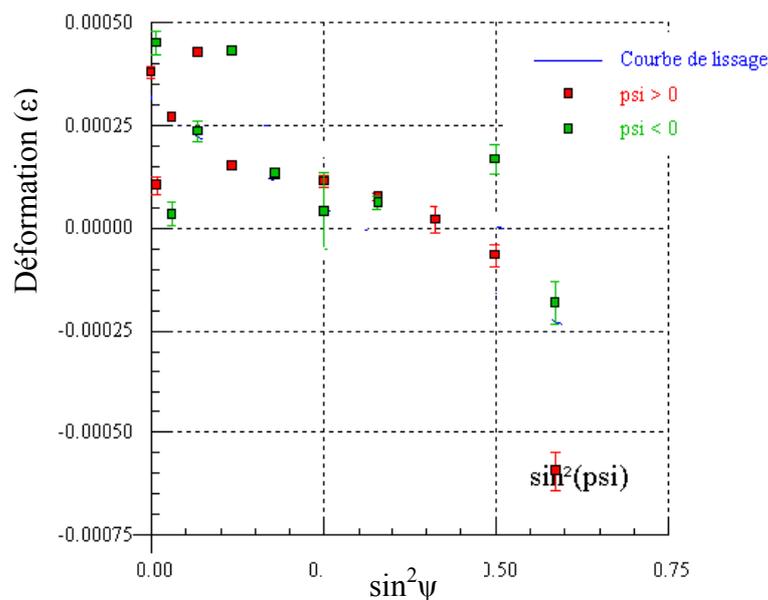


Figure V. 38: Allure serpentée d'une courbe en $\sin^2\psi$ proche de l'interface $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$.

La comparaison entre les différentes méthodes d'estimation des contraintes (FEM, Indentation et diffraction des rayons X) montre que l'allure des courbes est similaire. En allant de l'interface vers la céramique en profondeur, les contraintes normales σ_{yy} passent de valeurs positives très élevées à des valeurs nulles pour le modèle numérique alors qu'elles passent de valeurs positives (traction) vers des valeurs négatives (compression) puis elles s'annulent loin de l'interface pour les mesures expérimentales (Figure V.39). Comme nous le pensions le modèle numérique élasto-plastique surestime les contraintes normales alors que le modèle élasto-visco-plastique va dans le sens des deux méthodes expérimentales.

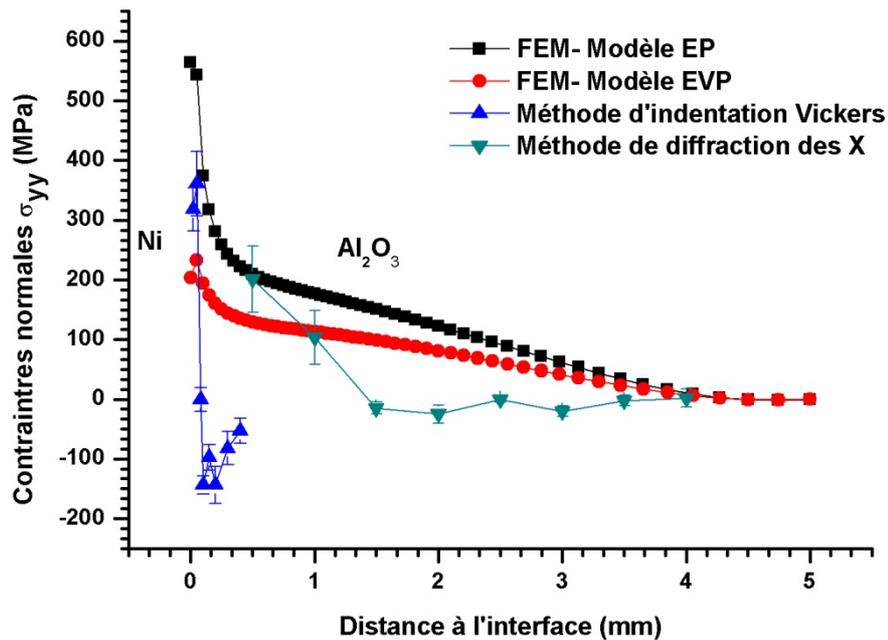


Figure V.39 : Comparaison de différentes méthodes d'estimation des contraintes normales.

