

III.1. RAPPEL DE L'APPLICATION VISÉE

Notre étude est basée sur la faisabilité de réalisation de liaisons métal/céramique devant travailler à des températures supérieures à 800 °C. Deux céramiques ont été retenues : Al_2O_3 et SiC ainsi que trois alliages métalliques. Nous avons abordé cette étude en employant volontairement des matériaux industriels de qualité commerciale.

III.2. LES MATÉRIAUX

III.2.1. Alumine Al_2O_3

L'alumine est à l'heure actuelle la céramique technique type oxyde la plus répandue. Elle trouve ses applications dans des domaines variés : mécanique, thermique, thermomécanique, électronique... Ces dernières années elle subit la concurrence de céramiques plus performantes (ZrO_2 , SiC, Si_3N_4 , SiALON...) mais aussi plus onéreuses et plus délicates à mettre en œuvre. Elle est aussi utilisée comme matrice pour d'autres céramiques (alumine-zircone, alumine-oxynitride...). Mais c'est dans l'industrie électronique qu'elle garde toute sa compétitivité malgré des recherches vers d'autres matériaux pour certaines applications (nitride d'aluminium et carbure de silicium).

Deux types d'alumine ont été utilisés du fait de leur disponibilité sur le marché et leur large emploi dans l'industrie. L'alumine standard notée 'S' et l'alumine AL23 de Degussit.

L'alumine standard S est une alumine de pureté 96 %, alors que l'AL23 est une alumine de pureté 99.7 %. Le taux d'impureté dans l'AL23 est inférieur à 6000 ppm. L'analyse chimique montre la présence, en très faible quantité, des composés suivants :

<i>MgO</i>	<i>CaO</i>	<i>Na₂O</i>	<i>Fe₂O₃</i>	<i>SiO₂</i>
≈ 3000	≈ 500	≈ 1000	≈ 400	≈ 1000

Tableau III.1 : Teneurs en impureté de AL23 (ppm).

Il faut noter que ces impuretés sont des ajouts de frittage qui conduisent à la formation de phases intergranulaires souvent partiellement vitreuses, si bien que la teneur en impuretés dans le volume des grains est inférieure à 1000 ppm.

Les deux aluminés retenues sont polycristallines et du type alpha ($\alpha-Al_2O_3$) corindon aussi bien en volume qu'en surface, après polissage, comme le montrent les diagrammes de diffraction X sous incidence rasante (Figure III.1).

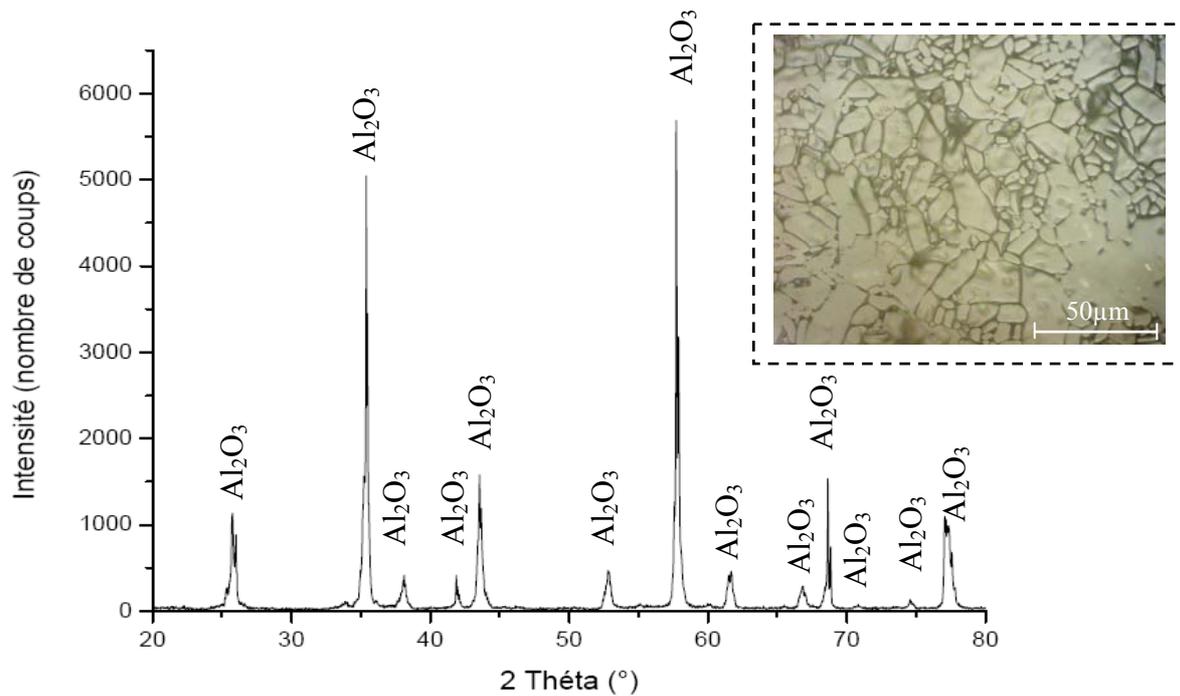


Figure III.1 : Spectre de diffraction X sous incidence rasante ($\alpha = 1^\circ$) des surfaces de l'alumine AL23 (anticathode Cu K_α). On note la présence exclusive de tous les pics de l'alumine α (corindon).

La taille des grains de l'alumine AL23 est hétérogène de l'ordre de 10 à 20 μm en moyenne, avec des grains plus gros dépassant ces valeurs (Figure III.2). L'alumine standard présente une microstructure beaucoup plus fine, de l'ordre de 5 μm , mais vu le fort ressuyage des phases vitreuses aux joints de grains lors de l'attaque thermique, ces derniers sont peu visibles. Ceci est à rapprocher des observations par microscopie électronique à transmission de *Drillet* [32], qui prouvent que sous l'effet de la température, des phases vitreuses de type silico-alumineux, situées aux points triple de l'alumine, peuvent remonter par capillarité vers l'interface Ni/Al₂O₃, l'épaisseur du film vitreux formé à l'interface est inférieure au micromètre. Nous vérifions ce point plus loin.

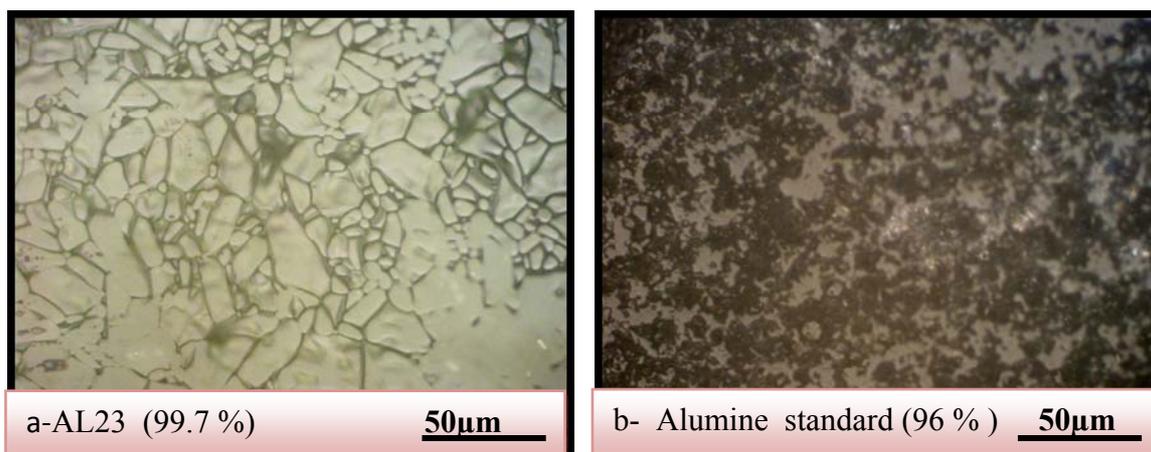


Figure III.2 : Microstructure des deux aluminés après une attaque thermique de 5 h à 1200 °C.

Le tableau III.2 résume les propriétés thermomécaniques de l'alumine que nous utiliserons par la suite.

<i>T(K)</i>	298	398	598	798	998	1098	1198	1298	1398
<i>K (W/m K)</i>	38	31	19	12	8	7	6.8	6.5	6
<i>C_p (J/Kg K)</i>	771	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>α (x 10⁻⁶ /K)</i>	6.9	8.1	10.1	10.7	11.1	11.3	11.4	11.6	-
<i>E (GPa)</i>	375	375	-	350	-	340	314	305	-
<i>ρ (kg/m³)</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>ν</i>	0.28	0.28	0.28	0.3	0.32	0.32	0.35	0.37	0.37

T-température, *K*-conductivité thermique, *C_p*-chaleur spécifique, *α*-coefficient d'expansion thermique, *E*- module d'élasticité, *σ_y*-limite élastique, *ρ*-densité, *ν*-coefficient de Poisson.

Tableau III.2 : Caractéristiques thermo-mécaniques de l'Alumine [22].

III.2.2. Carbure de silicium SiC

Les matériaux hautes températures peuvent se concurrencer entre eux. Dans de nombreuses applications, la tendance est au remplacement des aciers et alliages réfractaires par des céramiques thermomécaniques. Par exemple : tubes radiants dans les fours industriels où le carbure de silicium (SiC) gagne du terrain sur les aciers réfractaires, qui limitent les températures de process autour de 1000 °C. Le SiC est utilisé pour des applications thermomécanique, électrique, électronique, nucléaire et chimique. Il est connu pour sa légèreté, sa haute stabilité, sa grande dureté et de bonnes conductivités thermiques et électriques. Par contre, il est très fragile. De plus, il est prédisposé à subir l'attaque de l'atmosphère et présente une réactivité sévère avec les métaux à haute température [68,130].

Le SiC utilisé est une céramique à grain fin ($\approx 5\mu\text{m}$), de nomination industrielle EKasic[®] F et de pureté 99.2 %. Le diagramme de diffraction X sous incidence rasante montre qu'elle est de type SiC α 6H (Figure III.3).

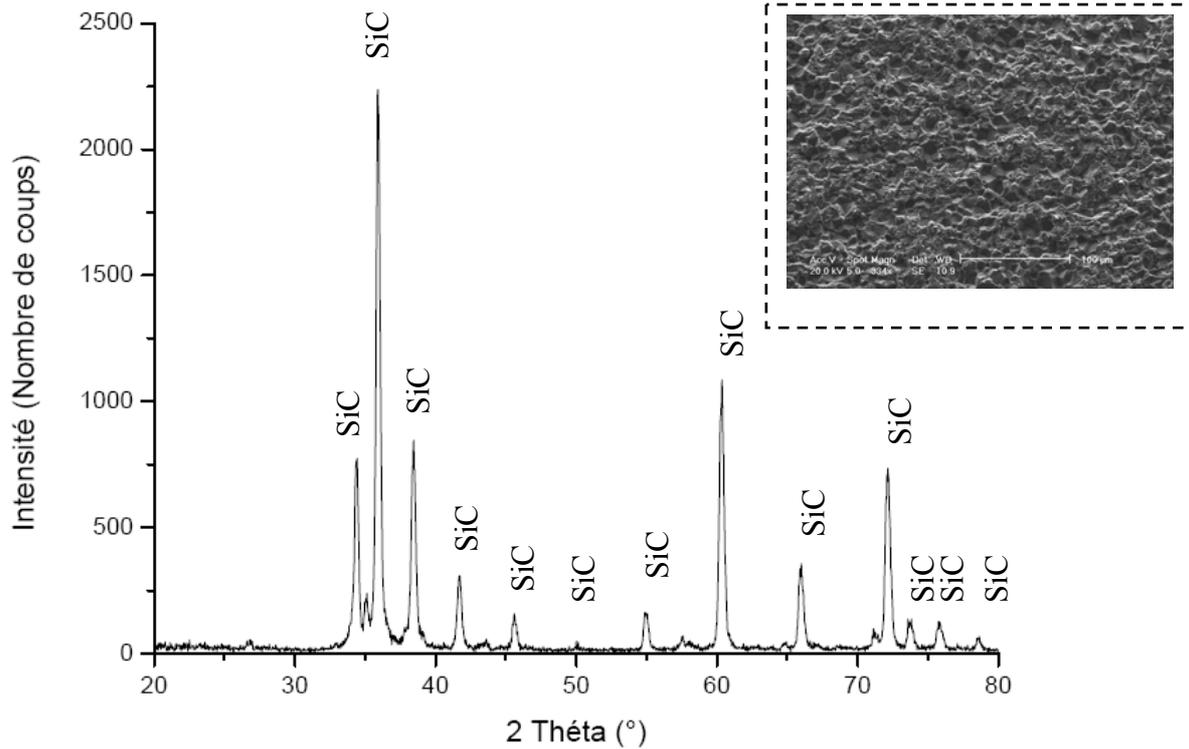


Figure III.3 : Spectre de diffraction X sous incidence rasante ($\alpha = 1^\circ$) des surfaces de SiC α 6H (anticathode Cu K_α).

