

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITÉ DES FRÈRES MENTOURI CONSTANTINE 1
FACULTÉ DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :

Série :

THÈSE

**Pour obtenir le diplôme de
DOCTEUR EN SCIENCES EN PHYSIQUES**

Spécialité : sciences des matériaux

Option : métallurgie

THÈME

**INTERACTION DISLOCATION – JOINTS DE GRAINS DANS
L'ALUMINE ALPHA**

PAR :

MOULAHM SHEHRAZED

Soutenue le : 05/05/2019

JURY

Président : R.BENSAHA

Prof. Université des frères Mentouri Constantine 1

Rapporteur : O.KHALFALLAH

Prof. Université des frères Mentouri Constantine 1

Co.Rapporteur : S.K.LARTIGUE

CNRS-Thiais- France

Examineurs : K.GUERGOURI

Prof. Université Oum El Bouaghi

B.LEZZAR

MCA. Université Constantine 3

Remerciements

Une partie de ce travail de thèse a été effectuée au sein de l'Institut de Chimie et des Matériaux (CNRS) de Thiais avec l'équipe «Métaux et Céramiques à Microstructure contrôlée». Je tiens à exprimer ma grande gratitude à l'équipe de m'avoir permis de mener à bien le travail présenté dans ce mémoire.

J'exprime ma gratitude à Professeur R. Bensaha (Université Mentouri, Constantine-1), qui a eu l'aimable gentillesse d'accepter de présider ce jury.

Mes remerciements vont également au Professeur K. GUERGOURI (Université de Oum El Bouaghi), et au Docteur B. LEZZAR (Université-3 Constantine), pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en acceptant d'être membres du jury.

Toute ma reconnaissance est adressée au Docteur S. Lartigue-Korinek, d'avoir encadré ce travail. Sa compétence scientifique, ses conseils, les moyens techniques, son sens d'engagement, m'ont permis d'effectuer ce travail.

Je tiens à remercier particulièrement, Professeur O. Khalfallah mon directeur de thèse, qui m'a accompagnée durant toutes ces années de préparation de magister et de doctorat, pour les nombreuses discussions, les précieux conseils, son sens de la responsabilité. Et désolée pour toutes les tasses de café que je n'ai pas encore payées.

Je remercie Monsieur J.L Derez (Direction Générale d'Armement) de m'avoir reçue au sein de son laboratoire, pour les préparations de lames minces, et pour les nombreuses discussions. Un grand merci à Catherine Droniou (CECM) pour sa bonne humeur.

Je remercie toute l'équipe du laboratoire MDM. Constantine 1,. Un grand merci à Assia Ouchtati de m'avoir encouragée.

A ma famille et amis je dis merci. A mes sœurs (Birou, Mimi, Ofa, et ma petite douceur Chico) qui m'ont toujours épaulée dans les moments difficiles, mes neveu et nièces (Adib, Roudiana, Assil, Dania, Maria, Serine) qui m'apportent beaucoup de bonheur, à Hakim mon époux, ami Yogo qui a cru en moi.

Je remercie encore une fois Madame Sylvie Lartigue-Korinek, de m'avoir encouragée, aidée quand j'en avais besoin, de m'avoir donnée une leçon dans la vie par sa tendresse, son sens de responsabilité de l'honneur et de l'engagement, je ne peux que rester admirative devant ses nobles qualités humaines. Merci

A mes parents, je vous dis merci d'avoir cru en moi au moment où moi j'avais perdu tout espoir, merci de m'aimer comme je suis avec mes faiblesses, d'être mon refuge, mon port. Votre amour est la seule constante absolue dans le temps et l'espace.

Sommaire

Introduction	6
Chapitre 1 : Connaissances de base	10
1.1 Modèles de la structure d'équilibre d'un joint de grains.....	12
1.1.1 Introduction.....	12
1.1.2 Approche géométrique et concept de la coïncidence.....	12
1.1.3 Description des joints de grains par des dislocations intrinsèques.....	18
1.1.4 Modèle des unités structurales.....	23
1.1.5 Modèle S.U/G.B.D.....	24
1.2 Structure hors d'équilibre du joint de grains	25
1.3 Modèles d'accommodation des contraintes associés aux dislocations extrinsèques.....	27
1.3.1 Modèle de délocalisation.....	28
1.3.2 Modèles basés sur la décomposition des dislocations extrinsèques.....	28
1.3.3 Etudes expérimentales de l'accommodation de la dislocation extrinsèque.....	30
1.4 Identification des défauts interfaciaux.....	31
1.5 Alumine.....	32
1.5.1 Structure cristallographique de l'alumine α	32
1.5.2 Systèmes de référence.....	34
1.5.3 Systèmes de glissement.....	36
1.5.4 Structure des joints de grains dans l'alumine.....	38
1.5.5 Disconnection dans l'alumine	40
1.5.6 Comportement de l'alumine lors du fluage.....	41
1.5.7 Ségrégation intergranulaire.....	42
1.5.8 Propriétés diffusionnelles dans l'alumine α	43
1.5.9 Effet des dopants sur la microstructure et les propriétés de l'alumine.....	45
Conclusion.....	49
Bibliographie.....	51
Chapitre 2: Elaboration des échantillons et techniques expérimentales	67

2.1	Elaboration des bicristaux d'alumine.....	69
2.2	Méthodes d'analyses microstructurales.....	71
2.2.1	Diffraction des RX : méthode de Laue.....	71
2.2.2	Microscopie électronique en transmission.....	72
2.2.3	Microscopie électronique analytique.....	83
2.2.4	Préparation des lames minces.....	84
2.3	Essais de fluage.....	87
2.3.1	Machine de Fluage.....	88
2.3.2	Préparation des échantillons pour le test de fluage.....	91
	Bibliographie	93
	Chapitre3: Déformation par fluage des bicristaux d'alumine	96
3.1	Orientation des éprouvettes.....	98
3.2	Essais de fluage.....	114
3.2.1	Essais préliminaires sur monocristal.....	114
3.2.2	Essais de fluage sur bicristaux.....	117
	Conclusion	126
	Bibliographie.....	127
	Chapitre 4 : Calcul de l'énergie d'interaction élastique dislocation-joint de grains.....	129
4.1	Concept de la force image	131
4.2	Théorie de l'élasticité linéaire anisotrope.....	131
4.2.1	Dislocation dans le monocristal.....	131
4.2.2	Dislocation à l'interface.....	136
4.3	Force image.....	140
4.3.1	Historique.....	140
4.3.2	Force image dans les matériaux de structure cubique.....	142
4.3.3	Calcul de l'énergie d'interaction.....	143
4.3.4	Cartes d'isoénergie.....	145
4.4	Discussion.....	149

4.4.1 Examen des cartes d'isoénergie.....	149
4.4.2 Mobilité des dislocations en l'absence de contraintes extérieures	151
Conclusion.....	155
Bibliographie.....	156
Chapitre 5 : Défauts structuraux et mécanismes de déformation de bicristaux d'alumine. Analyse aux échelles microscopique et atomique.....	158
5.1 Joint de macle rhomboédrique.....	160
5.1.1 Calcul de la matrice de transformation Q	160
5.1.2 Bicristal en orientation de macle rhomboédrique dopé au magnésium.....	162
5.2.3 Bicristal en orientation de macle rhomboédrique dopé à l'yttrium	181
5.2 Joint de macle avec un plan $(011\bar{5})$	186
5.2.1 Calcul de la matrice de transformation T dans le cas d'un plan de joint $(011\bar{5})$	186
5.2.2 Bicristal en orientation de macle plan du joint $(011\bar{5})$ non dopé.....	188
5.2.3 Bicristal en orientation de macle, plan du joint $(011\bar{5})$ dopé au Lanthane...	198
Conclusion.....	206
Bibliographie.....	208
Conclusion Générale.....	212

Introduction

Introduction

La plupart des propriétés des matériaux polycristallins dépendent des propriétés de leurs joints de grains. C'est en particulier le cas des propriétés mécaniques, qu'il s'agisse de la plasticité, du fluage ou de la sensibilité à la rupture. Pendant la déformation, les dislocations générées par la contrainte interagissent avec les joints de grains. L'interaction fait intervenir un terme élastique, la force image. Les dislocations intergranulaires peuvent rester bloquées dans les joints de grains ou s'accommoder selon divers processus, conduisant à une nouvelle structure d'équilibre du joint. Les mécanismes élémentaires mis en jeu dépendent de la structure du joint de grains. Ils dépendent aussi de la chimie intergranulaire. Structure et chimie sont indissolublement liées, et modifient les propriétés des joints, en particulier les propriétés diffusionnelles.

L'alumine alpha ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) est une céramique produite en grande quantité tant à l'état monocristallin que polycristallin. Le monocristal est également appelé saphir quand il n'est pas dopé, il est utilisé pour sa dureté. Sa structure est de symétrie rhomboédrique. En général l'alumine est employée pour ses bonnes propriétés mécaniques à haute température; étant stœchiométrique, ses propriétés sont considérablement modifiées par la présence d'impuretés résiduelles ou l'ajout de dopants.

Les dislocations intergranulaires jouent un rôle très important lors de la déformation à haute température des polycristaux d'alumine, lorsque celle-ci n'est pas purement diffusionnelle [Lart-88]. Elles peuvent être créées directement dans le joint de grains mais résultent le plus souvent de l'interaction des dislocations de la matrice avec le joint. L'ajout de dopants tels que l'yttrium entraîne une diminution de la vitesse de déformation par fluage.

Cet élément est ségrégué fortement aux joints de grains diminuant ainsi la diffusion intergranulaire [Bouc-93, Prot-96, Lart-02]. Une ségrégation préférentielle de l'yttrium au cœur des dislocations suggère que cet élément diminue la mobilité des dislocations [Lart-11]. L'yttrium va former un composé correspondant à YAlO_3 . Ceci réduit la vitesse de déformation en réduisant la mobilité des dislocations lors du glissement du joint de grains [Lart-11]

Si les processus élémentaires d'accommodation de la déformation aux joints de grains ont pu être étudiés dans les métaux, aucune étude à ce jour n'a tenté de mettre en

évidence ces mécanismes dans une céramique. L'objectif de notre travail est de combler cette lacune avec une analyse approfondie de la déformation des bicristaux dans cet oxyde de structure complexe.

Il s'agit d'étudier par microscopie électronique en transmission, à l'échelle microscopique et à l'échelle atomique, l'interaction entre les dislocations de la matrice et les dislocations intergranulaires pour des bicristaux d'alumine présentant deux orientations de macles. Ces joints sont non dopés ou dopés avec différents éléments, le magnésium, l'yttrium, le lanthane.

Les bicristaux sont déformés par fluage selon une orientation qui favorise le système de glissement basal (0001) $1/3\langle 2-1-10 \rangle$.

L'étude de l'interaction dislocations-joints de grains nécessite la prise en compte du terme élastique dit force image. Cette force est calculée sur la base de la théorie de l'élasticité anisotrope constituant ainsi une partie de notre étude.

Le mémoire est articulé autour de cinq chapitres :

- Le premier chapitre, « Connaissances de base », présente la synthèse bibliographique concernant les différents modèles de description des joints de grains et les interactions dislocations-joints de grains ainsi qu'un rappel sur la structure cristallographique de l'alumine- α , et la détermination des défauts interfaciaux.
- Le second chapitre « Elaboration des échantillons et techniques », porte sur la mise en œuvre des essais de déformation par fluage, la présentation des techniques d'analyse utilisées, la microscopie électronique en transmission, conventionnelle et à haute résolution et la diffraction des RX

Les résultats font l'objet des trois derniers chapitres

- Le troisième chapitre « Déformation des bicristaux d'alumine par fluage », est consacré à la détermination des orientations optimales des échantillons destinés à la déformation par fluage et aux résultats des essais de fluage.

- Le quatrième chapitre, «Calcul de l'énergie d'interaction élastique dislocation-joint de grains», comprend un bref exposé de la théorie de l'élasticité linéaire anisotrope, dans le cadre de laquelle est développé le concept de la force image. Le calcul de la force image est suivi d'une présentation de l'énergie d'interaction sous forme de cartes d'isoénergie puis d'une discussion des résultats.