La différence entre les résultats de la modélisation et les mesures expérimentales par indentation montre un passage brutal de la contrainte normale σ_{yy} de la traction vers la compression peut-être dû au phénomène de diffusion qui fragilise la céramique et donne un apport de contrainte. Or cette diffusion n'est pas prise en compte ni dans la modélisation ni dans la méthode diffractométrique alors que la mesure par indentation y est sensible.

Corrélation entre la répartition de la charge d'espace et les contraintes résiduelles

V.17. CARACTÉRISATION DU PIÉGEAGE DES CHARGES ÉLECTRIQUES SUR UNE ALUMINE AVANT LIAISON

Selon le protocole décrit précédemment (cf. Chapitre III, § III.9), avant l'injection des électrons, les échantillons d'alumine AL23 subissent un cycle thermique identique à celui des assemblages. L'étude de piégeage des charges dans ces matériaux s'effectue suivant la méthode classique de la mesure du courant de masse pendant l'injection puis de la mesure miroir après injection.

Les conditions expérimentales utilisées sont données dans le tableau V.8. La quantité d'électrons injectés à la température ambiante en mode focalisé (spot) est de 100 pC.

Les différentes caractéristiques mesurées sont :

- Q_m : quantité de charges d'influence obtenue par la courbe de courant de masse,
- I_{max} : courant maximal à l'injection,
- t_r : temps avant la première relaxation ou temps avant passage du courant de masse en négatif,
- Q_l : quantité de charges limite (intégrale du courant jusqu'à t_r),
- Q_p : quantité de charges piégées localement au niveau du point d'injection obtenue par la méthode miroir,
- V : tension de dissipation de l'effet miroir.

<i>Paramètres</i>	<i>AL23</i>
Tension	30 kV
Courant	1000 pA
Temps	100 ms
Température	25 °C
Ø Faisceau	spot

Tableau V.8: Conditions expérimentales utilisées dans l'étude.

Les différents types de courbes obtenues sont reportés sur la figure V.40.

Les quatre injections réalisées présentent des valeurs très proches ($I_m = 942$ pA, $Q_m = 47$ pC). La présence d'un miroir indique que les charges restent concentrées, de plus elles sont stables (tension de disparition de 2200 V environ).

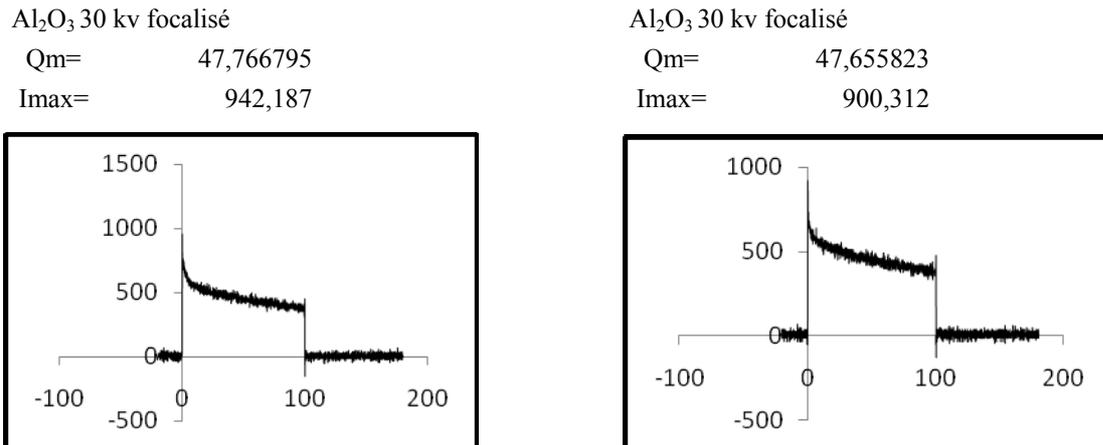


Figure V.40 : Exemples de courbes de courant de masse.