Ses caractéristiques sont :

- résistance à des températures élevées,
- bonne conductivité thermique,
- résistance à la corrosion,
- excellente résistance aux chocs thermiques.

III.2.3. Préparation

Les céramiques sont découpées dans des plaques de façon à obtenir des éprouvettes de dimension $(15 \times 5 \times 5) \text{ mm}^3$. Ces échantillons ont un état de surface brut de frittage d'une rugosité de l'ordre de $R_a \approx 1.5 \text{ } \mu\text{m}$. Ils sont ensuite polis au feutre diamanté $3 \text{ } \mu\text{m}$ afin d'obtenir une rugosité moyenne de $0.5 \text{ } \mu\text{m}$ (Figure III.4).

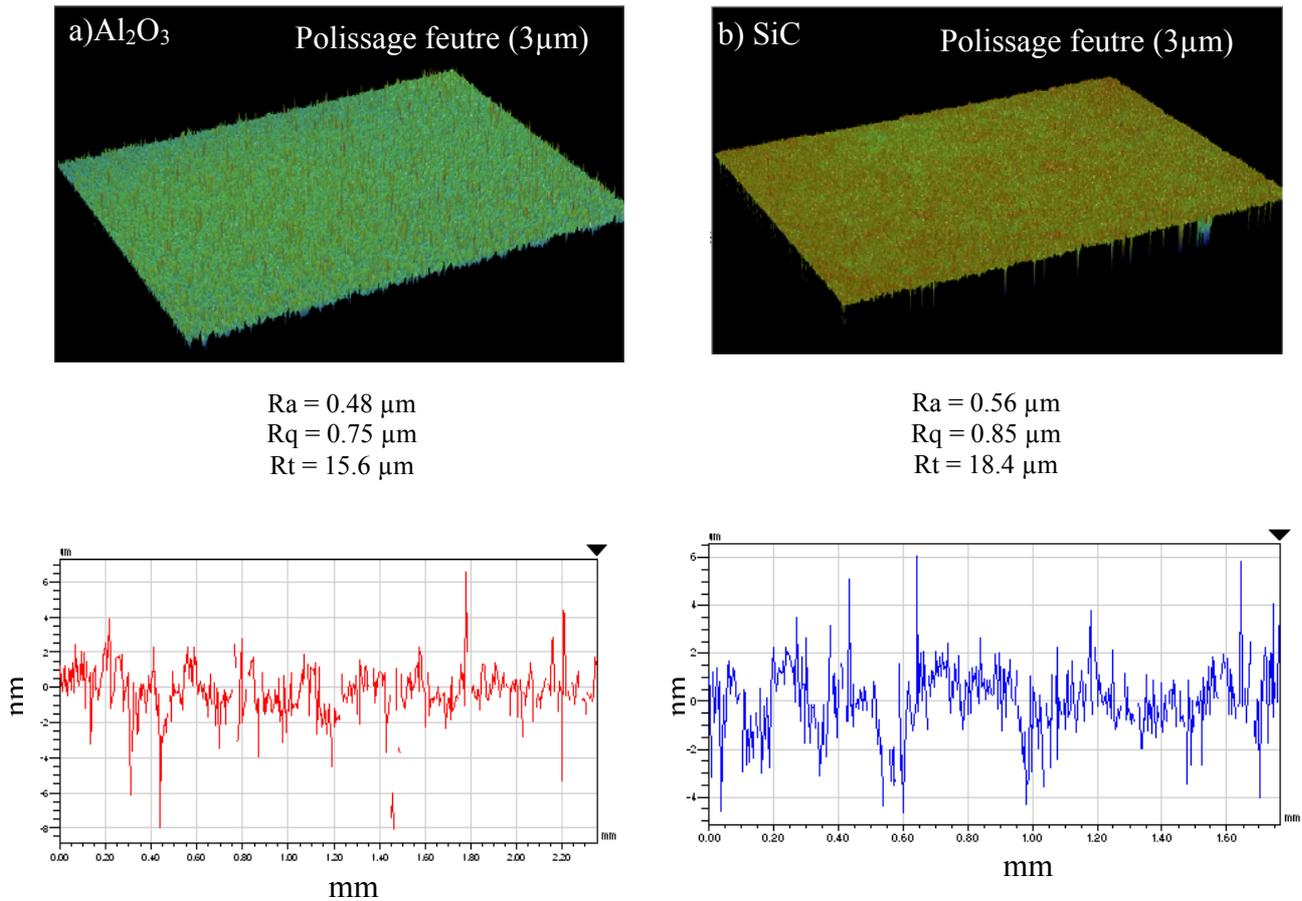


Figure III.4 : Profils de rugosités relatifs aux céramiques utilisées dans les assemblages, a) Al_2O_3 , b) SiC.

III.2.4. La méthode de métallisation par procédé Jet-MétalTM

La technique de métallisation par procédé Jet-MétalTM est une technique développée par *Stremsdorfer* [131] à partir de 1997. Cette technique de métallisation permet d'amorcer directement le dépôt après un dégraissage et un éventuel conditionnement de la surface (selon les applications et l'épaisseur finale du film métallique). L'épaississement par un dépôt électrochimique classique est possible sur ce film métallique élaboré par cette technique. Appelée méthode de dépôt chimique dynamique, elle permet d'élaborer des films métalliques ou d'alliages ayant des épaisseurs allant de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de microns sur la plupart des matériaux conducteurs ou isolants (céramiques et polymères). Cette technique a fait l'objet d'un dépôt de brevet international et de marque portant le nom de Jet MetalTM [131].

Le principe général consiste en la réduction contrôlée d'un cation métallique par des électrons. Grâce à un pistolet pneumatique double buse utilisant de l'air comprimé, deux solutions aqueuses sont projetées sur le substrat à métalliser. Une des solutions contient le ou les sels métalliques de cuivre, nickel, argent et l'autre contient la réserve d'électrons sous forme d'un réducteur (borohydrure de potassium).

Le schéma de principe de cette nouvelle technique de dépôt est présenté sur la figure III.5. Grâce au dispositif, les deux solutions oxydantes et réductrices sont projetées sous forme de gouttelettes. La coalescence des gouttelettes de ces deux solutions ne peut

pas se faire dans le cône de projection du dispositif mais il s'effectue, avec des proportions adéquates, à la surface du substrat (métal, céramique, polymère). La coalescence rapide des gouttelettes conduit ainsi à la formation d'un film liquide qui recouvre et mouille toute la surface exposée à la projection.

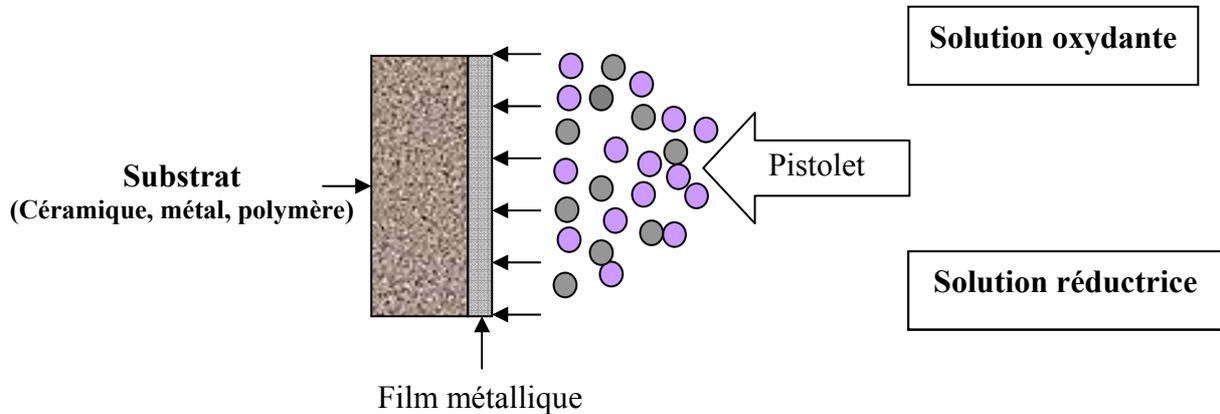


Figure III.5 : Représentation schématique du principe du procédé Jet MétalTM.

Après avoir obtenu le film métallique ou l'alliage métallique sur les substrats (alliage ou céramique), la liaison métal-céramique s'effectue d'une façon classique dans un four à thermocompression mais éventuellement sans aucune pression appliquée. Les dépôts utilisés dans notre étude sont $\text{Ni}_{0,93}\text{B}_{0,07}$ et Ag pur.

III.2.5. Les joints de liaisons

Le choix du cuivre et du nickel comme joints métalliques pour la thermocompression se justifie d'une part pour l'intérêt industriel, et d'autre part par leur réactivité avec l'alumine en présence d'oxygène à haute température ou inversement par leur non réactivité en absence de ce dernier. Pour le cuivre, l'intérêt pratique dans les composants électroniques n'est plus à démontrer. Son excellente aptitude au brasage et son prix en font un métal très employé en connectique ; son couplage avec l'alumine dans les circuits hybrides hautes fréquences est recherché afin de dissiper les calories de l'ensemble. Il est aussi l'un des composants de nombreuses brasures (Ag-Cu, Cu-Zn...) utilisées dans les liaisons métal/céramique comme nous l'avons vu au chapitre I. Son utilisation peut être intéressante comme joint d'étanchéité. Il présente des propriétés mécaniques, métallurgiques et physicochimiques adaptées aux techniques que nous voulions employer : point de fusion modéré (1083 °C), grande plasticité à chaud, miscibilité totale à l'état solide avec le nickel dans le cas de l'utilisation de multi-joints Cu-Ni (technique dont nous démontrerons l'efficacité pour des applications hautes températures). De plus il permet de former un eutectique avec son oxyde Cu_2O et donc d'utiliser la méthode de l'eutectique (cf. chapitre I, § I.2.5). Signalons enfin que ce choix correspond aussi à la poursuite des travaux entrepris dans notre laboratoire [2,3] sur ce couple et de la diversité des nombreuses études sur les liaisons $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$, que nous avons cités au chapitre I.