- Le cinquième chapitre, «Défauts structuraux et mécanismes de déformation des bicristaux d'alumine. Analyse aux échelles microscopique et atomique», est consacré aux résultats obtenus pour les microstructures de déformation observées par microscopie électronique en transmission conventionnelle et à haute résolution. Les différents défauts intergranulaires sont identifiés et des mécanismes d'interaction entre dislocations de matrice et joint de grains sont proposés.

- La dernière partie constitue la conclusion qui résume les principaux résultats obtenus.

Bibliographie

[Bouc-93]: Bouchet D., Lartigue-Korinek S., Molins R., Thibault J., “*Yttrium Segregation and Intergranular Defects in Alumina*”, **Philosophical Magazine**, Vol 86(10), 1401-1413, (1993).

[Lart-88]: Lartigue S., Priester L., “*Influence of Doping Elements on the Grain Boundary Characteristics in Alumina*”, **Journal de Physique**, Vol 49, C5-451-C5-456, (1988).

[Lart-02]: Lartigue-Korinek S., Carry C., Priester L., “*Multiscale Aspects of the Influence of Yttrium on Microstructure, Sintering and Creep of Alumina*”, **Journal of European Ceramic Society**, Vol 22, 1525-1541, (2002)

[Lart-11]: Lartigue-Korinek S., Bouchet D., Bleloch A., Colliex C., “*HAADF Study of the Relationship Between Intergranular Defect Structure and Yttrium Segregation in an Alumina Grain Boundary*”, **Acta Materialia**, Vol 59, 3519-3527, (2011).

[Prot-9]: Prot D., Le Gall M., Lesage B., Huntz A. M., Monty C., “*Self-Diffusion in α -Al₂O₃. IV. Oxygen Grain-Boundary Self-Diffusion in Undoped and Yttria Doped Alumina Poly-Crystals*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 73, 935–949, (1996).

Chapitre 1: Connaissances de base

Chapitre 1 : Connaissances de bases

Ce premier chapitre présente les connaissances de base sur la structure et les propriétés des joints de grains nécessaires pour aborder ce travail. Le chapitre est divisé en trois parties :

- La première partie concerne la description de la structure des joints de grains, d'un point de vue géométrique en termes de dislocations et d'un point de vue atomique en termes d'unités structurales.
- La seconde partie décrit la structure hors d'équilibre du joint qui résulte de l'interaction entre dislocations de matrice et joint de grains ainsi que les processus d'accommodation des dislocations intergranulaires.
- La troisième partie aborde la cristallographie de l'alumine et la description des joints de grains dans un bicristal rhomboédrique. Le comportement de l'alumine lors d'une sollicitation mécanique est détaillé ainsi que les phénomènes de ségrégation intergranulaire et leur influence sur le comportement en fluage de l'alumine.

1.1 Modèles de la structure d'équilibre d'un joint de grains

1.1.1 Introduction

Un premier modèle, basé sur la notion de réseau permet de décrire la plupart des dislocations intergranulaires observées en microscopie conventionnelle. La généralisation de ce modèle avec la prise en compte des symétries cristallines et de la structure atomique aboutit à des modèles atomiques de l'interface non relaxée. Parallèlement des calculs atomistiques conduisent à une description de joints de grains particuliers en termes d'unités structurales. Une approche unifiée des deux descriptions, selon le modèle "SU/GBD" (pour "structural unit/ grain boundary dislocations") constitue actuellement le modèle de base pour la description des joints de grains.

1.1.2 Approche géométrique et concept de la coïncidence

a- Paramètres géométriques et bicristallographie

Une interface est définie par une opération d'interface qui relie deux réseaux 1 et 2 (figure1-1). C'est une transformation affine de type (A/\vec{T}) appliquée au réseau 1. A est une transformation linéaire homogène et \vec{T} est la translation rigide du cristal 2 par rapport au cristal 1. L'application (A/\vec{T}) permet de passer du réseau 1 au réseau 2. Elle n'est pas unique mais appartient au complexe $\{(A/\vec{T})G\}$, c'est-à-dire qu'elle est composée d'une opération du groupe d'espace G du cristal suivie de l'opération (A/\vec{T}) . G représente toutes les opérations de symétrie du groupe d'espace du cristal 1.

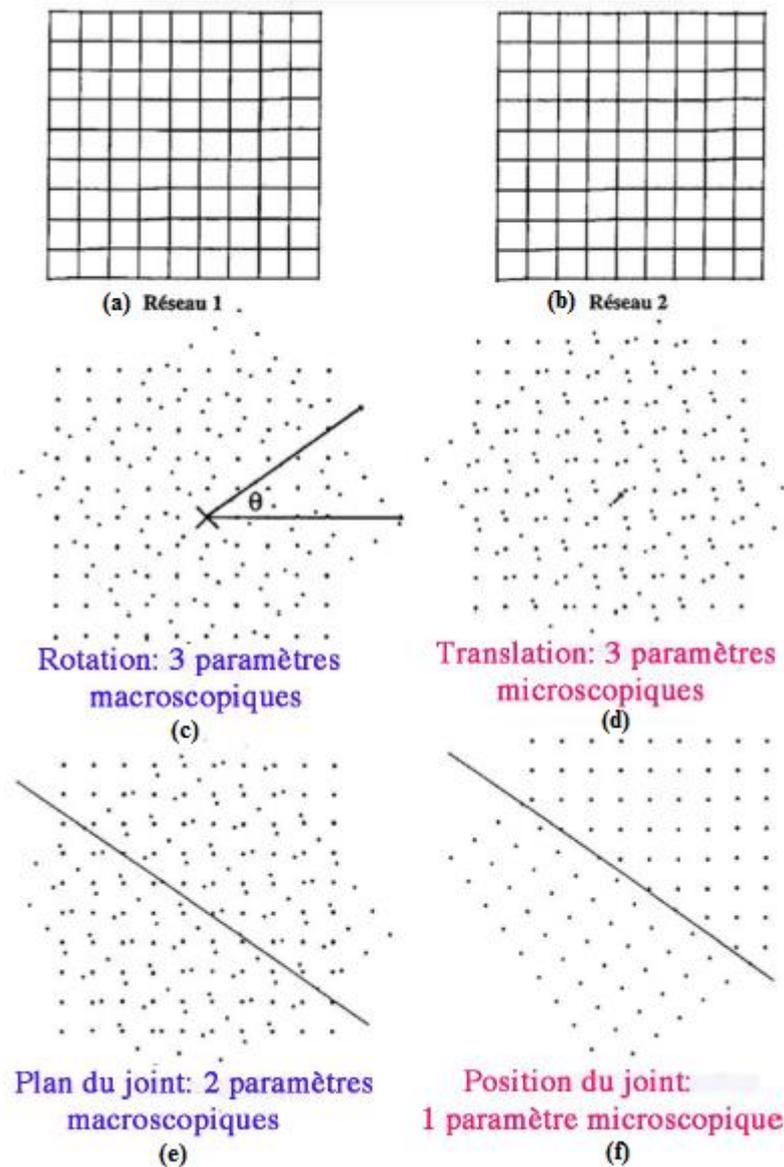


Figure 1-1: Schéma montrant les différentes opérations pour former un joint de grains : (a): cristal 1, (b): cristal 2, (c) : superposition des deux cristaux désorientés, (d): translation rigide d'un cristal par rapport à l'autre, (e): insertion d'un plan de joint: différentes positions possibles pour une même désorientation, (f): rejet des atomes du cristal 1 d'un côté du plan du joint et ceux du cristal 2 de l'autre.

La caractérisation géométrique complète de l'interface requiert la connaissance de 9 paramètres géométriques.

- Six paramètres sont relatifs à l'opération d'interface, (A/\vec{T}) .
 - Trois paramètres macroscopiques décrivent la relation d'orientation entre deux mailles primitives du réseau cristallin. Dans le cas

d'un milieu monophasé cubique, cette relation peut être décrite par une rotation d'axe \vec{R} et d'angle θ .

- Trois paramètres microscopiques définissent la translation entre les deux réseaux. On peut ainsi construire le réseau dichromatique (ou réseau bicolore) constitué des deux réseaux interpénétrés.

- Trois paramètres sont relatifs à l'interface elle-même:

- Deux paramètres macroscopiques précisent l'orientation du plan du joint repérée par sa normale \vec{n} .

- Un paramètre microscopique définit la position du plan du joint par rapport à l'origine et à une translation près, par rapport à l'un des deux cristaux.

L'approche géométrique de W.Bollmann [Boll-70] prend en compte les cinq paramètres macroscopiques, relation d'orientation entre les cristaux et orientation du plan du joint. La connaissance de la structure de l'interface nécessite la connaissance des paramètres microscopiques qui sont de dimension inférieure à une période du réseau. Ils ne peuvent être déterminés que par une approche à l'échelle atomique, soit par simulation soit par observation en microscopie électronique à haute résolution.

Notons que la transformation qui relie les deux cristaux n'est pas unique, il existe des transformations équivalentes par symétrie. Par exemple, dans le système cubique, il existe 1152 rotations équivalentes qui forment une classe $(24 \cdot 24 \cdot 2)$ [Myku-79]. Il est toujours possible de choisir une rotation dont l'axe $[uvw]$ est contenu dans le triangle stéréographique standard avec $u \geq v \geq w \geq 0$. Parmi les rotations équivalentes dont l'axe est situé dans ce triangle, celle qui correspond au plus petit angle caractérise la classe des rotations équivalentes : elle est unique et appelée **désorientation**.

Une terminologie particulière s'applique aux joints de grains « fabriqués » intentionnellement, ou bicristaux. Ils sont caractérisés par le choix d'un axe de rotation de haute symétrie et de son orientation par rapport au plan du joint de grains. On distingue alors :

- Le joint de flexion, pour lequel $\vec{n} \perp [uvw]$. Si le plan du joint possède des indices de Miller identiques dans les deux cristaux, le joint est dit de

flexion symétrique; si les indices de Miller sont différents, le joint est dit asymétrique.

- Le joint de torsion pour lequel $\vec{n} \parallel [uvw]$
- Le joint mixte est le joint ayant toute autre orientation de l'axe de rotation. Le joint facetté est un joint avec plusieurs orientations du plan du joint.

Du point de vue de l'étude des joints de grains, on distinguera :

- Les joints théoriques issus des simulations numériques, pour lesquels tous les paramètres sont parfaitement connus.
- Les joints des bicristaux « fabriqués » expérimentalement, dont les paramètres peuvent être identifiés par une analyse en microscopie à haute résolution.
- Les joints « naturels » des polycristaux, qui présentent des caractéristiques « au hasard » et dont généralement seuls les paramètres macroscopiques peuvent être déterminés.

b- Modèle géométrique

La description d'un joint de grains en termes de dislocations est basée sur une approche géométrique. L'hypothèse fondamentale de cette approche est qu'une situation énergétique favorable est associée à l'existence d'un ordre commun aux deux cristaux ou coïncidence [Pond-79, Boll-70]. Elle a été développée à partir des premières descriptions d'un sous joint de flexion en termes d'un arrangement périodique de dislocations coin [Read-50]. Ce modèle ne prend pas en compte les relaxations.

L'approche nécessite l'introduction du réseau bicolore et des trois réseaux 'CSL' 'DSC' et 'O' dérivés du réseau bicolore. Le réseau bicolore est formé par les cristaux 1 et 2 désorientés et interpénétrés, bicolore car les deux cristaux sont représentés par des symboles différents. Le réseau bicolore ne prend pas en compte les atomes mais seulement les réseaux des deux cristaux.

- **Réseau de coïncidence** (Coincidence Site Lattice **C.S.L**) [Boll-70, Pond-79] : il est formé par l'ensemble des nœuds communs aux deux réseaux. Ce réseau est périodique, il est caractérisé par un indice Σ qui est le rapport du volume de la maille du réseau C.S.L à celui de la maille primitive du réseau cristallin. Σ correspond aussi à l'inverse de la densité des nœuds communs aux

deux réseaux ou encore le nombre de nœuds de chaque réseau cristallin contenus dans la maille multiple commune, (figure 1-2).