V.18. CARACTÉRISATION DU PIÉGEAGE DES CHARGES SUR UNE ALUMINE APRÈS LIAISON

Après assemblage, le multi matériau $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ subit un recuit sous vide à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 3 heures. Le but de ce recuit est de limiter les défauts (dislocations) créés par la préparation de l'assemblage (polissage). Ce recuit conduit également à la neutralisation, totale ou partielle, des lacunes d'oxygènes par les impuretés monovalente ou divalente. Les investigations ont lieu sur le bord libre de la céramique près de l'interface.

La taille de la zone analysée choisie est de $2\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre. Elle est assez grande pour permettre de moyenniser la réponse du matériau mais aussi d'injecter une densité de charges suffisamment grande. Pour mettre en évidence l'influence des contraintes résiduelles (essentiellement σ_{yy}) sur le phénomène de piégeage des charges nous avons choisi de réaliser une filiation d'injection de charge depuis l'interface $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ vers l'alumine loin de l'interface.

Les caractéristiques de ces injections figurent dans le tableau V.9. La majorité de ces injections conduit à des miroirs plus ou moins stables et plus ou moins déformés, dans certains cas, soit par effet de rugosité de la surface soit par le champ de contraintes résiduelles près de l'interface $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Ces miroirs ont pu être mesurés et ont permis de déterminer les quantités de charges restées piégées localement après injection Q_p . On note dans certain cas l'existence de phénomène de relaxation des charges pendant l'injection. Deux exemples typiques de courbes de courant de masse sont donnés sur la figure V.41 et V.44.

Distance à l'interface (μm)	$I_{\text{max}}(\text{pA})$	$Q_m(\text{pC})$	$Q_p(\text{pC})$	Q_p/Q_m	relaxations
Avant liaison	942.187	47.65	46.1	0.967	non
0	879.37	69.7	35.5	0.509	oui
50	750.34	26.16	2.96	0.113	non
100	832.44	29.9	0	0	non
140	856.34	26.8	0	0	non
250	829.43	26.1	6.9	0.264	non
500	789.34	21.2	10.5	0.495	non
1000	709.4	38.9	15.2	0.391	non

Tableau V.9 : Mesures caractéristiques des injections et des miroirs proche de l'interface $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$. $Q_p = 0$ indique l'absence de miroir, donc une forte diffusion des charges.

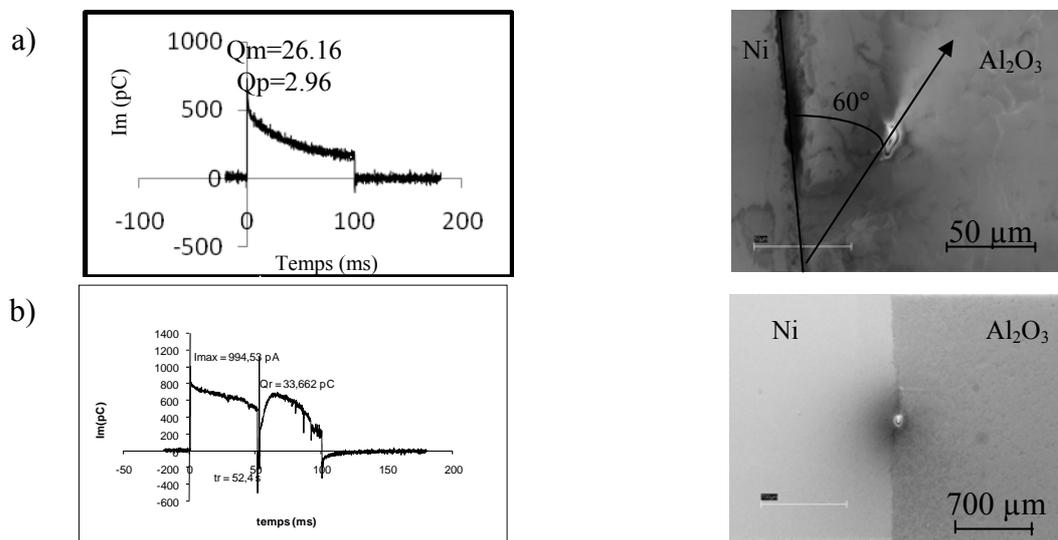


Figure V.41 : Evolution du courant de masse lors de l'injection de 1000 pC sur la surface de l'alumine. a) comportement de piégeage-localisation des charges, b) comportement de relaxation électronique secondaire périodique.