III.2.5.1. Le nickel

Le métal utilisé est du Nickel polycristallin à 99,5%. Sa composition chimique est donnée dans le tableau ci-dessous :

<i>Cu</i>	<i>Si</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Co</i>	<i>O</i>	<i>Ni</i>
< 0,01	0,14	0,051	0,08	0,098	<0,01	35ppm	solde

Tableau III.3 : Composition du nickel en % massique.

Le nickel est utilisé sous forme de plaquette de 0,25 mm d'épaisseur obtenue après laminage et découpage d'une tôle de 1 mm d'épaisseur. Avant thermocompression, il est soumis à un décapage chimique dans une solution aqueuse d'acide nitrique (HNO₃ à 50%, densité : 1,325) puis un nettoyage aux ultra-sons dans un bain d'éthanol.

Le tableau III.4 montre le comportement du nickel en température après un recuit à 1100 °C sous vide. Les essais mécaniques de traction ont été réalisés par *Lourdin* [22] pour une vitesse de traverse de 0.1 mm/mn et une vitesse de déformation de $1.15 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

<i>T(K)</i>	298	398	598	798	998	1098	1198	1298	1398
<i>K (W/m K)</i>	70.3	66.5	61.6	56.8	61.8	57.6	66.1	68.8	-
<i>C_p (J/Kg K)</i>	456	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>α (x 10⁻⁶ /K)</i>	13.1	13.6	14.2	15.3	18.8	16.2	16.6	16.9	17.1
<i>E (GPa)</i>	205	200	190	117	-	-	-	-	-
<i>σ_y (GPa)</i>	91	94	72	59	49	42	-	-	-
<i>ρ (kg/m³)</i>	8700	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>ν</i>	0.29	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>A</i>	-	-	-	1.6E ⁻¹⁸	1.57E ⁻¹⁴	5.53E ⁻¹¹	8.18E ⁻¹⁰	8.3E ⁻⁹	6.26E ⁻⁸
<i>n</i>	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	4.6	4.6	4.6	4.6

T-température, *K*-conductivité thermique, *C_p*-chaleur spécifique, *α*-coefficient d'expansion thermique, *E*- module d'élasticité, *σ_y* –limite élastique, *ρ*-densité, *ν* – coefficient de Poisson, *A* et *n* paramètre de fluage.

Tableau III.4 : Caractéristiques thermo-mécaniques du nickel [22].

III.2.5.2. Le cuivre

Nous avons utilisé du cuivre polycristallin type O.F.H.C de pureté supérieure à 99,95% sous forme de plaquette de 0,2 mm d'épaisseur obtenue après laminage et découpage d'une première plaque de 1 mm d'épaisseur. Avant thermocompression, il est soumis à un décapage chimique dans une solution aqueuse d'acide nitrique (HNO₃ à 50%, densité : 1,325) puis un nettoyage aux ultras sons.

Le tableau III.5 montre le comportement du cuivre en température.

<i>T</i> (K)	298	398	598	798	998	1098	1198	1298	1398
<i>K</i> (W/m K)	399	395	390	380	375	368	360	340	-
<i>C_p</i> (J/Kg K)	380	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>α</i> ($\times 10^{-6}$ /K)	16.7	17.3	18.1	18.4	18.7	19.1	20.1	-	-
<i>E</i> (GPa)	132	120	103	90	73	60	-	-	-
<i>σ_v</i> (GPa)	60	40	15	2	-	-	-	-	-
<i>ρ</i> (kg/m ³)	8940	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>ν</i>	0.29	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>A</i>	-	-	-	9.2E ⁻¹²	2E ⁻¹²	2.1E ⁻¹¹	2E ⁻⁹	-	-
<i>n</i>	-	-	-	4.5	4.5	4.5	4.5	-	-

T-température, *K*-conductivité thermique, *C_p*-chaleur spécifique, *α*-coefficient d'expansion thermique, *E*-module d'élasticité, *σ_v* -limite élastique, *ρ* -densité, *ν*-coefficient de Poisson, *A* et *n* paramètre de fluage.

Tableau III.5 : Caractéristiques thermo-mécaniques du cuivre [18].

III.2.6. Alliages (Incoloy 800H, Kanthal APM, HaynesTM 214[®])

Les alliages réfractaires ont été mis au point pour résister à l'oxydation et à la corrosion par les gaz à températures élevées tout en conservant des propriétés mécaniques suffisantes c'est à dire sans subir de déformation plastique. Le terme « réfractaire » est souvent employé pour des nuances très alliées adaptées à des températures de service supérieures à 300 °C, généralement comprises entre 900 et 1150 °C (NF A 35-578).

Les caractéristiques mécaniques à chaud de ces alliages (résistance au fluage) ainsi que certaines données physiques (coefficient de dilatation, conductivité thermique) sont données souvent d'une façon indicative.

Les dimensions de nos alliages sont de 15 mm x 5 mm x 5 mm. Toutes les éprouvettes ont subi un polissage par papier abrasif de granulométrie 600 et un nettoyage dans un bain aux ultras sons.

L'**INCOLOY[®] 800H** est un alliage à base de Fe-Ni-Cr de structure austénitique. Ce matériau est résistant à l'oxydation à haute température, et à la corrosion. A cause de sa haute teneur en nickel et chrome, l'alliage forme une couche d'oxyde protectrice contre l'oxydation de type Cr₂O₃. La composition chimique de cet alliage est donnée au tableau III.6 :

<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>C</i>	<i>Al</i>	<i>Ti</i>	<i>Al + Ti</i>
39,5	30-35	19-23	0,05-0,1	0,15-0,6	0,15-0,6	0,3-1,2

Tableau III.6 : Composition chimique en % en poids de l'**INCOLOY[®] 800H** [132].

Elaboré par la métallurgie des poudres, le **KANTHAL APM** est constitué essentiellement de Fe-Cr-Al de structure ferritique. La particularité de ce type d'alliage est d'être stable à haute température et de résister à l'oxydation (vers 1250 °C). Il présente aussi une bonne résistance à l'environnement sulfureux et carboné. Ci-dessous la composition chimique de l'alliage (Tableau III.7) :

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Al</i>	<i>Fe</i>
0,08	0,7	0,4	23,5	5,8	solde

Tableau III.7 : Composition chimique en % en poids du KANTHAL APM [133].

L'HAYNESTM 214[®] est un alliage industriel à base de Ni de structure austénitique. Les principales caractéristiques de cet alliage sont la bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion. A une température avoisinant 950 °C, l'alliage forme en surface des oxydes mixtes type Cr₂O₃ et Al₂O₃ qui lui confèrent une protection à l'oxydation suffisante, comparable à celle obtenue par les alliages à haute teneur en nickel. Il s'agit aussi d'un alliage qui a un très bon comportement à la soudabilité (TIG, MIG...). Sa composition chimique est donnée par le tableau III.8 :

<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Al</i>	<i>Fe</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>Zr</i>	<i>C</i>	<i>B</i>	<i>Y</i>
75	16	4,5	3	0,5	0,2	0,1	0,05	0,01	0,01

Tableau III.8 : Composition chimique en % en poids de l'HAYNESTM 214[®] [134].

Le tableau III.9 résume les propriétés thermomécaniques de l'alliage que nous avons principalement sélectionné et utilisé dans la suite de notre étude (HAYNESTM 214[®]) en fonction de la température.

<i>T(K)</i>	298	598	798	998	1098	1198	1298	1398
<i>K (W/m K)</i>	12	12.8	15.9	21.1	26.9	29.7	31.4	34
<i>C_p (J/Kg K)</i>	452	470	515	561	668	705	728	749
<i>α (x 10⁻⁶ /K)</i>	13.1	13.3	13.6	14.6	15.8	16.6	17.6	20.2
<i>E (GPa)</i>	218	210	204	184	170	162	151	-
<i>σ_v (GPa)</i>	605	-	-	545	645	610	65	12
<i>ρ (kg/m³)</i>	8700	-	-	-	-	-	-	-
<i>ν</i>	0.3	-	-	-	-	-	-	-
<i>A</i>	-	-	-	-	1.12E ⁻²⁷	1.48E ⁻¹⁸	1.53E ⁻¹¹	1.13E ⁻⁹
<i>n</i>	-	-	-	-	9.2	5.9	5	3.2

T-température, *K*- conductivité thermique, *C_p*- chaleur spécifique, *α*- coefficient d'expansion thermique, *E*- module d'élasticité, *σ_v*-limite élastique, *ρ* -densité, *ν* – coefficient de Poisson, *A* et *n* paramètre de fluage.

Tableau III. 9 : Caractéristiques thermo-mécaniques du HAYNESTM 214[®] [134].

III.3. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL D'ASSEMBLAGE

III.3.1. Four presse

Le laboratoire dispose de plusieurs fours de thermocompression travaillant à haute température sous atmosphère contrôlée, ou sous vide (Figure III.6). Pour réaliser les liaisons métal-céramique nous avons utilisé l'un de ces fours dont les paramètres de fonctionnement sont :

- température maximale de travail de 1600°C,
- étanchéité au vide secondaire,
- possibilité de travailler dans le vide ou sous atmosphère contrôlée,
- charge uniaxiale constante et facilement réglable entre 0 et 150 kg.

Le dispositif (Figure III.6) comprend un four à résistance en MoSi_2 (1) dont la température est contrôlée par un régulateur (12) chauffant un tube vertical en alumine étanche (2). Ce tube est raccordé à ses deux extrémités à des tubes en acier inoxydable refroidis par une circulation d'eau (3). Sur les parties en acier inoxydable, qui assurent l'étanchéité de l'ensemble, sont fixées :

- les entrées et sorties de gaz pour les traitements sous atmosphère contrôlée,
- les prises de vide (primaire ou secondaire) (10),
- la jauge de mesure du vide (4),
- le passage du thermocouple interne (5).

L'intérieur des tubes en alumine comprend :

- un tube bas coulissant en alumine sur lequel les échantillons sont positionnés (8),
- un tube haut mobile en alumine sur lequel est fixé un vérin pneumatique (6).

Les faces en contact avec les échantillons sont également en alumine (9). De plus, cet ensemble est doté :

- d'un régulateur de pression (7),
- d'un débitmètre (11),
- d'un analyseur d'oxygène (13).