Réseau D.S.C (Displacement Symmetry Conserving): ce réseau définit tous les vecteurs de déplacement possibles pour passer du cristal (1) au cristal (2) en conservant la structure du motif cristallin. Sa maille est construite à partir des vecteurs reliant les nœuds des deux réseaux en position de coïncidence. Notons que la longueur de ces vecteurs diminue lorsque Σ augmente (figure 1-2). Dans le système cubique, les valeurs des vecteurs D.S.C. ont été calculées par H. Grimmer [Grim-74] et D.H. Warrington et H.Grimmer [Warr-1974] jusqu'à $\Sigma = 25$.

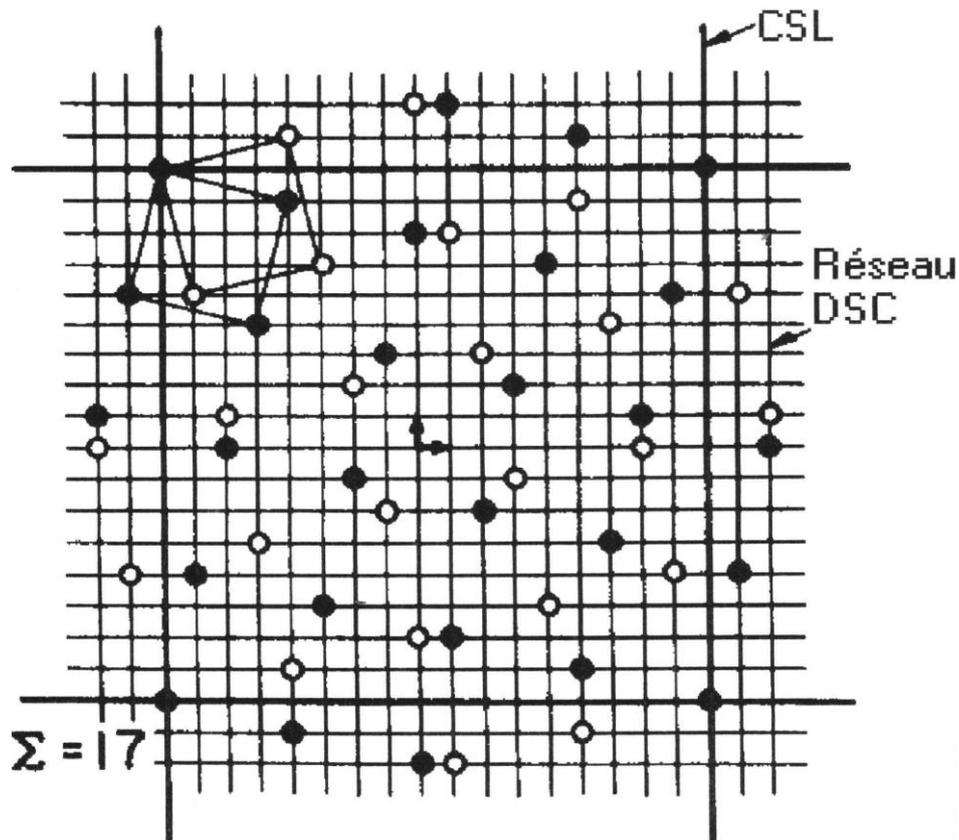


Figure 1- 2: Réseau (C.S.L) et réseau (D.S.C) du joint $\Sigma = 17$ ($\theta = 28^\circ$, $R=[001]$).

- Coïncidence exacte et coïncidence approchée

La notion de coïncidence approchée est introduite dans le cas des structures cristallines à symétrie non cubique. Par exemple pour les deux réseaux de symétrie hexagonale (ou rhomboédrique), seules les rotations autour de l'axe de symétrie sénaire

(ternaire pour la symétrie rhomboédrique) peuvent donner lieu à une coïncidence à trois dimensions. Cependant pour des rotations dites spécifiques, deux mailles multiples M_1 et M_2 peuvent être approximativement superposées. Une déformation de ces mailles est nécessaire pour parfaire leur superposition donnant lieu à des orientations dites de proche coïncidence [Bonn-75; Grim-74]. Cette notion sera précisée dans la partie consacrée à l'alumine (Chapitre cinq)

❖ **Réseau « O » :**

Il est obtenu en étendant la notion de coïncidence à tout l'espace bicristallin [Boll-70]. Le réseau « O » est le réseau de *sites de coïncidence*, les nœuds de ce réseau correspondent à tous les points de deux cristaux ayant le même environnement en coïncidence, ces points étant occupés ou non par des atomes. Il définit les régions de bon accord entre les réseaux. Il rend compte de l'invariance par rapport au monocristal. (figure 1-3). Le réseau « O » varie continûment avec la désorientation θ autour d'un axe de rotation donné. Quand le réseau CSL existe, c'est un sous réseau du réseau « O ».

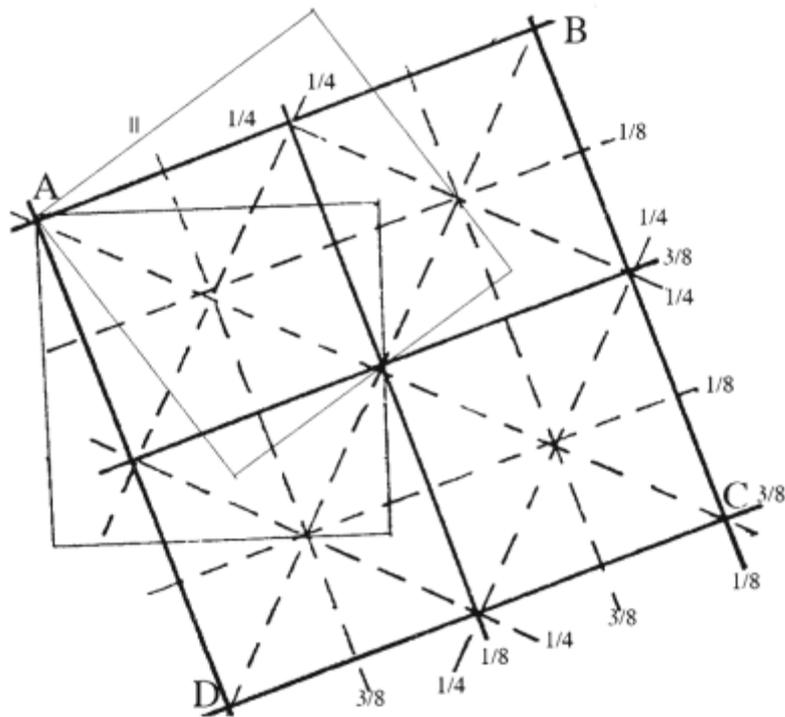


Figure 1- 3: Réseau-O pour un joint de grains $\{\Sigma = 5, 36^{\circ}87' / [001], (310)\}$ dans un matériau de structure cubique diamant. Les mailles des cristaux sont en traits fins. Le lieu des points O est constitué de plans (traits pleins) et de droites (traits pointillés). Sur les cotés de la maille CSL (ABCD) sont indiquées les cotes des traces et lignes du réseau-O [Prié-06]

Un point x_0 qui appartient au réseau « O » reste invariant dans la transformation qui relie le réseau du cristal 1 à celui du cristal 2. Si R est la matrice de rotation qui relie le cristal 1 au cristal 2, les points x_0 du réseau « O » sont définis par l'équation fondamentale: $(I - R^{-1})x_0 = t_1$, où t_1 est un vecteur de translation du cristal 1.

❖ Réseau « O2 » :

Le réseau « O2 », ou réseau « O » secondaire [Boll-70], permet de rendre compte de la structure d'un joint écarté d'une orientation de coïncidence exacte (soit $\theta = \theta_{\text{coïncidence}} + \Delta\theta$) avec $\Delta\theta$ l'écart angulaire autour d'un axe $[\acute{u}\acute{v}\acute{w}]$ par rapport à une désorientation de coïncidence proche définie par $\theta / [uvw]$. Dans ce cas, l'invariant préservé est le biréseau en position de coïncidence. De même que le réseau « O » précise les sites invariants entre deux réseaux désorientés, le réseau « O2 » précise les sites invariants entre les réseaux de translation du bicristal (réseau DSC) lorsqu'on impose une rotation supplémentaire d'angle $\Delta\theta$.

L'équation fondamentale définissant le réseau « O2 » pour le système cubique est : $(I - D^{-1})x_{O2} = \sum b_{DSC}$

D est la matrice déviation qui traduit l'écart angulaire à la coïncidence la plus proche, b_{DSC} est le vecteur de translation du réseau DSC.

1.1.3 Description des joints de grains par des dislocations intrinsèques

La description des joints de grains par des parois de dislocations a été développée parallèlement à la théorie des dislocations dans les cristaux [Burg-39]. Une première approche décrit un joint par une densité de dislocations. L'approche de Bollmann décrit tout joint comme constitué de réseaux périodiques de dislocations dites intrinsèques car elles rendent compte de la structure d'équilibre d'un joint de grains.

a- Distribution continue des dislocations et densité de vecteur de Burgers

Développée par Frank [Fran-50] et Bilby [Bilb-54], cette approche définit une densité de vecteur de Burgers \vec{B} requise lors de la construction de l'interface pour accommoder les incompatibilités entre les deux cristaux et de ce fait éliminer les champs de contraintes à longue distance. La construction géométrique est donnée sur la figure 1-4. Le défaut de fermeture s'obtient en traçant un circuit de Burgers autour d'un grand

vecteur \vec{p} dans le plan du joint figure 1-4(a), le circuit est ensuite transposé dans le cristal de référence figure 1-4(b).

Le défaut de fermeture s'écrit alors :

$$\vec{B} = (S^{I^{-1}} - S^{II^{-1}}) \cdot \vec{p} \quad 1-1$$

Les matrices S^I et S^{II} caractérisent les orientations des cristaux (1) et (2) par rapport à un réseau de référence. Si le réseau noté (1) est pris comme référence, et dans le cas de matériaux cubiques où les deux cristaux sont reliés par une simple matrice de rotation, l'expression (1-1) s'écrit :

$$\vec{B} = (I - R^{-1}) \cdot \vec{p} \quad 1-2$$

Où I est la matrice identité et R la matrice de rotation définie par rapport au cristal de référence.

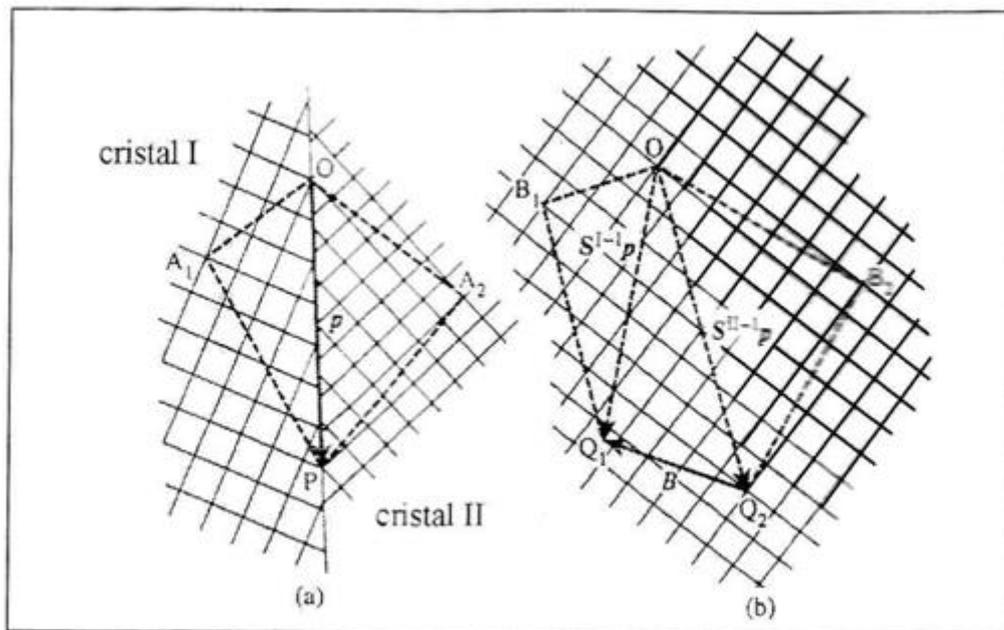


Figure 1-4: Construction décrivant l'équation de Frank-Bilby: un circuit PA_1OA_2P entourant le vecteur d'interface \vec{P} est construit dans le bicristal. Le même circuit est reproduit dans un cristal de référence (noté I), il devient $Q_1B_1OB_2Q_2$. Il apparaît alors un défaut de fermeture Q_2Q_1 [Chri-81].

b- Distribution discrète des dislocations intrinsèques à l'interface

Selon W.Bollmann les joints de grains sont constitués de dislocations intrinsèques primaires et secondaires. Son approche est basée sur l'existence des réseaux O et O₂ [Boll-70].