La courbe V.41a présente une décroissance très rapide du courant de masse dès les premiers instants de l'injection. L'observation post-injection met en évidence un effet miroir qui traduit une certaine quantité de charges localisées Q_p sous le faisceau électronique incident. La valeur asymptotique du courant de masse est faible voire nulle. On parle de comportement de piégeage-localisation des charges. La courbe V.41b est très différente de la première. Il se produit lors de l'injection, un phénomène de relaxation des charges par émission brutale d'électrons secondaires généralement induits par la saturation locale des pièges. On parle de comportement de relaxation secondaire périodique qui n'altère pas le comportement initial de piégeage de charges entre deux relaxations.

Nous avons remarqué que près de l'interface, pour des distances inférieures à $100\ \mu\text{m}$, il y a souvent des relaxations (dans 5 cas sur 6). Ne pouvant s'écouler, les charges ont créé dans le matériau un champ électrique supérieur au champ critique de dépiégeage. Elles ont été relarguées dans la chambre du MEB par émission secondaire.

Après chaque injection, une observation à basse tension (V) de la zone irradiée est effectuée. L'observation du miroir est possible et indique que les charges restantes au moment de l'arrêt de l'injection sont localisées au voisinage du point d'injection. Lorsqu'il y a présence d'un miroir, ce dernier reste stable jusqu'à une tension de 2 à 2.4 kV. Jusqu'à une tension de lecture d'environ 600 V, le rapport $1/d$, où d est le diamètre apparent de la sortie de colonne, suit une loi de proportionnalité avec la tension de lecture et permet le calcul de la quantité de charges piégées sous le faisceau Q_p selon la formule décrite dans le chapitre III (cf. Chapitre III, § III.9). Ensuite le miroir s'étire et se déforme plus ou moins. Puis la pente $1/d = f(V)$ décroît, indiquant que les charges s'étalent latéralement (Figure V.42) [145].

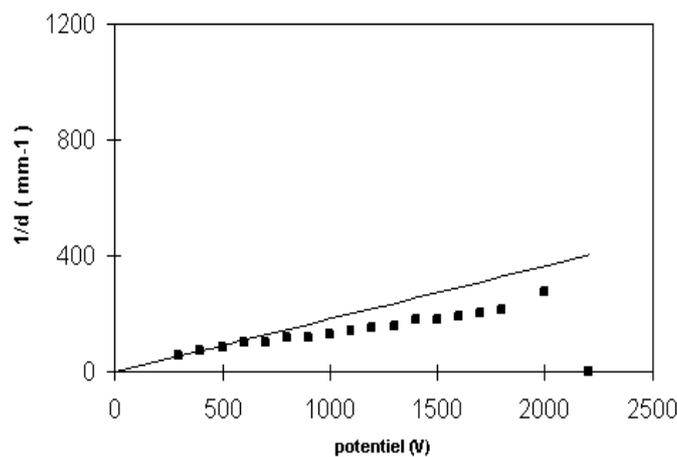


Figure V.42 : Evolution du rapport $1/d$ en fonction du potentiel de lecture après injection de $100\ \text{pC}$ sur la surface de l'alumine près de l'interface ($\approx 90\ \mu\text{m}$).

Les résultats des quantités de charges d'influence Q_m et de charge piégée localement Q_p de la liaison $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{TM}}214^{\text{®}}$ sont confrontés à ceux des contraintes résiduelles déterminés par la simulation numérique (Figures V.43 et 44).