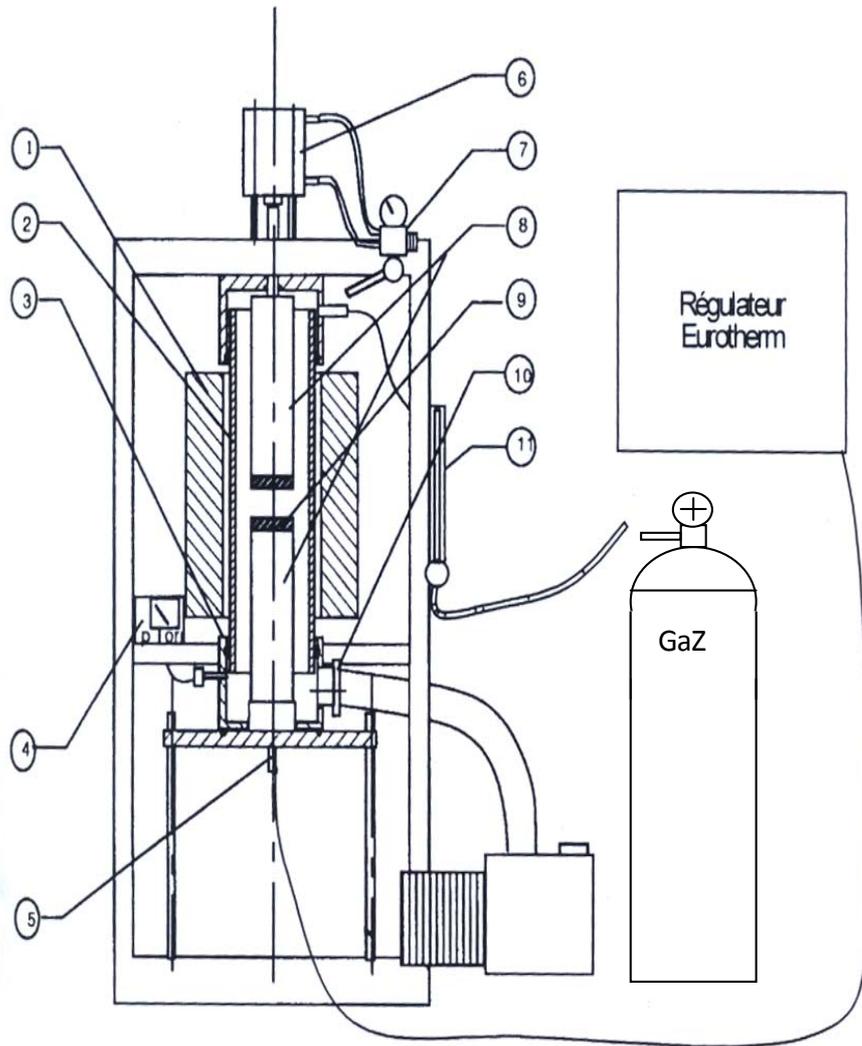


Figure III.6 : Dispositif expérimental de l'appareillage de thermocompression.

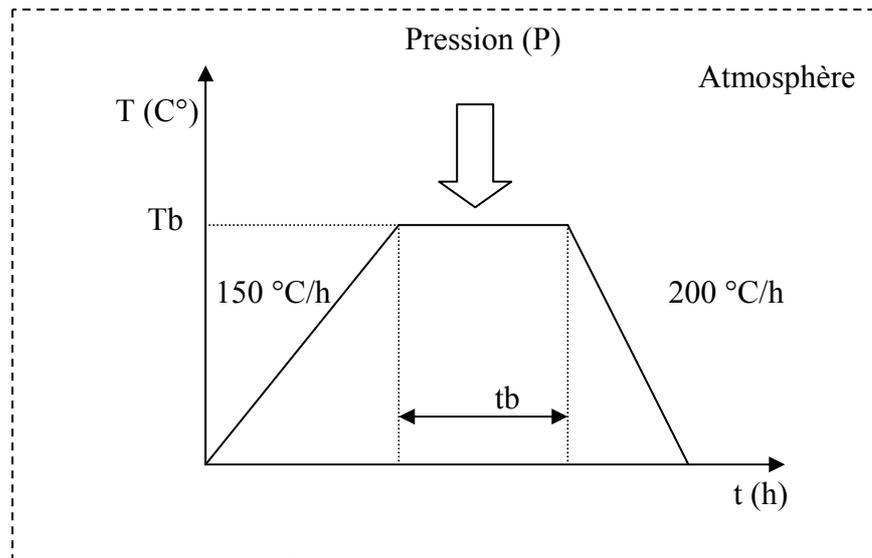


Figure III.7 : Schéma d'un cycle de thermocompression.

III.3.2. Conditions expérimentales

Comme nous l'avons évoqué au chapitre I, les paramètres à prendre en considération dans le procédé de thermocompression sont les suivants (Figure III.7) :

- la valeur de la pression uniaxiale appliquée au système (P), et à quelle étape du cycle,
- la température de liaison (T_b),
- le temps de maintien à la température T_b (t_b) (palier de thermocompression),
- la nature chimique de l'atmosphère de travail,
- l'état de surface et la pureté des échantillons.

Pour le choix de ces paramètres, nous nous sommes appuyés sur les indications fournies par les études menées au sein de notre laboratoire par *Lourdin* [22], *Serier* [31] et *Jacquemin* [135].

- **Température :**

Les vitesses de montée et de descente en température sont linéaires et sont fixées respectivement à $150\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ et $200\text{ }^{\circ}\text{C/h}$. Un palier est observé lorsque la température maximale est atteinte et le temps de maintien à ce palier varie de 0 à 2 heures suivant les couples. La température du four a été étalonnée à partir de la température de fusion du cuivre ($1083\text{ }^{\circ}\text{C}$).

- **Pression :**

La pression est exercée dès la montée en température et dans certains cas seulement lorsque la température du palier (T_b) est atteinte (Figure III.7). Elle est maintenue au cours du refroidissement et est enlevée lorsque le four atteint la température ambiante.

- **Atmosphère :**

Les liaisons sont réalisées sous vide dynamique primaire. Le pompage est effectué pendant tout le cycle d'élaboration.

III.4. CONFIGURATION DES ASSEMBLAGES

Nous avons opté pour deux types de configurations : une configuration laboratoire avec des géométries prismatiques et une configuration industrielle type Tube-Tube. Les dimensions ainsi que la géométrie sont mentionnées dans la Figure III.8.

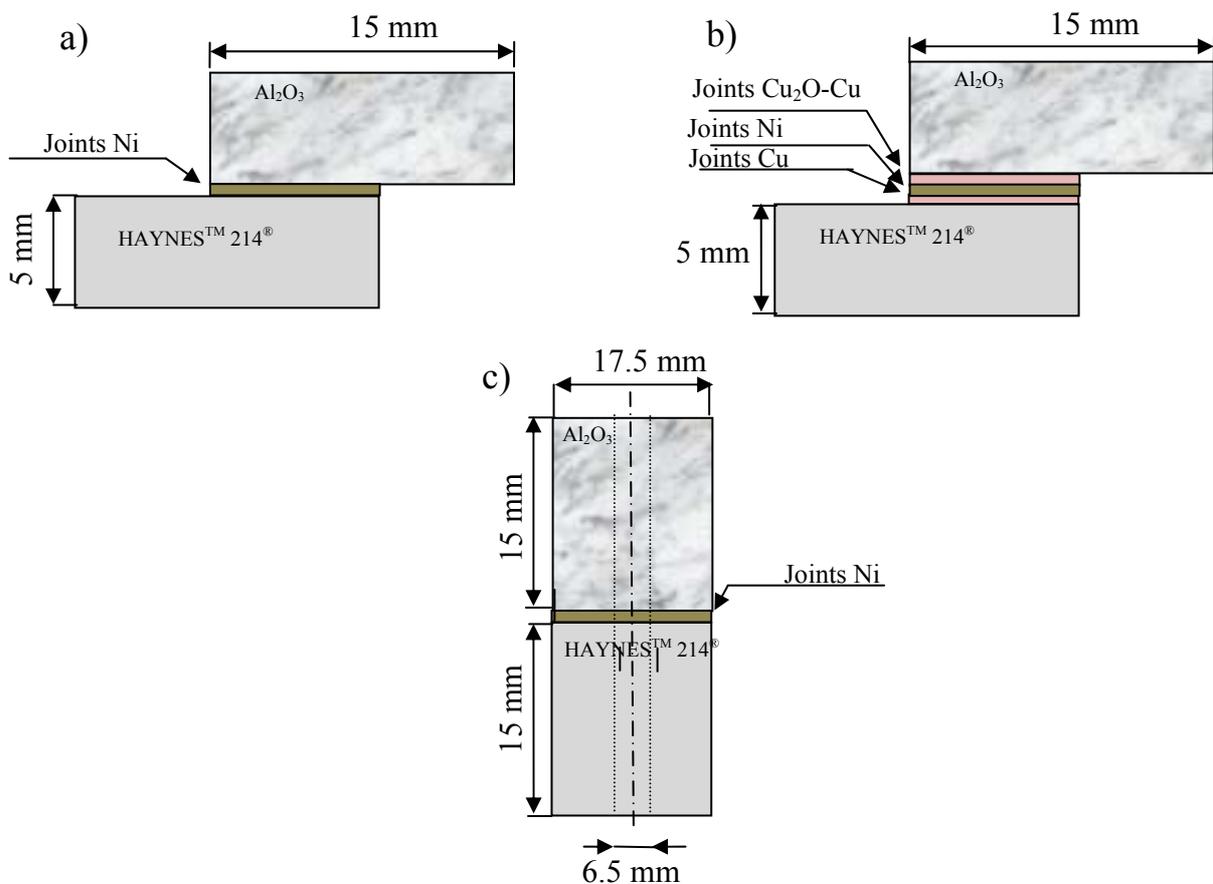


Figure III.8 : Schéma descriptif de différents types d'assemblages réalisés. a) avec un joint en nickel, b) avec un multi-joint Cu-Ni-Cu, c) configuration tube-tube avec un joint en nickel.

Les joints métalliques utilisés sont sous forme d'un feuilard qui est disposé entre la céramique (Al_2O_3 ou SiC) et l'alliage. Dans certains cas, un empilement de trois joints métallique Cu-Ni-Cu est utilisé. Ce dernier a pour fonction d'accommoder les déformations et par conséquent de limiter les contraintes résiduelles.

L'étude est faite sur deux types de céramique. La première céramique est le carbure de silicium assemblée avec l'alliage en utilisant différentes barrières chimiques ($\text{Ni}_{0.93}\text{B}_{0.07}$ et Ag). La deuxième céramique est l'alumine avec l'utilisation du Ni ou des sandwichs CuNiCu comme joint métallique.

III.5. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET MÉCANIQUE DES LIAISONS

III.5.1. Essai de cisaillement

C'est l'essai le plus souvent employé en thermocompression malgré la dispersion des résultats qu'il entraîne du fait de l'apparition de flexion au moment du test.

Le dispositif de cisaillement (Figure III.9) est réalisé en acier, il est monté et guidé en translation verticale sur une machine de traction de type **Adamel DY25** équipée d'un capteur piézoélectrique de 2000 daN. La vitesse de déplacement de la traverse est de 0,1 mm/mn.

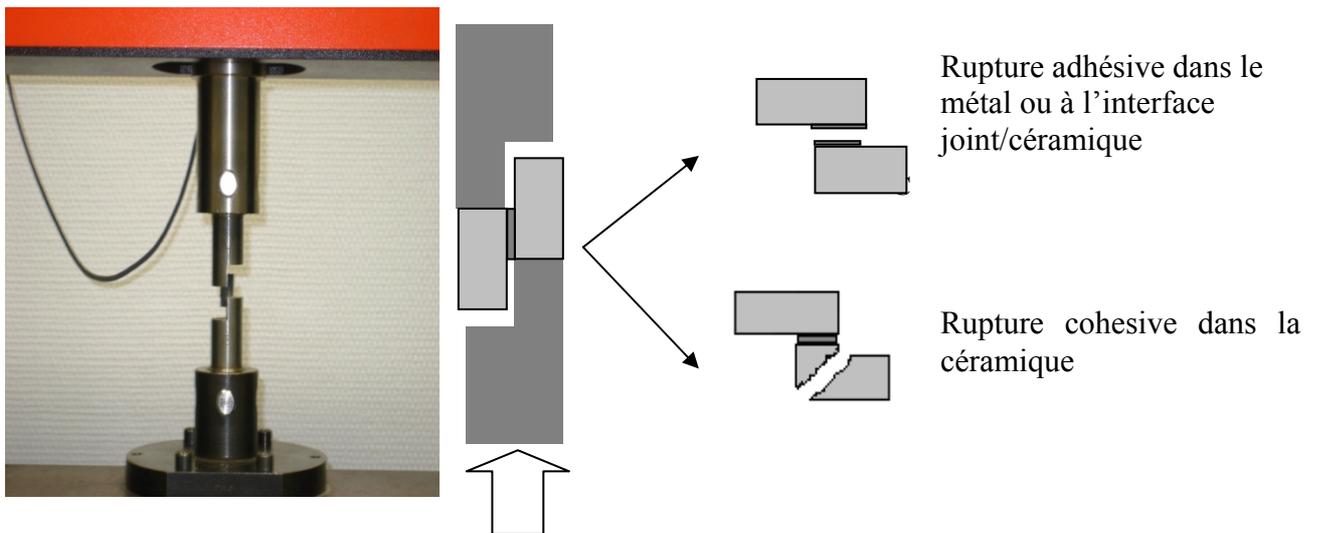


Figure III.9 : Essai de cisaillement avec les deux types de rupture rencontrés.