Le modèle du réseau « O » donne une description de la structure intergranulaire de l'interface en termes de dislocations intrinsèques primaires, celles-ci sont situées dans les régions de mauvais accord entre les deux cristaux. Ces dislocations ont le vecteur de Burgers des dislocations parfaites du cristal et sont arrangées en réseau de même périodicité que le réseau-O, figure 1-5

Dans le cas des joints à faible angle de désorientation, un joint de flexion est constitué d'un réseau de dislocations coins parallèles à l'axe de rotation. Pour un joint de torsion, c'est un arrangement bidimensionnel de dislocations vis.

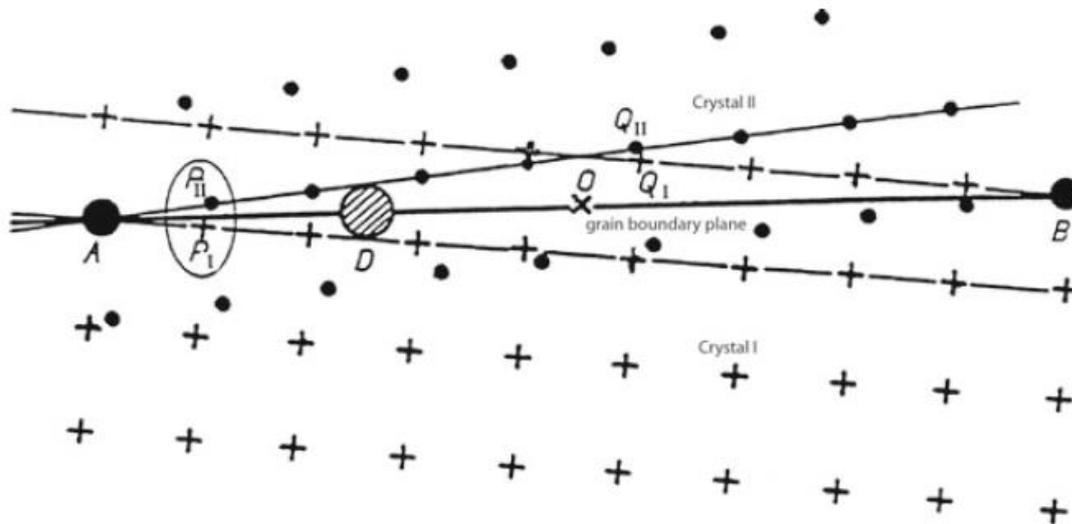


Figure 1-5: Schéma montrant la localisation des dislocations intrinsèques primaires dans un joint de flexion de faible angle de désorientation. A, B et O sont des nœuds du réseau-O. P_I et P_{II} (Q_I et Q_{II}) sont des nœuds homologues assimilés à un seul nœud. D représente une zone de mauvais accord où se localise une dislocation primaire [Prie -06].

Les limites du modèle sont les mêmes que celles de Read et Shockley pour les sous-joints [Read-50]. En effet, la distance entre les dislocations intrinsèques primaires varie comme $b/[2.\sin(\theta/2)]$. Pour les valeurs de θ supérieures à 15-20°, la distance entre les dislocations diminue, et leurs cœurs se chevauchent, enlevant toute signification physique à une représentation discrète du défaut. Les dislocations secondaires

accommodent la déviation entre l'orientation relative réelle des deux cristaux et l'orientation de coïncidence la plus proche, leurs vecteurs de Burgers sont des vecteurs du réseau D.S.C. Les dislocations primaires et secondaires préservent l'existence de deux invariants qui sont respectivement le réseau du cristal (1) ou celui du cristal (2) et le biréseau en position de coïncidence. Le terme secondaire provient du fait que ces dislocations sont considérées comme des défauts qui brisent la périodicité du réseau des dislocations primaires figure 1-6 et 1-7.



Figure 1- 6 : Schéma montrant la disposition des dislocations secondaires \perp dans le réseau des dislocations primaires \perp [Prié-06]

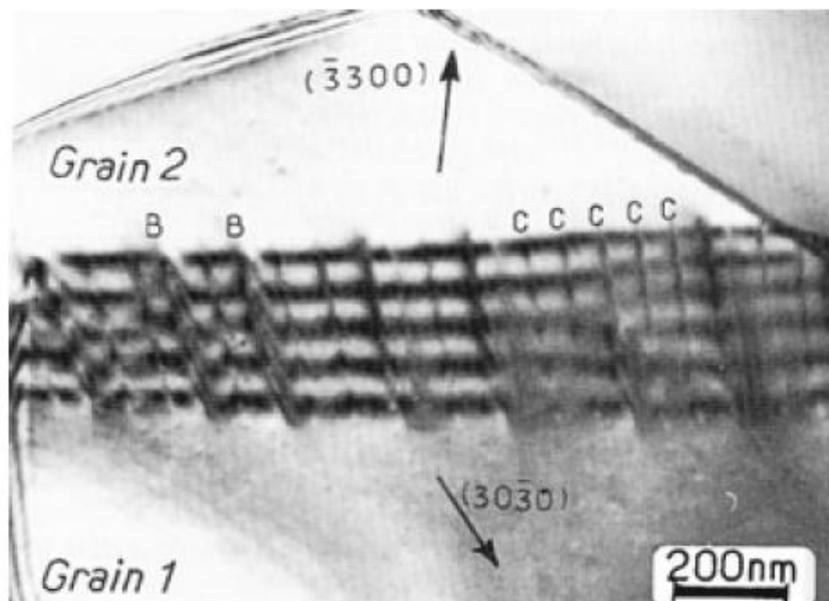


Figure 1-7: Micrographie d'un réseau de dislocations secondaires intrinsèques « C » dans un joint dont le plan est écarté de 8° par rapport au plan rhomboédrique dans l'alumine. Le vecteur de Burgers de ces dislocations est une combinaison linéaire des vecteurs du réseau DSC. [Grim-90].

L'espace entre les dislocations secondaires est donné par la relation :

$$d_{\text{secondaires}} = \frac{b_{D.S.C}}{2 \cdot \sin\left(\frac{\Delta\theta}{2}\right)}$$

Plus l'écart à la coïncidence $\Delta\theta$ est important et plus l'espace entre dislocations secondaires est faible.

❖ Limites du modèle géométrique :

Ce modèle permet d'interpréter la plupart des dislocations intergranulaires observées en microscopie conventionnelle. Cependant, il ne peut prédire le contenu en dislocations d'un joint de grains qui dépend des relaxations locales des contraintes. C'est la physique qui détermine le mode réel de relaxation. Une description physique de la structure d'un joint de grains requiert une approche atomistique.

1.1.4 Modèle des unités structurales

L'approche atomistique aboutit à une description du joint de grains par un arrangement ordonné d'atomes groupés sous forme de polyèdres appelés unités structurales [Bish-68, Bish-71] [Pond-78, Pond-79]. Le modèle des unités structurales a été formulé par Sutton et Vitek sur la base de la simulation de joints de grains de faible énergie [Sutt-83(a), Sutt-83(b)] (figure 1-8).

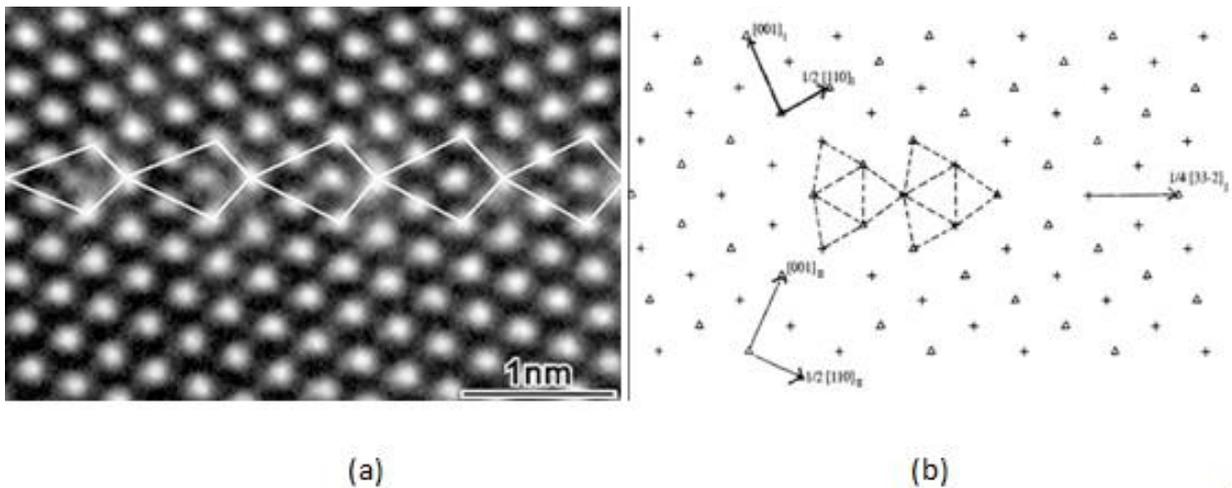


Figure 1-8 : (a): Micrographie en microscope électronique à haute résolution du joint de grains d'un bicristal ZnO, les unités structurales sont tracées [Oba-04]. (b): Joint de flexion symétrique Σ_{11} ($\bar{1}\bar{1}3$) constitué d'un seul type d'unités structurales, des prismes trigonaux coiffés. L'un est traduit par rapport à l'autre de la moitié de la périodicité selon l'axe de projection $[110]$ [Sutt-83(c)].

Selon le modèle des unités structurales, les joints de grains de longue période avec une désorientation $\theta/[uvw]$ autour d'un même axe de désorientation et de même plan médian $(hkl)_m$ sont décrits par une séquence d'unités structurales. Elles sont associées à deux joints de courtes périodes de désorientations $\theta_1/[uvw]$ et $\theta_2/[uvw]$ qui délimitent un domaine de désorientation contenant θ ($\theta_1 < \theta < \theta_2$). Ces joints sont appelés « favorisés ». Ils sont composés d'un seul type d'unités structurales telles que AAA ou BBBB ... et sont de faible énergie.

Notons que des joints de coïncidence peuvent être composés d'une séquence simple d'unités mais être d'énergie élevée (figure 1-9). On les appellera joints délimitants. Géométriquement, tout joint de longue période peut être décomposé en unités de joints de courte période, favorisés ou non. Cependant on ne peut pas déterminer quels sont les joints favorisés sur une base purement géométrique.