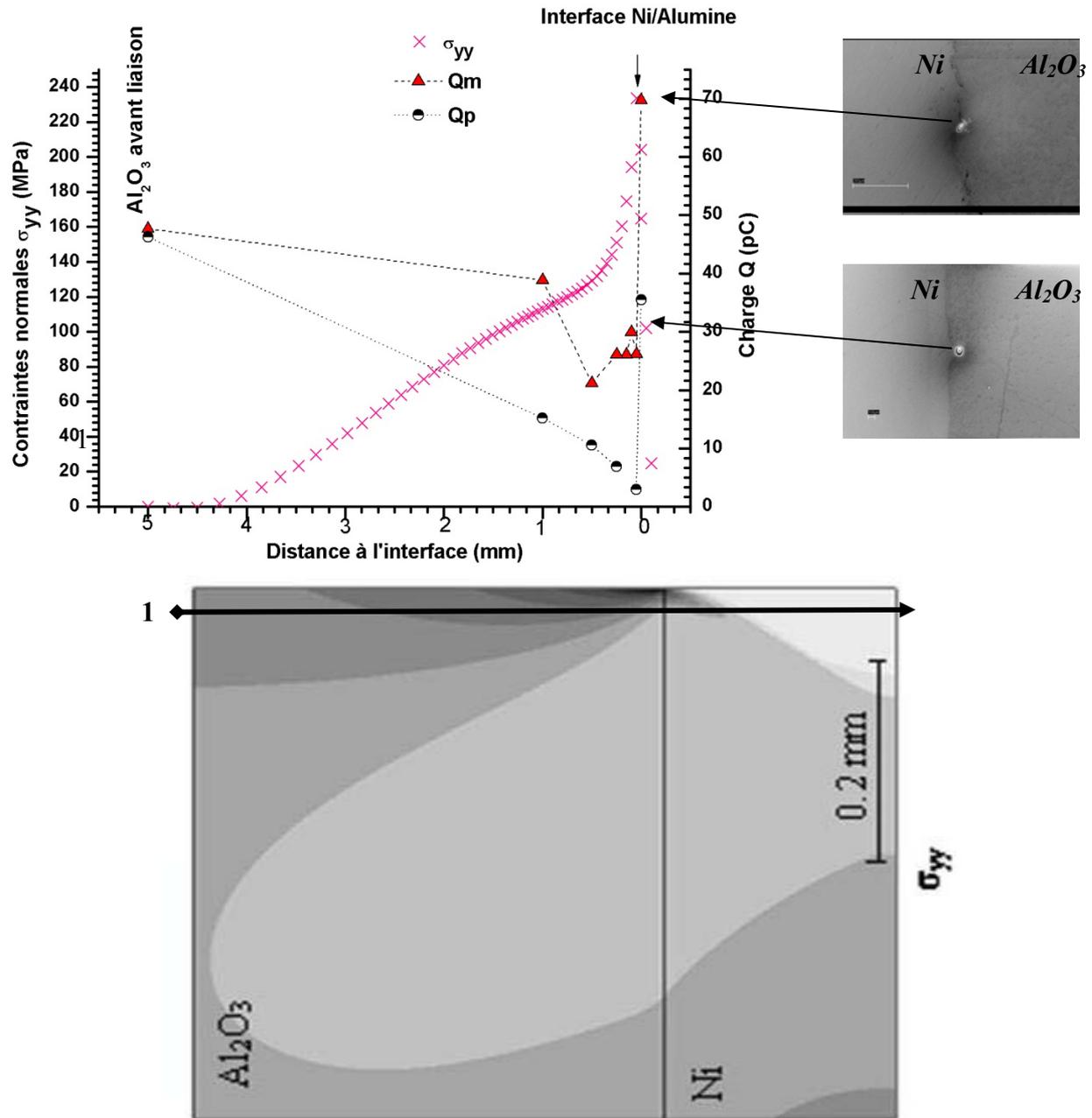


Figure V.43 : Evolution des Q_m et Q_p en fonction des contraintes normales σ_{yy} tracées sur le bord libre de l'assemblage $Al_2O_3/Ni/HAYNES^{TM}214^{\circ}$ et déterminées par éléments finis.