Cette caractérisation permet de déterminer la contrainte maximale (σ_{\max}) ainsi que la contrainte à la rupture (σ_{rup}) à partir de la courbe force-allongement enregistrée pour chacun des essais effectués. Une observation du faciès de rupture permet de déterminer le mode de propagation de la fissure (adhésif, cohésif ou mixte).

III.5.2. Essai de flexion 4 points (délamination)

Le test de flexion 4 points par délamination est un test conventionnel, développé par *Charalambides et al.* [136] à la fin des années 80. Cet essai a pour but de déterminer l'énergie de rupture interfaciale G_{IC} de la liaison.

Les tests de délaminage (flexion 4 points) sont réalisés sur une machine de traction-compression type **Adamel DY25**. Le montage est constitué de deux parties (Figures III.10 et III.11) :

- une pièce inférieure à fond plat sur laquelle sont collés deux plots en alumine distant de 20 mm ($2c = 20$ mm),

-une pièce supérieure à fond arrondi sur laquelle sont collés deux plots en alumine distant de $2L = 40$ mm. Cette pièce est simplement posée sur l'échantillon ; la charge appliquée par l'intermédiaire d'un piston au contact d'une bille est ainsi répartie de façon homogène dans les deux plots.

Le montage est posé sur le capteur de force. Le capteur utilisé est un capteur qui peut supporter des forces supérieures à 2000 daN.

Le test de délaminage permet de déterminer l'énergie de rupture interfaciale (cf. Chapitre I, § II.4.2) car il présente un domaine important dans lequel ψ et l'énergie de rupture sont indépendants de la longueur de fissure, pour une fissure comprise entre $0.2h < a < 0.9c$ (Figure III.10) [136].

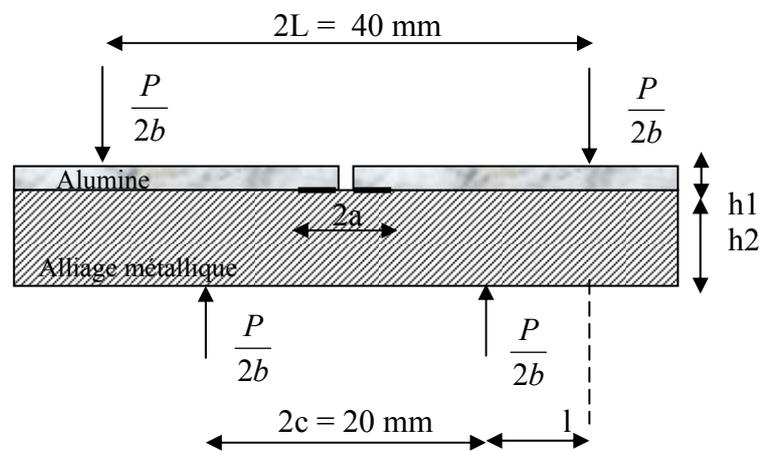


Figure III. 10: Eprouvette de flexion 4 points.

$2c$ est l'écartement entre les appuis intérieurs du montage de flexion.

b : largeur du barreau.

a : longueur de la fissure.

P : la charge appliquée.

L'angle de charge ψ de cet essai dépend essentiellement des contraintes résiduelles, de la différence entre les propriétés élastiques des deux matériaux et du rapport $\frac{h_1}{h_2}$.

Pour ce type d'échantillon, l'énergie de rupture est donnée par la relation suivante [136].

$$G_{IC} = \frac{M^2 (1-\nu)}{2E_2} \left[\frac{1}{I_2} - \frac{\lambda}{I_0} \right] \quad \text{III.1}$$

G_{IC} : Energie de rupture interfaciale.

$$\lambda = E_2 \frac{(1-\nu^2)}{(E_1(1-\nu_2^2))}$$

$$M = \frac{Pl}{2b}$$

P : Charge.

ν_i : Coefficient de Poisson.

E_i : Module de Young.

$$I_0 = \frac{h_1^3}{12} + \frac{\lambda h_2^3}{12} + \frac{\lambda h_1 h_2 (h_1 + h_2)^2}{4(h_1 + \lambda h_2)}$$

$$I_2 = \frac{h_2^3}{3}$$

$$G_{IC} = \frac{3 P^2 l^2 (1 - \nu_2^2)}{2 E_2 h^3 b^2} \left(\frac{1}{\left(\frac{h_2}{h}\right)^3} - \frac{\lambda}{\left(\left(\frac{h_1}{h}\right)^3 + \lambda \left(\frac{h_2}{h}\right)^3 + 3\lambda \left(\frac{h_1 h_2}{h^2}\right) \left(\frac{h_1}{h} + \lambda \frac{h_2}{h}\right)^{-1}\right)} \right)$$

III.2

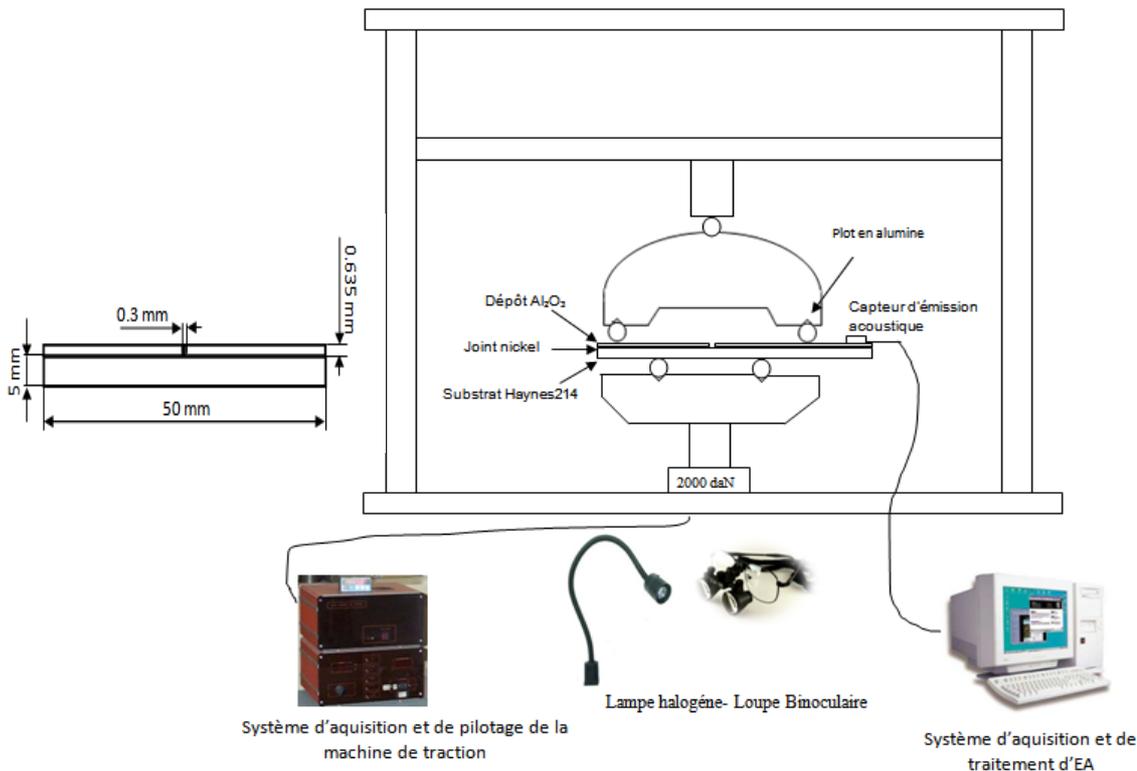


Figure III.11 : Dispositif expérimental du test de délaminage suivi par émission acoustique ainsi que les dimensions des éprouvettes de flexion 4 points type délaminage.

L'alumine utilisée pour ces essais est l'AL23 (99.7% Degussit). Elle se présente sous la forme de barreaux parallélépipédiques de 50 mm x 5 mm x 0.635 mm et 50 mm x 5 mm x 0.385 mm. Le nickel est identique à celui utilisé précédemment. Les faces liées de l'alumine sont brutes de frittage. Les entailles ont été réalisées avec une meule diamantée de 0.3 mm d'épaisseur.

Les conditions des essais de flexion 4 points (délaminage) sont les suivantes :

- la vitesse de la traverse 0.1 mm/mn, vitesse minimale autorisée avec la machine de traction-compression,
- précharge ≈ 2 N,
- capteur de force 2000 daN.

Un système optique comprenant une binoculaire permet une visualisation in-situ de l'essai. Le grossissement assuré par ce dernier est assez important pour pouvoir détecter l'apparition des fissures interfaciales. Le côté poli de l'éprouvette de délaminage est placé face à la binoculaire ; l'éclairage est assuré par une lampe halogène.

Il est à noter que ce système ne permet pas de détecter les microfissures et que les fissures sont effectivement observables si elles débouchent sur le côté poli de l'éprouvette d'où l'utilité d'un suivi par Emission Acoustique (EA).

III.5.3. Caractérisation par émission acoustique (EA)

La chaîne de mesure d'EA provient de Physical Acoustic Corporation (PAC) (Figure III.10). Elle est constituée de :

- un capteur piézo-électrique. L'énergie mécanique des ondes acoustique est convertie en signaux électriques.

Le couplage entre le capteur et l'échantillon est réalisé avec une graisse silicone. Le capteur est placé du côté du dépôt céramique. Le capteur est maintenu grâce à un ressort permettant une optimisation et une bonne reproduction du couplage entre le capteur et le dépôt céramique au cours des différents essais.

- un préamplificateur 1220A de PAC. Le gain d'amplification est de 40 dB,
- un système d'acquisition et de traitement des données d'EA. Il comporte un ampli dont le gain est de 30 dB. L'acquisition des données permet d'obtenir un comptage cumulé ou non du nombre de salves et du nombre de coups par salve. Pour chaque événement, le temps de montée, la durée, l'énergie et l'amplitude sont enregistrés.

Le seuil ou la valeur minimale de détection d'un événement est de 45 dB. Les événements dont l'amplitude est inférieure à 45 dB ne seront donc pas accessibles.

Nous avons utilisé ce suivi en EA pour certains essais en cisaillement et pour les essais de délamination.

III.5.4. Caractérisation physico-chimique

Nous avons utilisé plusieurs moyens de caractérisation de l'interface. Sur des échantillons non sollicités mécaniquement, les observations sont faites par microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB). Ces observations sont réalisées sur une coupe métallographique perpendiculaire à l'interface.

Après sollicitation et rupture, ces mêmes échantillons sont caractérisés au niveau de la surface de rupture par :

- microscope optique,
- microscope électronique à balayage,
- analyse EDX,
- diffraction des rayons X (classique et/ou rasant).