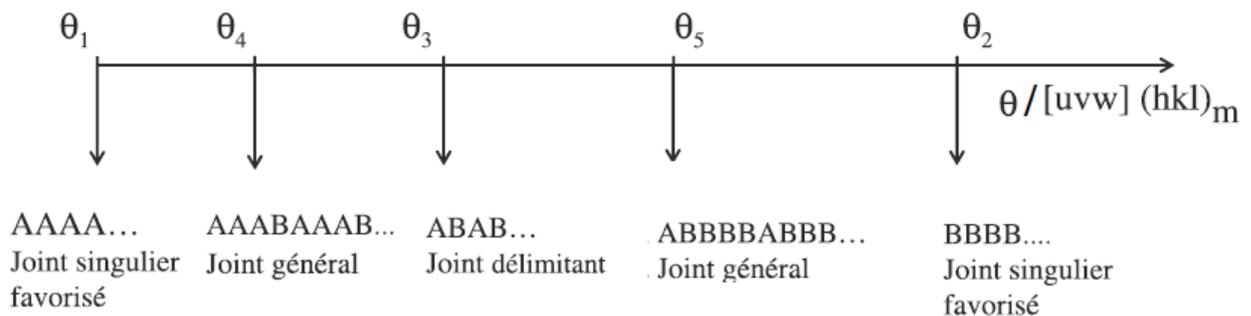


Figure 1-9: Présentation schématique de la description atomique d'un joint de grains de désorientation θ en termes d'unités structurales (A et B) et des joints de courtes périodes dont les désorientations encadrent θ [Prié-06].

Le choix d'une unité favorisée, sa structure et son utilité pour décrire les joints est effectué sur la base de simulations numériques.

L'intérêt majeur du modèle des unités structurales réside dans ses possibilités de prédire les structures intergranulaires. Le modèle ne s'applique cependant qu'aux joints de flexion ou de torsion autour d'axes simples.

1.1.5 Modèle S.U/G.B.D

Le modèle des unités structurales et celui des dislocations intergranulaires sont en fait deux descriptions différentes d'une même structure d'un joint de grains [Ball-84(a)].

On se réfère maintenant à un modèle unique englobant les deux descriptions dénommé « SU/GBD » Structural Unit/Grain Boundary Dislocation [Ball-84(b)].

Dans un joint intermédiaire du type AAAAB..., les unités structurales A, topologiquement identiques sont les unités majoritaires, les unités minoritaires B correspondent aux cœurs des dislocations intrinsèques secondaires qui accommodent l'écart à la coïncidence du joint AAAA. Le vecteur de Burgers de ces dislocations appartient au réseau DSC du joint délimitant AAAA (figure 1-10).

Le joint de flexion général mais périodique peut être considéré comme un joint AAAAAA dans lequel se superpose un sous-joint de flexion : les dislocations secondaires ayant l'unité structurale B comme cœur. Notons que le vecteur de Burgers lié à l'unité structurale B ne correspond pas forcément à un vecteur élémentaire du réseau DSC.

Ce modèle a été utilisé avec succès pour décrire les structures et les défauts des joints de grains des métaux, oxydes, semi-conducteurs et composés intermétalliques ordonnés

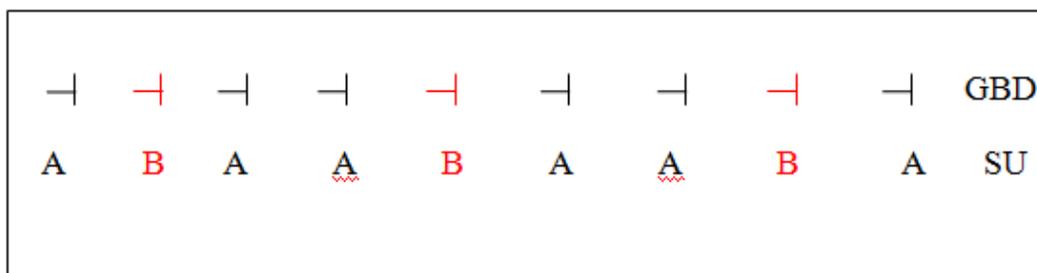


Figure 1-10: Schéma illustrant la relation entre les descriptions d'un joint de gains en termes d'unités structurales (SU) et de dislocations intergranulaires intrinsèques (GBD). Le réseau de dislocations secondaires attachées aux unités B constitue un sous joint dans le joint de grains favorisé décrit par les unités A.

❖ Limites du modèle S.U/G.B.D

Comme tout modèle, le modèle S.U/G.B.D. présente des limites [Sutt-89, Ritt-96(a), Ritt 96(b)]. Il ne peut prédire qu'en partie les structures intergranulaires observées ou résultant de simulations. Le modèle ne permet pas de décrire les joints mixtes flexion/torsion, il semble également mieux adapté aux matériaux à forte énergie de faute d'empilement. Les structures de joints sont plus complexes dans les métaux à faible

énergie de faute pour lesquelles on observe une dissociation du joint de grains. [Couz-04, Hofm-94, Erns-96, Medl-01].

1.2 Structure hors d'équilibre du joint de grains résultant de l'interaction de dislocations de matrice avec le joint de grains

Une dislocation à proximité d'un joint de grain subit deux types de contraintes: les contraintes élastiques et la friction du réseau (Prie-06); (Sutt -95).

Loin d'une interface la dislocation est soumise au champ de contraintes généré par les dislocations environnantes. A ces interactions s'ajoute la contrainte appliquée au cristal (si elle existe). Une dislocation située près d'un joint de grains subira en plus l'effet du champ de contraintes engendré par le joint de grains

La dislocation est ainsi soumise à une force \vec{F} , qui résulte de ces différents champs de contraintes. L'équation de Peach et Koehler [Hirt-82] définit la forme générale de la force par unité de longueur exercée par une contrainte sur une dislocation. Parallèlement à la force de Peach et Koehler, toute dislocation au voisinage d'une interface subira une force additionnelle \vec{F}_i appelée force image. La force image résulte de la modification des propriétés élastiques du bicristal au passage de l'interface, Elle sera abordée dans le chapitre quatre. Pour la configuration $\Sigma 7 \{ \vec{R} = [10\bar{1}2], \theta = 90^\circ \}$ et un vecteur de Burgers $\vec{b}[0001]$ du zinc, la force image par unité de longueur varie de 3 à 20 mN/m [Moul-02].

Toute dislocation du cristal subit des contraintes de friction dues à l'interaction du cœur de la dislocation avec le réseau cristallin, qui se traduira par une force \vec{F}_f exercée sur la dislocation. En absence de contraintes extérieures le mouvement de la dislocation est contrôlé par le bilan des forces élastique et friction (force de Peierls). Or la portée de la force image devant la force de friction ne dépasse pas quelques longueurs de vecteur de Burgers. Par exemple : pour la même configuration précédente du joint de grains dans le Zinc la force de friction est de l'ordre de 16.3 mN/m [Moul-02], dans ce cas au-delà de la distance limite de $d = 1.69 \|\vec{b}\|$ la force image n'a aucun effet sur le mouvement de la dislocation. Le chapitre 4 est consacré au calcul de la force image et de la force de friction pour le cas des bicristaux d'alumine.

Lors d'une sollicitation mécanique et/ou thermique, les dislocations de matrice interagissent avec les interfaces. Une transmission directe du glissement est rarement observée, elle nécessite une continuité du glissement, c'est à dire une trace des plans de glissement commune aux deux cristaux, et un vecteur de Burgers quasi identique, ce qui se produit très rarement. Une transmission indirecte peut intervenir en présence d'une forte concentration de contrainte dans le joint de grains et le cristal adjacent due à l'empilement des dislocations sur l'interface. On a alors une activation de sources de dislocations à proximité du joint de grains dans le cristal opposé.

Lorsque les dislocations sont bloquées dans l'interface elles donnent lieu à des dislocations dites extrinsèques. Ces dislocations détruisent l'arrangement périodique du réseau de dislocations intrinsèques et induisent un champ de contrainte à longue distance. Elles peuvent se décomposer en produits dont les vecteurs de Burgers sont ceux du réseau D.S.C. (entier ou partiels) du joint singulier le plus proche.

La décomposition dépend de la structure intrinsèque, les produits sont d'autant plus petits que l'indice de coïncidence Σ du joint de grains est élevé, on a vu que les vecteurs élémentaires du réseau D.S.C diminuent avec l'augmentation de Σ .

Si les dislocations extrinsèques formées au début de la déformation sont stables dans le joint, elles s'opposent à « l'entrée » ultérieure des dislocations, donnant ainsi un joint « dur », si au contraire, elles peuvent s'accommoder dans la structure du joint de grains, alors le joint est dit « mou », et adopte une nouvelle structure. L'accommodation des dislocations extrinsèques est donc dépendante de la structure du joint de grains [Ding-79].

1.3 Modèles d'accommodation des contraintes associés aux dislocations extrinsèques

Une dislocation de matrice qui pénètre un joint devient extrinsèque et engendre des contraintes à longue distance. Son accommodation s'accompagne d'un changement de la désorientation de l'interface. Celui ci correspond à une variation de la densité de vecteur de Burgers \vec{B} , un nouvel équilibre du système « dislocation extrinsèque-interface » est atteint lorsque la relation suivante est satisfaite :

$$\vec{B}' = (\mathbf{S}^{I-1} - \mathbf{S}^{II-1}) \cdot \vec{p}$$

Avec $\vec{B}' = \vec{B} + \vec{B}_{\text{EXTRINS.}}$ et \vec{p} tel que défini en figure 1-4

Physiquement les dislocations extrinsèques s'incorporent à la structure du joint de grains et le champ de contraintes à longue distance associé s'annule lorsqu'elles s'incorporent dans le réseau intrinsèque. Plusieurs modèles existent pour expliquer le retour à l'équilibre du joint de grains: deux modèles sont basés sur la décomposition des dislocations extrinsèques en produit discrets [Vali-83, Naza-90, Naza-93]; un autre modèle envisage la délocalisation de la distribution du vecteur de Burgers de ces dislocations [Lojk-77,Lojk-81]. L'accommodation des contraintes commence dès l'entrée de la dislocation de matrice dans le joint, nous décrivons ici les processus qui doivent conduire à un retour complet à un nouvel équilibre du joint.

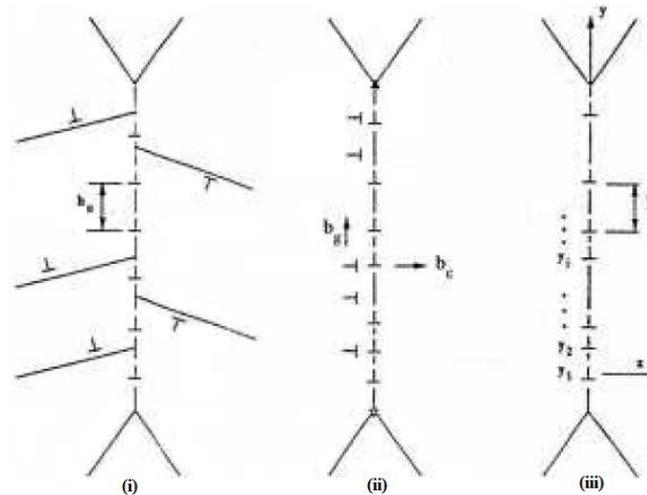
1.3.1 Modèle de délocalisation

Ce modèle part du principe qu'une dislocation est toujours susceptible de délocaliser la distribution de sa densité de vecteur de Burgers dans le but de diminuer son énergie élastique. Ce phénomène est équivalent à la décomposition de la dislocation extrinsèque en un nombre très élevé de dislocations ayant des vecteurs de Burgers infinitésimaux. La délocalisation est un mécanisme thermiquement activé et contrôlé par la diffusion intergranulaire. Dans les joints généraux de grande période et à partir de l'équation de Peierls, le cœur des dislocations extrinsèques s'étale à partir d'une certaine température et dans le temps [Lojk-77, Lojk-81]. Le modèle prévoit la cinétique d'étalement du cœur. Il s'applique aux joints dits "généraux", dans lesquels on observe expérimentalement une disparition du contraste des dislocations. La délocalisation est un phénomène contrôlé thermiquement