L'évolution des quantités de charges Q_m et Q_p en fonction de la distance à l'interface (Figure V.44 et Tableau V.9) indique que:

- La quantité de charge Q_m du matériau est très fortement augmentée près de l'interface. Par contre, entre $50 \mu m$ et $250 \mu m$ environ, on note peu d'évolution dans la quantité de charges retenue. Q_m redevient plus élevée à grande distance (1 mm) en tendant vers la valeur de l'alumine non liée. On notera que la forte chute de Q_m à environ

250 μm de l'interface est reliée à la chute de contraintes observée par indentation sur des distances du même ordre de grandeur (Figure V.32 et 39).

-La charge piégée localement Q_p est moins élevée : le rapport Q_p/Q_m voisin de 1 pour l'alumine de départ est abaissé dans les zones fortement contraintes pour très peu augmenter ensuite. Ceci montre que les contraintes favorisent la mobilité des charges à partir du point d'injection des électrons.

Les miroirs présentent dans certains cas des orientations préférentielles (miroirs elliptiques) qui forment avec l'interface un angle de 40° à 60° dans ce cas on observe généralement en parallèle des phénomènes de relaxation avec émission secondaire. La figure V.44 donne l'évolution des courbes de courant de charge d'influence en fonction du temps d'injection avec les correspondances en contraintes normales σ_{yy} obtenues par la simulation. A forte contrainte, la courbe de courant de masse conduit à un plateau signe d'un fort étalement des charges à partir du point d'injection. Ces résultats sont à rapprocher de ceux obtenus par injection d'électrons in-situ sur de l'alumine soumis à des efforts de flexion [162]: toute contrainte mécanique influence la capacité du matériau à piéger et/ou écouler les charges. L'interprétation qui peut être donnée a été développée dans [162].

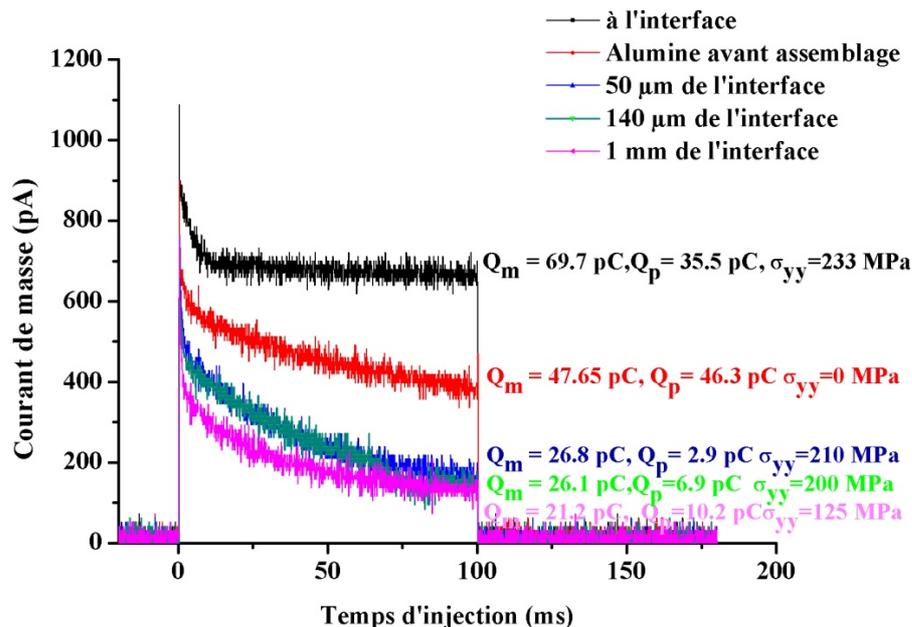


Figure V.44 : Evolution de Q_m en fonction des contraintes résiduelles déterminées par éléments finis.

Sous l'effet d'une contrainte les distorsions du réseau peuvent permettre un piégeage de charges conduisant à un stockage d'énergie de déformation de l'ordre de 5 eV/charge piégée [145]. Cette énergie peut être suffisante pour créer des dislocations qui apparaissent dans le réseau de l'alumine créant de nouveaux sites de piégeage. Ces dislocations créées, sont mobiles puisque soumise à un champ électrique. En conséquence, on assiste à une augmentation du piégeage des charges avec la contrainte mais ces charges ne restent pas localisées (miroir peu stable $Q_p/Q_m < 1$). Au delà d'une