III.6. ESTIMATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

III.6.1. Mesure par indentation Vickers

Moins répandue que la diffraction X mais pourtant aisée à mettre en œuvre pour l'étude des liaisons métal-céramique, la méthode par indentation Vickers peut être appliquée pour évaluer d'une part l'évolution de la ténacité de la céramique au voisinage de l'interface et d'autre part les contraintes résiduelles dans le matériau fragile près de la zone interfaciale. Basée sur la mécanique de la rupture des milieux continus [137], la différence de longueur des fissures que l'on observe pour une même céramique avant et après assemblage est liée au niveau de contraintes résiduelles σ_R au point d'indentation (Figure III.12).

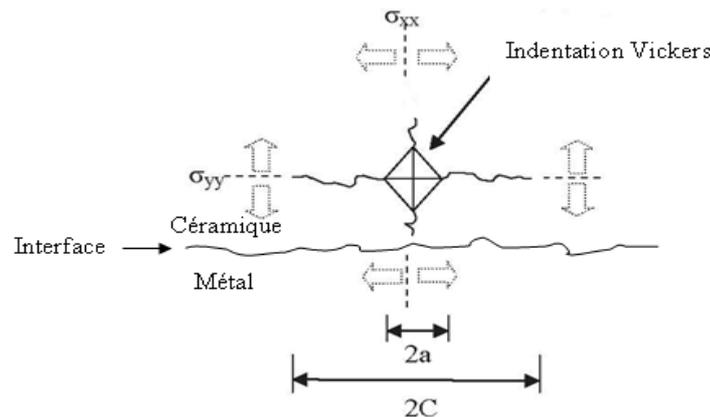


Figure III.12 : Représentation schématique d'une empreinte d'indentation Vickers pour un assemblage métal/céramique.

Les couples étudiés sont $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{HAYNES}^{\text{®}} 214$ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}_2\text{O}-\text{Cu}-\text{Ni}-\text{Cu}/\text{HAYNES}^{\text{®}} 214$. Ces derniers sont polis jusqu'à la pâte diamantée 3 μm . Les mesures d'indentation sont réalisées sur un microduromètre BUEHLER, avec un indenteur Vickers sous une charge de 300 g pendant 15 secondes. Le facteur d'intensité critique des contraintes (K_{IC}) a été déterminé en utilisant la formule de *Liang et coll* [138] qui a l'avantage d'être indépendante du type de fissure créé, médian ou palmqvist.

$$K_{\text{IC}} = \frac{H_v a^{\frac{1}{2}}}{\alpha} \left(\frac{E\phi}{H_v} \right)^{0,4} \left(\frac{C}{a} \right)^{\frac{C}{18a}-1,51} \quad \text{III.3}$$

Ou H_v est la dureté Vickers, E , le module de Young, ϕ le facteur de contrainte égal à 3 pour l'alumine, α est une constante non dimensionnelle qui est fonction du coefficient de poisson ν et qui est donnée par :

$$\alpha = 14 \left[1 - 8 \left(\frac{4\nu - 0,5}{1 - \nu} \right)^4 \right] \quad \text{III.4}$$

Lascar [115] propose, pour le calcul de niveau de contraintes résiduelles au point d'indentation, la relation suivante :

$$\sigma_r = \frac{K_{\text{IC}_i}}{(\pi C \Omega)^{\frac{1}{2}}} \left[1 - \left(\frac{C_i}{C} \right)^{\frac{3}{2}} \right] \quad \text{III.5}$$

K_{IC_i} : facteur d'intensité critique de contrainte initial de la céramique,

C_i : longueur initial du défaut médian ($C = a + l$) obtenu par indentation de la céramique avant liaison,

C : longueur du défaut médian obtenu par indentation après liaison,

Ω : coefficient géométrique $\Omega = \frac{4}{\pi^2}$.

III.6.2. Mesure par diffraction X

III.6.2.1. Principe de la méthode diffractométrique

Parmi les méthodes d'analyse de contraintes résiduelles, la diffractométrie des rayons X est la plus employée dans les laboratoires et l'industrie. Elle permet d'effectuer un contrôle non destructif en proche surface d'un matériau polycristallin. Le calcul de la contrainte d'ordre I (échelle macroscopique) est basé sur une mesure de distance interréticulaire d_{hkl} (échelle microscopique). Une analyse correcte des résultats est fondée en partie sur la maîtrise du passage entre les deux échelles macro et microscopique [97].

Le prototype de cette méthode est une technique fondée sur la diffraction des rayons X qui permet de déterminer les déformations du réseau sous un champ de contraintes bi-axiales à la surface d'un solide. Elle est basée sur la mesure des distances inter-réticulaires d'une famille de plans cristallographiques convenablement choisie qui varie en fonction du champ de contraintes imposées [139,102,140].

Soit d_{hkl} la distance interréticulaire d'une famille de plans $\{hkl\}$ et d_0 sa valeur au repos. Sous l'effet d'une contrainte, la distance d_{hkl} va différer de d_0 d'une distance $\Delta d = d_{hkl} - d_0$. La mesure de la déformation $\varepsilon = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_0}$ résultante est reliée par la loi de Bragg à la mesure du déplacement $\Delta 2\theta$. Sachant que :

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad \text{III.6}$$

Avec :

θ : angle de diffraction (de Bragg).

λ : longueur d'onde des rayons X incidents.

n : nombre entier naturel.

Si l'on différencie en d_0 cette relation, on obtient :

$$\Delta d_{hkl} = -n \cdot \lambda \cdot \frac{\cos \theta_0}{\sin^2 \theta_0} \cdot \Delta \theta \quad \text{III.7}$$

$$\text{ou bien } \frac{\Delta d_{hkl}}{d_0} = -\cot \theta_0 \cdot \Delta \theta \quad \text{après division par } d_0 \quad \text{III.8}$$

La variation totale de l'angle de diffraction et par conséquent la déformation ε s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_0} = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 \cdot \Delta 2\theta \quad \text{III.9}$$

Du fait de la présence du facteur \cot dans la formule, on utilisera dans la pratique les plus grands angles de Bragg ($2\theta > 140^\circ$) pour augmenter la précision.

La figure III.13 montre l'effet de la contrainte sur l'angle de diffraction.

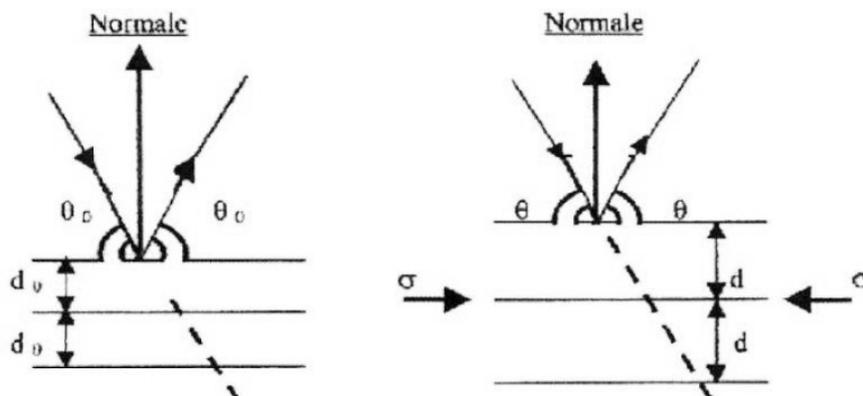


Figure III. 13: Effet des contraintes sur l'angle de diffraction [140].

Les variations de d_{hkl} ont différents effets sur la déformation des raies de diffraction selon leurs échelles.

A l'échelle macroscopique, la déformation peut être considérée uniforme et il y a effectivement, dans ce cas, une translation uniforme du pic de diffraction.

A l'échelle microscopique, la déformation n'est plus uniforme et il y a élargissement du pic de diffraction qui peut être caractérisé par la mesure de la largeur de corde à mi-hauteur.

On peut donc déduire les contraintes macroscopiques et microscopiques des déformations correspondantes obtenues à partir des raies de diffraction.

La figure III.14 montre l'effet de la contrainte sur le pic de diffraction.

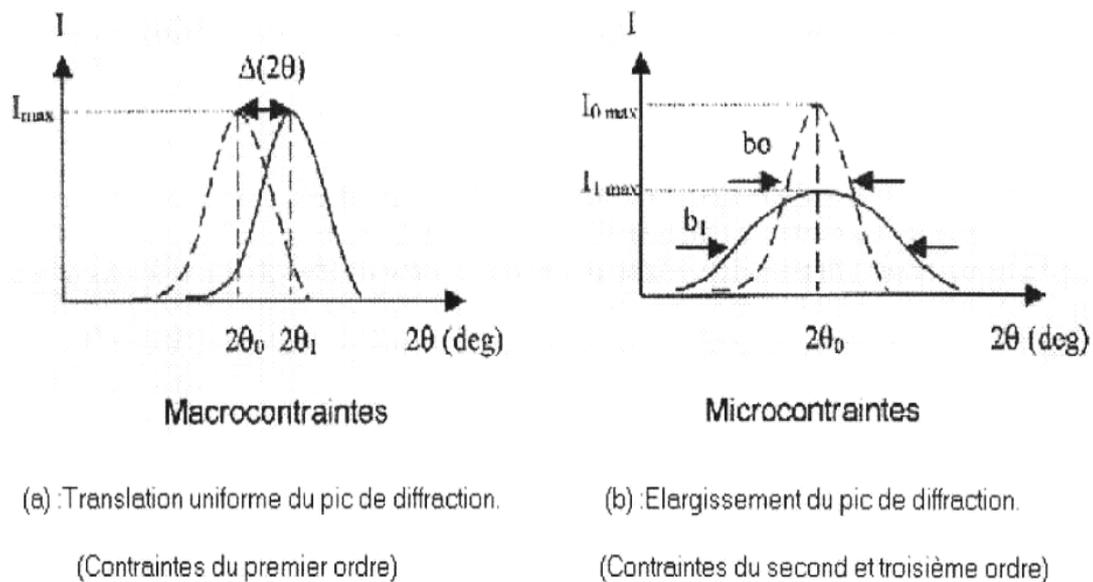
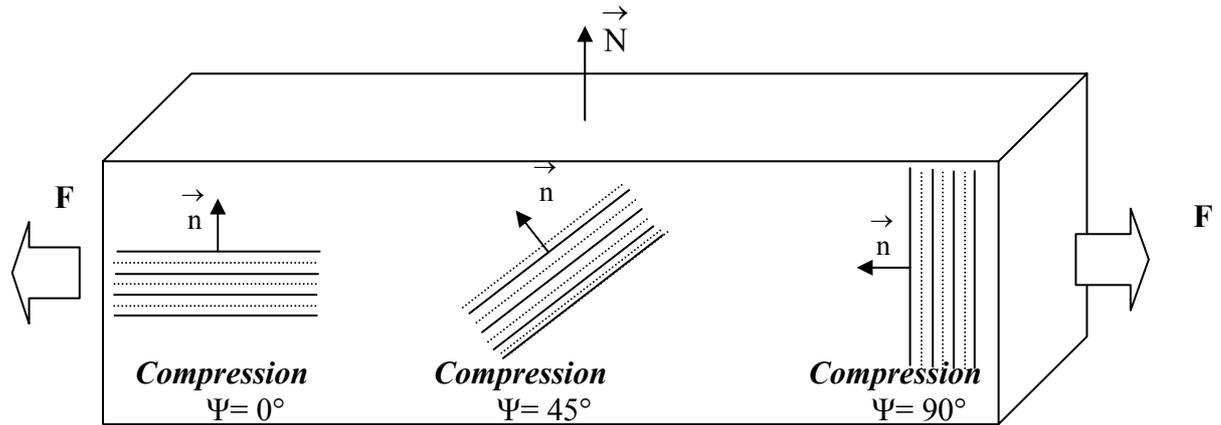


Figure III.14 : Effet des contraintes sur le pic de diffraction [140].