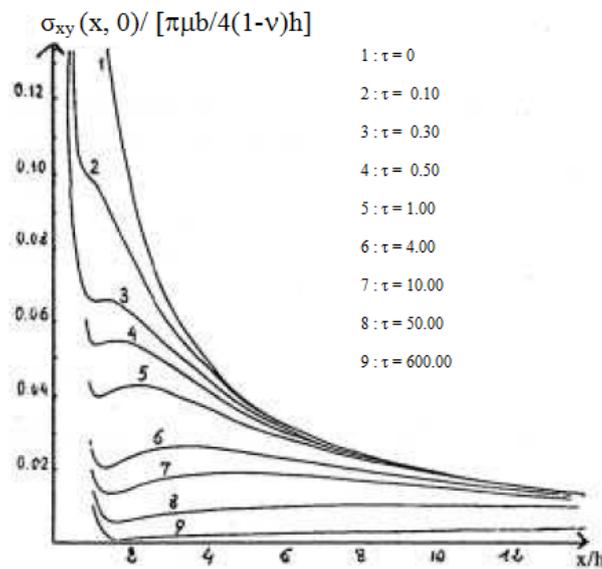
1.3.2 Modèles basés sur la décomposition des dislocations extrinsèques

Ces modèles supposent qu'une dislocation entrant dans le joint se décompose en dislocations glissiles (\vec{b} parallèle au joint) et dislocations sessiles (\vec{b} perpendiculaire au joint) [Vali-83, Naza-90]. Le modèle le plus abouti présenté ici considère le réarrangement global d'un joint de grains hors équilibre composé à la fois de dislocations extrinsèques et d'un réseau de dislocations intrinsèques sessiles [Naza-90, Naza-93]. Il propose aussi que les dislocations extrinsèques sessiles se superposent au réseau intrinsèque donna un réseau désordonné de dislocations intergranulaires parallèles. La figure 1-11(a) illustre les différentes étapes du retour du joint de grains vers

une configuration d'équilibre. Les composantes glissiles s'accablent aux jonctions triples. La dépendance du champ de contrainte $\sigma_{xy}(x,y=0)$ du réseau de dislocations sessiles (figure 1-11(a) (iii) avec le temps et à une température fixée est donnée sur la figure 1-11(b). x est la distance perpendiculairement au joint de grains, y la distance parallèle au joint.



(a)



(b)

Figure 1- 11: (a) Présentation du modèle Nazarov et al [Naza-98], pour l'accommodation des dislocations extrinsèques. Les dislocations de matrice intègrent le joint (i) et se décomposent en produit glissiles et sessiles (ii). Les produits glissiles s'accumulent aux jonctions triples. Le joint de grains est alors composé de produit sessiles désordonnés ($H=2Nh$ où N est le nombre de dislocations sessiles) (iii) ; (b) Evolution de la contrainte σ_{xy} en fonction de x/h (a-iii) à $y=0$ et à une température T fixée.

A chaque courbe de la Figure 1-11.b correspond un temps τ de relaxation. La courbe 1 est très similaire à celle décrivant le champ de contrainte d'une dislocation isolée. Le temps τ augmentant, la contrainte diminue. Elle passe par un maximum aux faibles valeurs de x/h (courbes 2 à 4). Le point maximum se décale progressivement vers la droite (courbes 4 à 8) avec le temps montrant une atténuation de la contrainte. La contrainte ne varie quasiment plus sur la courbe 9. La structure d'équilibre finale correspond à un nouvel arrangement de dislocations intrinsèques associé à un changement de la désorientation

1.3.3 Etudes expérimentales de l'accommodation de la dislocation extrinsèque

L'accommodation des dislocations extrinsèques a fait l'objet de plusieurs études en MET à différentes échelles. La microscopie électronique à haute résolution a permis de décrire les processus d'incorporation dans la structure intrinsèque de plusieurs joints de flexion dans les semi-conducteurs [Elka-88, Thib-90]. Le modèle de Nazarov est confirmé dans le cas de joints de flexion, contenant des dislocations extrinsèques sessiles parallèles aux dislocations intrinsèques.

Les études sur polycristaux métalliques avec des joints quelconques [Couz-04, Poul-00] incluent des études de recuit de lames déformées in situ dans un microscope et montrent que le processus d'accommodation diffère selon les paramètres microscopiques du joint de grains. Dans le cas d'un joint de proche coïncidence contenant un réseau dense de dislocations intrinsèques on observe que les produits de décomposition de la dislocation extrinsèque ont réagi avec plusieurs dislocations intrinsèques [Poul-00, Polc-98]. Pour d'autres joints, seule une disparition du contraste est observée.

En résumé les différents modèles d'accommodation des contraintes liés aux dislocations extrinsèques rendent compte des phénomènes observés expérimentalement. Chaque modèle est adapté à un type de joint :

Le modèle de délocalisation s'applique aux joints de grains de haute énergie et de grand période

Les modèles de décomposition et d'incorporation sont confirmés dans les joints de grains de flexion.

La relaxation finale implique une accommodation des dislocations glissiles aux jonctions triples. Dans tous les cas, la cinétique d'accommodation fait intervenir la diffusion intergranulaire. Celle-ci dépend de la structure du joint, plus faible dans les joints ordonnés. Elle dépend aussi de la chimie du joint, c'est-à-dire de la ségrégation intergranulaire, qui peut soit augmenter, soit diminuer la diffusion. Ce point crucial sera abordé dans la partie consacrée à l'alumine.

Avant de clore cette partie dédiée à la description des dislocations intergranulaires, nous précisons l'approche que nous avons utilisée pour identifier expérimentalement les caractéristiques des défauts interfaciaux à l'échelle atomique.

1.4 Identification des défauts interfaciaux

On a vu que la présence de réseaux de dislocations pouvait être reliée à l'existence de relations d'orientations de proche coïncidence. Cependant cette première approche ne permet pas une interprétation rigoureuse des défauts interfaciaux à l'échelle atomique. La plupart des défauts présentent un double caractère marche et dislocation et sont appelés disconnections. Ces défauts sont caractérisés selon une approche élaborée par Volterra [Hirt-94, Hirt-96, Pond-86, Pond-89]. Dans la figure 1-12, un bicristal est créé en joignant les cristaux blanc (λ) et noir (μ). La marche dans le joint est définie à partir des vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$. Si $\vec{t}(\lambda)$ n'est pas un vecteur de translation du cristal μ (et vice versa) une dislocation interfaciale est produite. Dans le cas d'un joint de grains, le vecteur de Burgers de la disconnection est donné par:

$$\vec{b} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu)$$

Q est la matrice de transformation reliant les coordonnées des repères des deux cristaux [Pond-86(2), Pond-89] :

$$Q = T R T^{-1}$$

Où R est la matrice orthogonale qui représente la rotation entre les deux cristaux.

Expérimentalement, on trace un circuit fermé autour du défaut, correspondant à des vecteurs de translation pour chaque cristal, et on reporte ce circuit dans le réseau dichromatique (ou bicolore) du joint de grains. Le défaut de fermeture permet de déterminer les caractéristiques du défaut. C'est la technique de "circuit mapping",

développée par R.C. Pond dans sa théorie topologique des défauts interfaciaux [Pond-86, Pond-87, Pond-89]. Elle sera largement utilisée dans le chapitre cinq pour la détermination des vecteurs des dislocations intergranulaires.

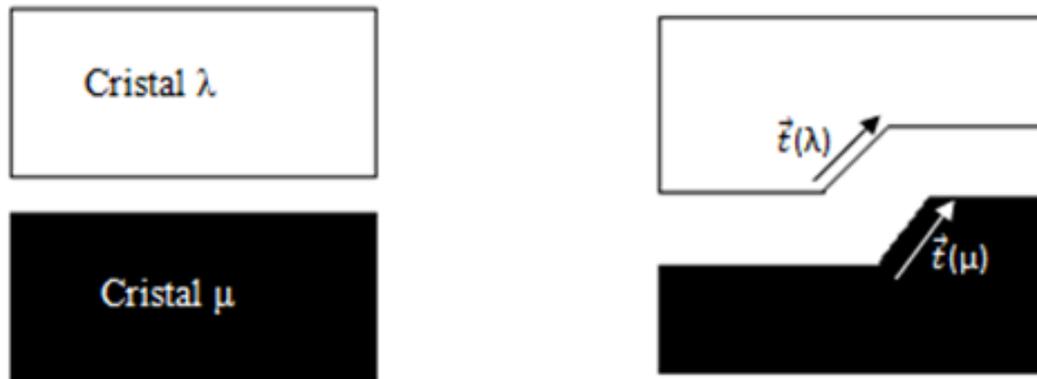


Figure 1-12: Formation d'un défaut interfacial par le processus de Volterra. Le défaut est dû à la non compatibilité des hauteurs de marche à la jonction des deux surfaces.

1.5 Alumine

1.5.1 Structure cristallographique de l'alumine α

L'alumine α cristallise dans la structure rhomboédrique (Figure 1-13(a)) et appartient au groupe d'espace $D_3^6d=R\bar{3}C$ (International Table for X-ray Crystallography), La maille primitive est un rhomboèdre dont les paramètres sont les suivants :

$$a = 0.51284 \text{ nm}$$

$$\alpha = 55.28^\circ$$

C'est un cristal iono-covalent avec un taux d'ionocité de 63%.

L'alumine est le plus souvent décrite en utilisant la maille hexagonale de volume triple de celui de la maille rhomboédrique [Kron-57]. Selon l'axe \vec{c} , qui est l'axe de symétrie ternaire, les ions d'oxygène forment un empilement hexagonal quasi compact de plan « ABABAB » (figure 1-13(b)). L'empilement des ions d'aluminiums peut être décrit selon la séquence de plansabcabc.... Les ions Al^{3+} occupent deux sites octaédriques sur trois, ce qui permet l'équilibre électronique de la structure. Ainsi la périodicité selon l'axe c correspond à la séquence : AaBbAcBaAbBc. La maille est centrée sur les sites non occupés du sous réseau d'aluminium, qui sont aussi les centres de symétrie de la structure.

Les paramètres de la maille hexagonale sont les suivants :

- $a_0 = 0.47589 \text{ nm}$
- $c_0 = 1.2991 \text{ nm}$
- $c_0 / a_0 = 2.73$
- $\alpha = \beta = 90^\circ ; \gamma = 120^\circ$
- nombre de molécules (Al_2O_3) par maille : 6

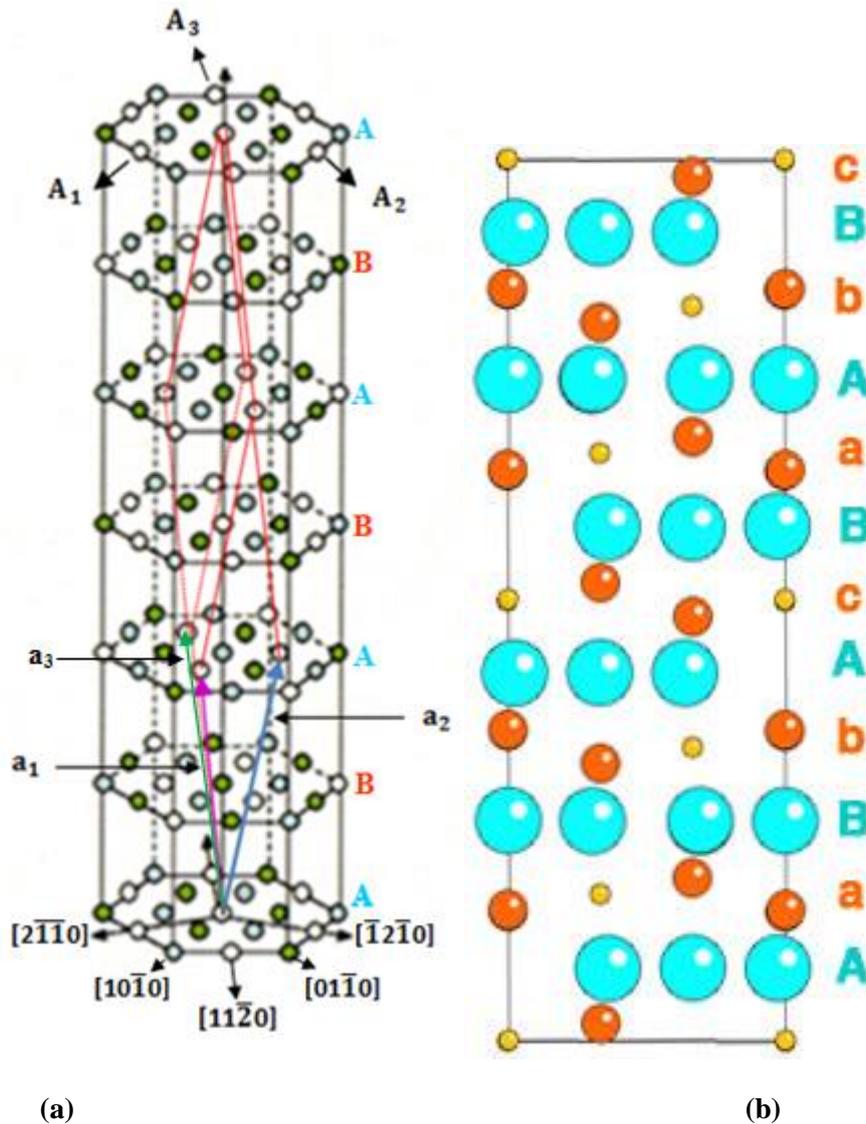


Figure 1- 13: Représentation schématique de la maille de l'alumine : (a) maille élémentaire de Al_2O_3 avec A_i et a_i représentant les vecteurs de base de maille hexagonale et rhomboédrique respectivement, disposition des Al^{3+} (en bleu : cation au dessus du plan ; en vert : cation au dessous du plan ; en blanc : site octaédrique vide) par rapport aux plans denses, A ou B de O^{2-} . (b) projection selon la direction $[2\bar{1}\bar{1}]_0$ de la maille hexagonale de l'alumine. Les petits ronds jaunes : sites non occupés, ronds oranges : Al, ronds bleus : O

La matrice de rotation des indices des plans de la maille hexagonale vers la maille

$$\text{rhomboédrique est : } 1/3 \begin{pmatrix} 2 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 \\ -1 & -2 & 1 \end{pmatrix}$$

1.5.2 Systèmes de référence

Le système rhomboédrique est utilisé dans les calculs des matrices de rotation de coïncidence. Les trois vecteurs de base $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ sont indiqués sur la Figure 1-13(a). Le système de référence hexagonal est usuellement utilisé, de par l'empilement quasi hexagonal des oxygènes et la similitude des systèmes de glissement de l'alumine avec ceux des métaux hexagonaux.

Le système hexagonal à 3 axes est défini par trois vecteurs de base $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{c}$, figure 1-14, tels que

$$|\vec{a}_1| = |\vec{a}_2| = a \text{ et } |\vec{c}| = c, (\vec{a}_1, \vec{a}_2) = 120^\circ, (\vec{a}_1, \vec{c}) = (\vec{a}_2, \vec{c}) = 90^\circ$$

\vec{a}_1 et \vec{a}_2 sont les axes binaires pour les classes de symétrie $\bar{3}m$ et 32 , figure 1-14

Les indices de Miller sont $[uvw]$ pour les directions et (hkl) pour les plans. Ce système d'axes présente un inconvénient ; il ne montre pas clairement si deux directions sont équivalentes ou non. Pour repérer des directions cristallographiques ou des plans, il est préférable d'utiliser le système hexagonal à 4 axes.

Le système hexagonal à 4 axes est défini par quatre vecteurs de base, (Figure 1-14), $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ et \vec{c} tels que : $\vec{a}_1 + \vec{a}_2 + \vec{a}_3 = 0$. On note les indices de Miller-Bravais, encore appelés indices de Weber dans le cas des directions, de la façon suivante :

- direction : $[u' v' t' w']$ ou $[u' v' . w']$
- plan : $(h' k' i' l')$ ou $(h' k' . l')$

Le troisième indice est déduit des deux premiers: $u' + v' + t' = 0$

Les indices $u' v' t' w'$ sont reliés aux indices uvw par les relations :

$$\begin{cases} u' = 1/3(2u - v) \\ v' = 1/3(2v - u) \\ w' = w \end{cases}$$

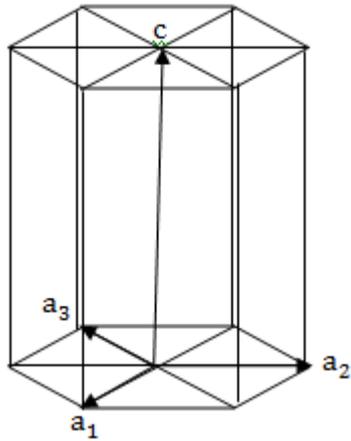


Figure 1- 14: Système de référence hexagonal à 3 ou 4 axes

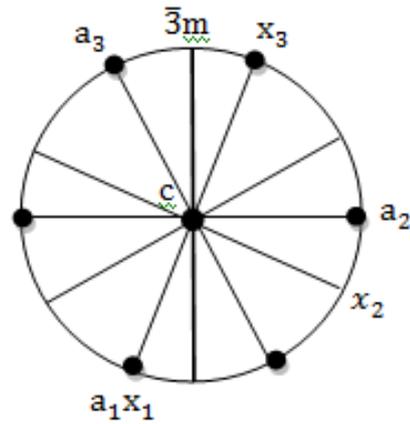


Figure 1-15: Représentation stéréographique des éléments de symétrie du groupe ponctuel $\bar{3}m$. (x_1, x_2, x_3) système de référence cartésien.

Notation de Frank : La méthode de Frank [Fran-64] pour traiter les problèmes cristallographiques dans les systèmes hexagonal et rhomboédrique consiste à utiliser un espace à 4 dimensions avec les vecteur unitaires $e_1, e_2, e_3,$ et e_4 tel que $e_1=[1000]_4, e_2=[0100]_4, e_3=[0010]_4, e_4=[0001]_4$.

Considérons un système de coordonnées à 4 indices avec $e_1, e_2, e_3,$ et e_4 les vecteurs unitaires, parallèles chacun à quatre axes mutuellement orthogonaux. La projection du système selon la direction $[1110]$ est effectuée, créant ainsi un sous espace à trois dimensions. Les trois premiers vecteurs unitaires font le même angle avec la direction $[1110]$, et les composantes de la projection sont : $1/3[2\bar{1}\bar{1} 0], 1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$ et $1/3[\bar{1}\bar{1} 20]$ respectivement ($[1000]= 1/3 [1110]+1/3[2\bar{1}\bar{1} 0]$). Les projections de $e_1, e_2,$ et e_3 correspondent respectivement aux axes $a_1, a_2,$ et a_3 , dans le plan basal du système de coordonnées de l'hexagonal.

Les plans et les directions sont indexés à 4 indices selon l'indexation Miller-Bravais (M-B) en respectant la règle qui stipule que la somme des trois premiers indices doit être nulle.

Pour une direction $[uvtw]$ qui est notée par le vecteur cartésien $[u v t \lambda w]$, la normale à un plan $(hkil)$ est $[h k i l/\lambda]$ avec $\lambda = (2/3)^{1/2} c/a$. Cette méthode permet de combiner le système d'indexation M-B avec les avantages d'un repère orthogonal.

1.5.3 Systèmes de glissement

La déformation plastique de l'alumine a fait l'objet de nombreuses études [Klas-42; Snow-73; Plet-74; Cast-97; Plet-82; Lage-94]. Le glissement est possible sur le plan basal comme sur les plans prismatiques ou pyramidaux (Figure 1-16).

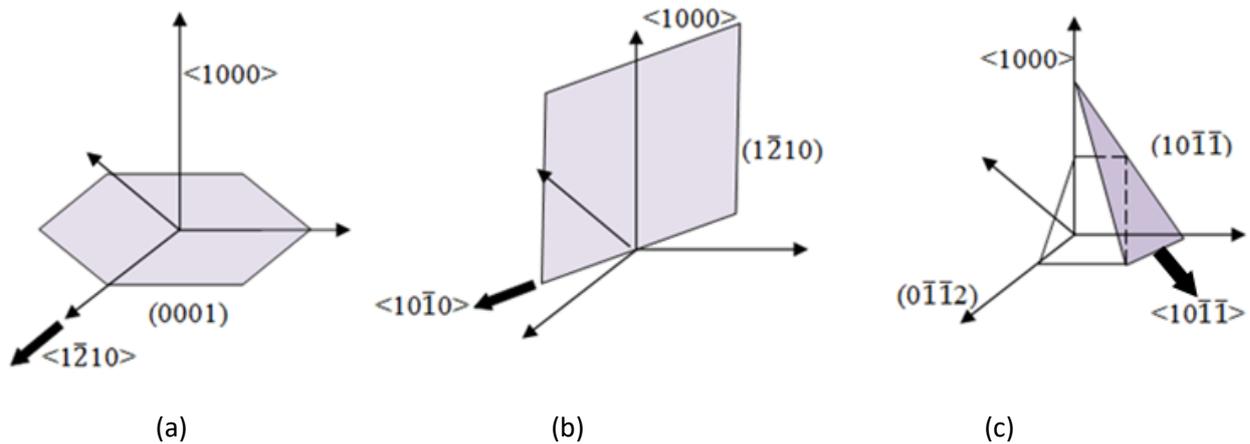


Figure 1-16: Représentation schématique des systèmes de glissement de l'alumine α (la direction du glissement est représentée par une flèche épaisse) : (a) système de glissement basal- (b) système de glissement prismatique-(c) système de glissement pyramidal.

- Le système de glissement basal $\{0001\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$, a la plus faible contrainte critique de cisaillement résolue (CRSS) pour des températures supérieures à 700°C (Figure 1-18) [Kron-57, Conr-65]. La dislocation basale de vecteur de Burgers $b_b = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (Figure 1-17) possède la plus faible énergie de toutes les dislocations parfaites dans $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, et est la plus facile à activer par déformation plastique à haute température. Après déformation, les dislocations basales ont un caractère majoritairement coin. Elles se présentent sous forme de dipôles et de petites boucles résultant de la rupture des dipôles. [Plet-74, Plet-77, Plet-82]

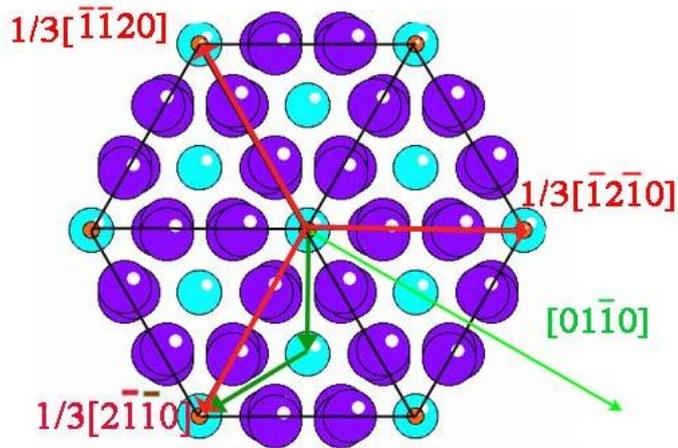


Figure 1- 17: Projection de la structure de l'alumine selon l'axe \vec{c} . Arrangement des ions Al (en bleu) et les ions O (en violet), les vecteurs de Burgers de la dislocation basale parfaite $1/3\langle 2\bar{1}10\rangle$, et celui de la dislocation prismatique $[01\bar{1}0]$ sont indiqués.