III.6.2.2. La loi des $\sin^2\psi$

Le principe de la méthode est d'amener successivement les plans (hkl) orientés différemment (c'est-à-dire appartenant à des grains différents) en modifiant l'inclinaison de la pièce par rapport au faisceau X. Cette inclinaison est repérée par l'angle $\psi^* = (\vec{n}, \vec{N})$ définie sur les figures III.15 et 16.

* Même si la notation est classiquement la même cet angle ψ n'a aucun rapport avec celui définie en mécanique de la rupture interfaciale.



N : Normale à la surface de la pièce.
 n : Normale aux plans réticulaires.
 F : Force appliquée.

Figure III. 15 : Exemple de la traction unidirectionnelle et la variation de l'angle ψ .

Si le champ de contrainte est isotrope, deux positions ψ suffisent pour déterminer une contrainte. Un calcul complet du tenseur de contraintes anisotropes à la surface de la pièce est possible à l'aide de la loi des $\sin^2\psi$ mais nécessite l'augmentation du nombre

d'exposition (ψ, ϕ). L'angle ϕ correspond à une rotation de l'échantillon sur lui-même.

Seuls les matériaux polycristallins sont analysables par cette méthode. Les figures III.16 et III.17 décrivent schématiquement les directions et rotations utiles pour comprendre la pratique de la méthode des $\sin^2\psi$ (en montage ψ).

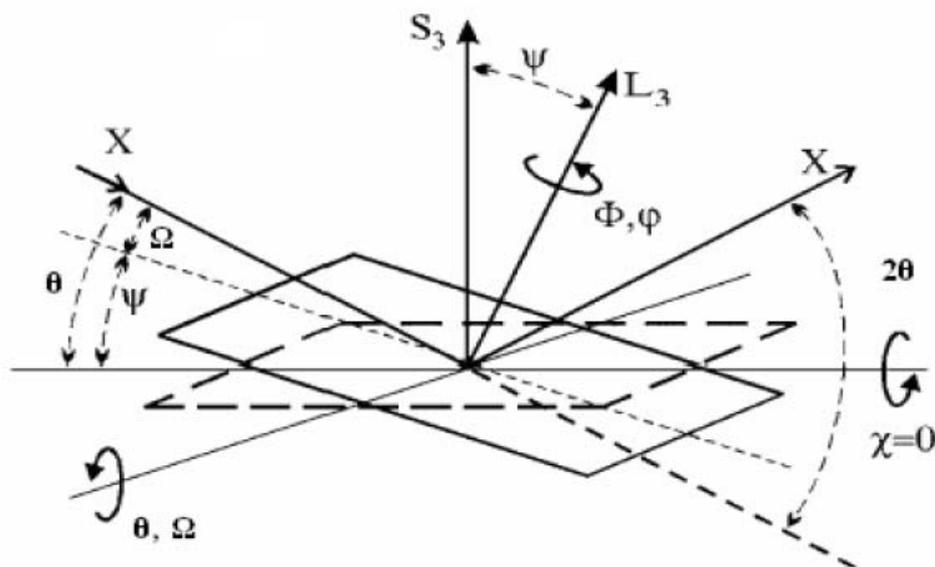


Figure III. 16 : Schéma de principe du dispositif de diffraction X (montage ψ) [102].

La distance interréticulaire (d) des plans (hkl) sur lesquels est effectuée la mesure de DRX est reliée à la position angulaire 2θ de la raie de diffraction par l'intermédiaire de la loi de Bragg. A partir des relations entre contraintes et déformations mesurées [102,141] :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk} \quad \text{III.10}$$

où $\delta_{ij} = 1$ si $i = j$ et $\delta_{ij} = 0$ si $i \neq j$. Ici on utilise la convention de sommation d'Einstein : dans un produit de tenseurs, on effectue une sommation sur tout indice répété. La

déformation mesurée $\varepsilon_{\phi\psi}$ selon la direction ϕ avec l'angle variable ψ s'exprime alors par :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} = & \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi \\ & + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{aligned} \quad \text{III.11}$$

On note pour la suite :

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad \text{et} \quad S_1 = -\frac{\nu}{E}$$

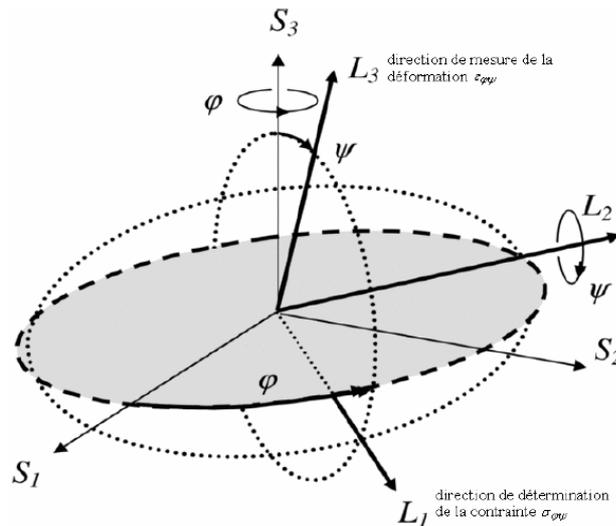


Figure III. 17 : Définition du repère de mesure et angles ϕ et ψ .

Cette expression comprend trois termes : le 1^{er} vecteur dépend de $\sin^2\psi$ (et de ϕ), il représente la contrainte normale dans la direction ϕ diminuée de σ_{33} , le 2^{ème} est fonction de $\sin 2\psi$ (et de ϕ) et représente la contrainte de cisaillement selon la direction ϕ et le 3^{ème} est indépendant de ψ (et de ϕ) et représente la trace du tenseur des contraintes.

III.6.2.3. Description du dispositif des contraintes résiduelles

Le montage diffractométrique disponible au laboratoire de tribologie et dynamique des systèmes est un montage original. Ses caractéristiques sont :

- ❶ Un tube à rayon X à anticathode de chrome alimenté par un générateur dont la tension et l'intensité sont fixées à 30 KV et 30 mA respectivement. Les longueurs d'onde de l'émission K_{α} du chrome sont les suivantes : $\lambda_{K_{\alpha 1}} = 0.22896$ nm et $\lambda_{K_{\alpha 2}} = 0.22935$ nm,
- ❷ Un goniomètre type Dosophatex, installé en position horizontale (axe vertical), se compose d'un boîtier comportant la couronne porte-berceau d'Euler et la couronne porte-détecteur,
- ❸ Un berceau d'Euler ouvert permettant à l'échantillon des inclinaisons suivant les directions Φ et ψ (Figure III.18) utiles dans le cas des analyses de textures et de contraintes,
- ❹ Un filtre de vanadium permet d'atténuer les raies K_{β} du tube à anticathode de Cr,
- ❺ Un compteur linéaire.

L'ensemble du dispositif tel qu'il est décrit ici autorise des acquisitions jusqu'à 165° (2θ).

Le système de dépouillement a été développé par la société INEL.



Figure III. 18: Schéma du diffractomètre en configuration $\theta/2\theta$.

Le détail des caractéristiques principales du dispositif est donné dans le Tableau III.10.

Porte échantillon	Montage ψ Taille des éprouvettes : (15x5x5) mm ³
Rayonnements	Tube haute brillance disponible : - Chrome
Collimation	Faisceau avec collimateur circulaire : Tailles disponibles : 0.5, 0.8 et 1 mm
Chaîne d'acquisition	Détection à localisation linéaire (INEL) Plage angulaire : 10° $2\theta_{\max} = 165^\circ$
Données requises	E (MPa) : module de Young de la phase analysée. coefficient de poisson de la phase analysée
Modes d'analyse et présentation des résultats	Loi des $\sin^2\psi$: 1-Régression linéaire 2-Régression elliptique 3-Calcul du tenseur complet, Contraintes principales, contraintes selon von Mises.

Tableau III.10 : Données concernant le dispositif de mesure des contraintes résiduelles par diffraction X disponible à l'ECL.

III.6.2.4. Mise en œuvre de la méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction X

La méthode d'évaluation des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X a fait ses preuves avec les études sur alliages métalliques et particulièrement sur les aciers. Les progrès techniques et technologiques ont permis d'étendre l'application de cette méthode à d'autres matériaux. C'est le cas des céramiques techniques pour lesquelles un certain nombre de conditions opératoires ont pu être dégagées.

Un aspect important concernant les céramiques en général est la connaissance des constantes élastiques macroscopiques d'une pièce massive ou radiocristallographiques d'une famille de plan réticulaires. En effet, les symétries cristallines non cubiques contribuent à l'anisotropie des caractéristiques mécaniques [102]. De la même façon, la porosité et la densité des matériaux fragiles frittés influent de façon non négligeable sur le niveau du module de Young et du coefficient de poisson.

Le tableau III.11 résume les conditions opératoires relatives aux analyses conduites sur la famille de plans réticulaires. Les essais de faisabilité conduits sur les premiers échantillons de l'alumine avant assemblage ont montré qu'il faut augmenter le temps de comptage pour obtenir des pics exploitables par la méthode diffractographique d'analyse des contraintes.

Matériau

Alumine ($Al_2O_3-\alpha$)

Anticathode	K α Cr (30 mA/30kV/filtre arrière V)
Plan (hkl)	(300)
Angle de bragg	$2\theta_0 = 113^\circ$
Nombre d'inclinaison ψ	21 angles $:-50^\circ$ à $+50^\circ$ par pas de 5°
Nombre d'angle Φ	1 ($\Phi = 90^\circ$)
Temps de comptage usuel	900 sec/pic
Module de Young : E	375 GPa
Coefficient de Poisson : ν	0.28
Arx (coefficient d'anisotropie)	1

Tableau III.11 : Paramètre d'analyse de contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur le substrat Alumine des assemblages $Al_2O_3/Ni/Al_2O_3$, $Al_2O_3/Ni/HAYNES^{\text{®}}$ 214 $Al_2O_3/Cu_2O-Cu-Ni-Cu/HAYNES^{\text{®}}$ 214.

L'allure du pic d'analyse sur l'alumine avec K α Cr pour les temps de comptage retenus est représenté sur la figure III.19.

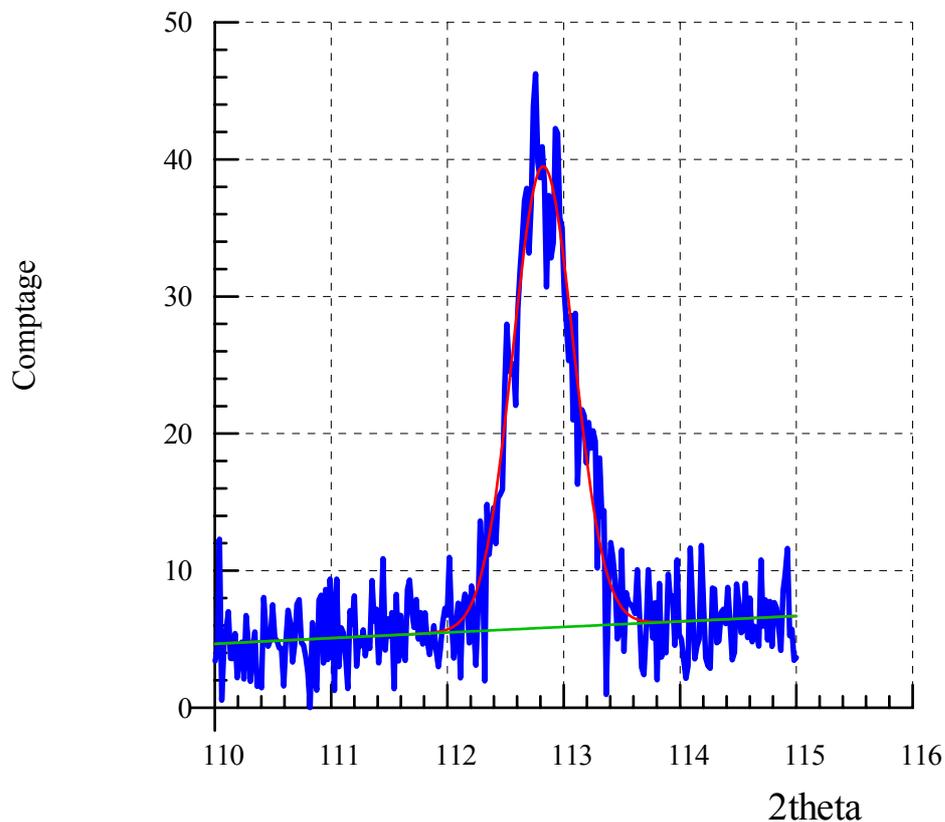


Figure III.19 : Allure du pic (300) enregistré sur Al_2O_3 avec une anticathode de Cr.

Les temps globaux des acquisitions restent très élevés (≈ 6 heures environ). Ceci a constitué l'un des inconvénients majeur des mesures par diffraction des rayons X que nous avons effectuées sur cette céramique.

Burman et al. [142] au sujet de la céramique Si_3N_4 , indiquent les difficultés de conclure sur le niveau de contraintes résiduelles qu'il mesure par diffraction X tant les incertitudes sont élevées. On peut expliquer ce phénomène en imaginant que l'état de

cristallisation du matériau fragile est en cause. Il est possible qu'une intensité relative faible des pics analysés conjugué avec la fluorescence des ajouts de frittage tel que SiO_2 lorsqu'on utilise le chrome soit l'origine de la mauvaise définition des pics.

III.7. CARACTÉRISATION DIÉLECTRIQUE DE L'ALUMINE

Cette technique permet de caractériser le comportement au piégeage de charges électriques d'un matériau isolant, lorsqu'il est soumis à une injection électronique dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Le faisceau électronique du microscope est accéléré par une tension de 30 kV. Le but de l'utilisation de cet outil est de trouver une corrélation entre les propriétés mécaniques de l'alumine au voisinage de l'interface, l'intensité des contraintes résiduelles et l'effet de piégeage de charge dans l'alumine avant et après assemblage.

Le comportement de piégeage de charges est caractérisé par :

- La courbe de courant de masse, acquise pendant l'injection électronique. Lors de l'injection, des électrons sont piégés dans le matériau et créent sur les parties métalliques du MEB des charges d'influence. La courbe de courant de masse correspond à l'évolution dans le temps des charges d'influences de la platine porte échantillon (Figure III.20). L'aire sous la courbe donne la quantité de charges totales Q_m distribuée dans l'échantillon.
- L'effet miroir. Les charges piégées lors de l'injection peuvent être localisées sous le faisceau incident et rester stables après l'injection électronique. Celles-ci génèrent un champ électrique dans le matériau, qui dépend de la densité de charges piégées localisées, et induisent des courbes iso potentielles dans le vide à proximité de la surface de l'échantillon.

La figure III.20 présente le dispositif utilisé :

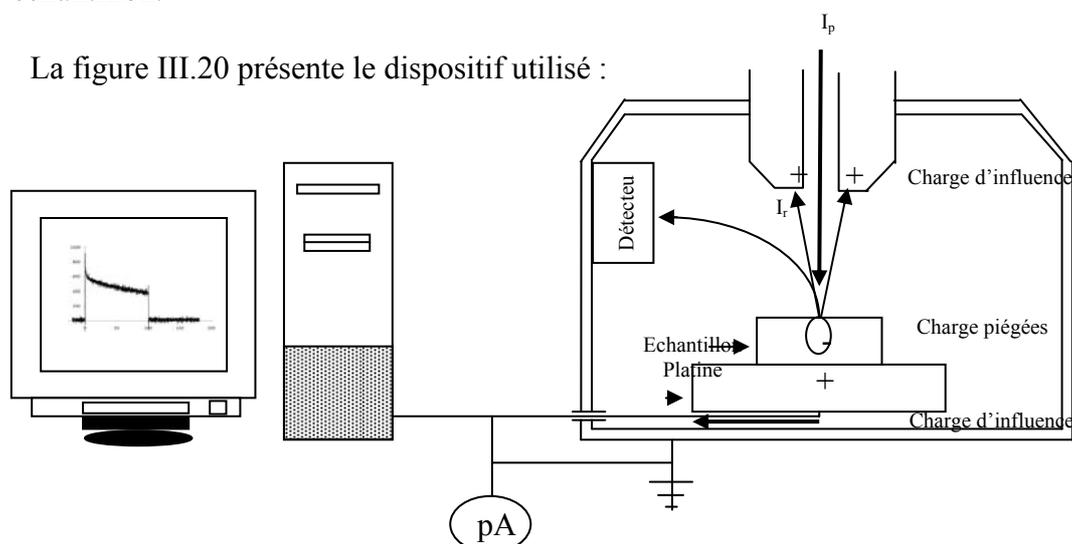


Figure III.20 : Chambre du microscope et acquisition du courant de masse avec un exemple de courbe de courant de masse en fonction du temps d'injection.

La platine échantillon est associée à une régulation en température permettant des essais d'injection à différentes températures.

III.7.1. Effet miroir

La surface de l'échantillon a été bombardée par un faisceau électronique d'énergie 30 keV pendant le temps d'injection t_i et délivrant un courant d'injection I_i ; ces conditions d'injections permettent d'injecter Q_i charges. L'observation du miroir est effectuée en mode balayage à faible tension d'accélération, cette tension varie de 300 V à 2000 V.

Si une quantité de charges Q_p est piégée ponctuellement dans le matériau, l'image de l'échantillon est déformée par le potentiel induit par le piégeage des charges. Le faisceau d'électron va être dévié lors de l'observation suivant l'angle d'incidence par rapport aux équipotentiels (Figure III.21). Pour des trajectoires s'écartant de la normale (trajectoire 3), les électrons vont être faiblement déviés. Pour des trajectoires du type 2, les électrons sont fortement déviés et vont frapper la paroi de la chambre du MEB. Pour un angle d'incidence α très faible, les électrons vont être faiblement réfléchis vers la colonne (trajectoire 1) : ils ne participent pas à la formation de l'image. Le disque sombre de diamètre d observé au centre de l'image miroir correspond à l'image du dernier diaphragme de la colonne [143,144,145].

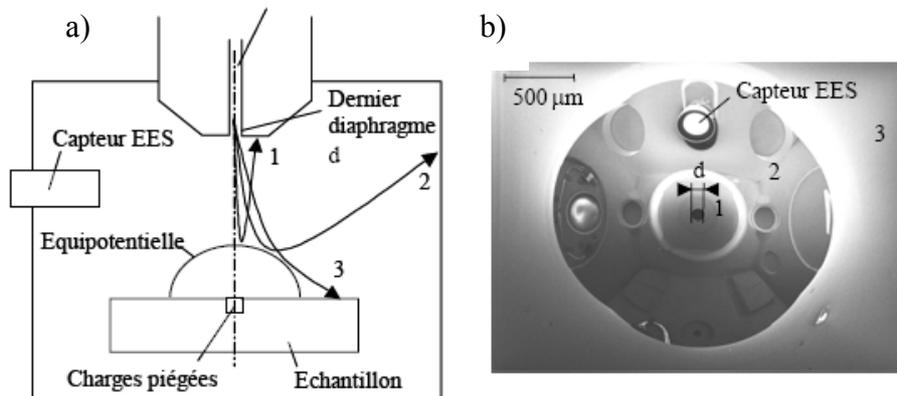


Figure III.21 : Illustration de la méthode miroir.

a) déviation du faisceau d'électrons primaires par les équipotentiels induites par la charge implantée. b) image de la chambre du microscope qui en résulte.

Par l'augmentation de la tension d'accélération de 300 à 3000 V, les électrons incidents vont avoir une énergie croissante et vont pénétrer plus loin dans les niveaux d'équipotentiels. Le diamètre d va voir sa taille diminuer pour finalement disparaître dès que les électrons atteignent la surface de l'échantillon.

Des calculs faisant appel aux théories électrostatiques conduisent à une expression de l'inverse du diamètre d en fonction du potentiel d'observation V_i [145].

$$\frac{1}{d} = \left(\frac{4L}{d'} \right) \left(\frac{1}{A_\infty Q_p} \right) V_i \quad \text{III.12}$$

Avec :

L : Distance de focalisation (10 mm)

Q_p : Charge piégée (pC)

d' : Diaphragme de sortie de la colonne (mm)

$$A_{\infty} = \frac{1}{2\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)}$$

Avec $\epsilon_0 = 8.854 \cdot 10^{-14} \text{ F.cm}^{-1}$ et ϵ_r la constante diélectrique relative, égale à 10 pour l'alumine. De cette expression, on détermine la valeur de la charge piégée Q_p en faisant varier la valeur du potentiel d'observation V_i puis en traçant la courbe $1/d = f(V_i)$. Le rapport de la charge piégée Q_p sur la charge injectée Q_i nous renseigne sur la valeur du rendement de piégeage. De même la comparaison de Q_m (obtenue par la courbe de courant de masse) et de Q_p (obtenue par la formule III.6) permet de voir si les charges sont restées localisées au point d'injection ($Q_m = Q_p$) ou au contraire se sont étalées ($Q_m > Q_p$).

III.7.2. Protocole expérimental

L'utilisation d'un faisceau électronique pour injecter des charges et observer leur répartition dans le matériau induit des mécanismes complexes d'interaction. Outre les paramètres d'injection (I_i et t_i), il est nécessaire de préciser ceux relatifs à la préparation et à l'observation des échantillons afin d'obtenir une reproductibilité maximale pour l'analyse des résultats.

❶ Préparation des assemblages analysés

- la face de l'alumine à analyser est polie jusqu'à une granulométrie de 3 μm , la face opposée est rodée afin d'obtenir deux faces parallèles,
- recuit à 700 °C pendant 1 heure afin de limiter les contraintes de polissage,
- étuvage dans la chambre du MEB à 60°C pendant 3 heures.

❷ Précaution expérimentales

- éviter d'observer la surface des échantillons à grand champ (faible grossissement) pour éviter toute perturbation du milieu,
- les injections d'électrons se font à des intervalles de 1 mm parfois 2 mm afin que les réponses ne soient pas perturbées par les impacts précédents,
- après injection et observation ou non de miroir, il est nécessaire d'étaler les charges en augmentant le potentiel d'observation.

❸ Condition d'injection

- temps d'injection 100 ms,
- courant d'injection 3000 pA,
- mode focalisé,
- température ambiante.

Le mode focalisé est une approche semi-quantitative : elle permet de caractériser le comportement de piégeage du matériau face à une densité élevée d'électrons injectés. Les