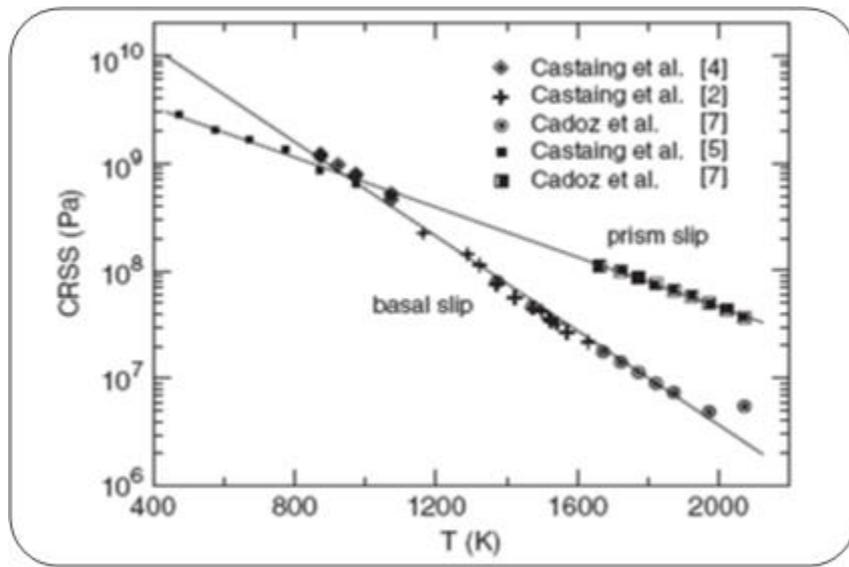


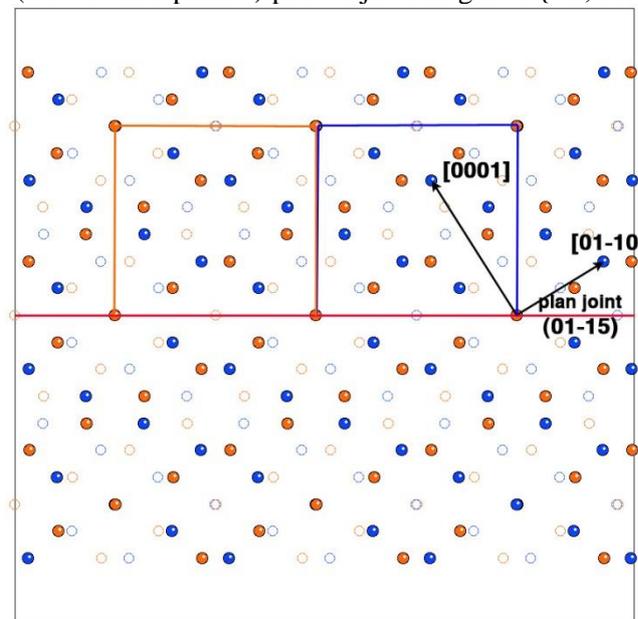
Figure 1-18: Courbe de $CRSS=f(T)$ pour les glissements basal et prismatique [Rodr-08]

- Le système de glissement prismatique $\langle 10\bar{1}0\rangle \{1\bar{2}10\}$ est le plus favorable en dessous de 700°C , mais pour des contraintes très élevées [Lage-94 ; Cast-08]
- Les systèmes de glissement pyramidaux, avec un vecteur de Burgers de type $1/3\langle 10\bar{1}1\rangle$, dans les plans $\{01\bar{1}2\}$ ou $\{10\bar{1}1\}$.

1.5.4 Structure des joints de grains dans l'alumine

Les premières études sur les joints de grains dans l'alumine ont utilisé la notion de coïncidence approchée. Pour des relations d'orientation spécifiques, les deux mailles multiples des deux réseaux sont approximativement superposées. Elles le sont exactement si les éléments de la matrice de rotation sont rationnels, c'est à dire pour des valeurs entières de $\Lambda^2 = 2/3 (c/a)^2$. Dans l'alumine $\Lambda^2=4.96$. La valeur $\Lambda^2=5$, correspondant à $c/a=2,739$ au lieu de 2,73, donne lieu à un grand nombre de relations d'orientation de coïncidence. [Grim89, Grim-90, Lart-88 (a)].figure 1-19

Figure 1-19: Carte bicolore (dichromatic pattern) pour le joint de grains $\{\Sigma 7, 57^\circ/[5\bar{5}01],$



(015)}. Une coïncidence est obtenue moyennant une déformation de la maille multiple de 3/1000. tenue

Des études sur des polycristaux révèlent la présence de réseaux périodiques de dislocations dans de nombreux joints, dont la plupart correspondent à une orientation de coïncidence approchée [Grim-90].

Afin de comprendre la structure des joints de grains dans l'alumine à l'échelle atomique, des études sur bicristaux ont été réalisées. [Gemm-03 ; Mats-03 ; Lart-08] :

Les joints de grains de flexion à *faible angle de désorientation* se décrivent par un réseau de dislocations parfaites coins dissociées en partielles bordant une faute d'empilement [Tosh-12, Toch-16, Toch-18(a), Toch-18(b), Naka-09, Ikuh-03,].

Les joints de grains de proche coïncidence dans les bicristaux à grand angle de désorientation présentent une structure ordonnée, avec des facettes pour les joints de grains d'indices de coïncidence les plus élevés. Leur énergie décroît avec l'augmentation de la densité atomique de son plan [Nish-03]

Notre étude porte sur des joints de grains de coïncidence approchée $\Sigma 7$: la macle rhomboédrique la plus ordonnée et un joint avec un plan général $(01\bar{1}5)$. La structure de la macle rhomboédrique présente un axe d'ordre 2 avec glissement [Lart-08] Nous précisons ci dessous les caractéristiques de la macle rhomboédrique, qui a été largement étudiée car le maillage est un mode de déformation privilégié pour l'alumine [Veit-21, Tert-49, Dugd-65, Heue-66].

Macle rhomboédrique

Une macle est caractérisée par cinq paramètres macroscopiques, K_1 le plan de la macle, η_1 la direction de cisaillement, K_2 le second plan non distordu, η_2 la direction réciproque de la macle et s la contrainte de cisaillement:

$$K_1=\{01\bar{1}2\}, \eta_1=\langle 0\bar{1}11 \rangle, K_2=\{0\bar{1}14\}, \eta_2=\langle 02\bar{2}1 \rangle, \text{ et } s = 0.202.$$

Fondamentalement il existe deux types de macles, le type I et le type II. La macle de type I a un plan K_1 qui est un plan miroir, le type II est défini par un axe binaire parallèle à η_1 . Deux autres macles correspondent à un plan miroir avec glissement et à un axe binaire avec glissement.

A partir des études de microscopie électronique à haute résolution [Geip-93, Lart-99, Lart-08, Gemm-03], et des simulations [Mari-00] la macle rhomboédrique présente un axe binaire $\eta_1=[0\bar{1}11]$ et une translation $\tau=1/6[0\bar{1}11]$ parallèle à cet axe. L'interface est centrée sur les sites non occupés du sous réseau de l'aluminium. [Nish-03].

Une macle rhomboédrique parfaite de plan $(01\bar{1}2)$ est représentée sur la figure 1-20.

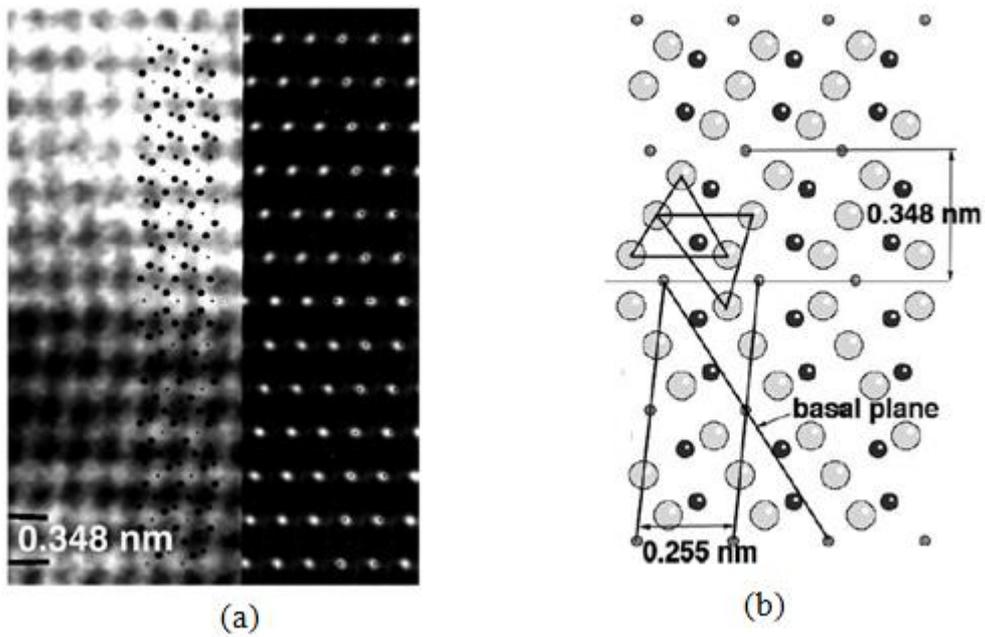


Figure 1-20 : Macle rhomboédrique parfaite dans l'alumine. (a) Comparaison entre une observation en METHR et la simulation correspondante (defocalisation : -5nm ; épaisseur 15nm). L'interface est centrée sur les sites non occupés de l'aluminium (taches blanches). (b) Modèle géométrique : les sites octaédriques proches de l'interface (les deux triangles) sont légèrement distordus. Les cercles en noir correspondent aux colonnes atomiques d'aluminium. Les grands cercles en gris représentent les colonnes de l'oxygène, les petits cercles en gris correspondent aux sites non occupés du sous réseau de l'aluminium [Lart-08].

1.5.5 Disconnection dans l'alumine

Le vecteur de Burgers d'une disconnection est donné par l'équation : $\vec{b} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu)$. Dans le cas de l'alumine la matrice de transformation est déterminée, en utilisant un repère initial à 4 dimensions, avec l'axe de rotation parallèle à e_3

La matrice R est donnée par

$$R = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La matrice R correspondant au miroir

La matrice T est donnée par :

$$T = \begin{pmatrix} u_1 & u_2 & u_3 & 1/\sqrt{3} \\ v_1 & v_2 & v_3 & 1/\sqrt{3} \\ t_1 & t_2 & t_3 & 1/\sqrt{3} \\ \lambda w_1 & \lambda w_2 & \lambda w_3 & 0 \end{pmatrix}$$

Les colonnes de la matrice T sont des vecteurs à 4 indices, ils sont parallèles aux axes non transformés dans le repère initial. Ils sont exprimés dans un repère à 4 dimensions correspondant au cristal de référence. La quatrième colonne de la matrice T, $1/\sqrt{3} [1110]_4$, est le vecteur unitaire parallèle à la direction de la projection utilisée pour obtenir le repère du sous-espace de M-B. La première colonne correspond à une direction arbitraire dans un plan perpendiculaire à e_3 , par conséquent le produit scalaire $u_1 u_3 + v_1 v_3 + t_1 t_3 + \lambda^2 w_1 w_3 = 0$ et elle doit être en même temps perpendiculaire à $[1110]_4$. La deuxième colonne peut être obtenue par le produit vectoriel de $[u_3, v_3, t_3, \lambda w_3]_4$ et $[u_1, v_1, t_1, \lambda w_1]_4$.

La longueur de la composante normale au plan de l'interface de \vec{b} est désignée par b_z , elle est égale à la différence entre les hauteurs des deux marches donnée dans le repère (λ) , $h(\lambda) = \vec{n} \cdot \vec{t}(\lambda)$ et $h(\mu) = \vec{n} \cdot \vec{t}(\mu)$, dans ce cas $b_z = h(\lambda) - h(\mu)$, $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ sont les vecteurs de translation identifiant la marche dans le cristal λ et le cristal μ respectivement (cf 1-4)

1.5.6 Comportement de l'alumine lors du fluage :

Les joints de grains jouent un rôle prépondérant dans le fluage des matériaux polycristallins. Pour les faibles tailles de grains, le mécanisme dominant est le glissement intergranulaire. La déformation n'est pas purement diffusionnelle, [Raj-71, Cann-80] les coefficients de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte sont supérieurs à 1. [Lart-02, Lart-06]. Des études en microscopie électronique sur des alumines polycristallines à grains fins révèlent l'activité des dislocations pendant le fluage sous contrainte modérée à haute température [Lart-88]. En présence d'une ségrégation d'yttrium, les dislocations intergranulaires sont présentes dans un plus grand nombre de joints, ce qui suggère que l'yttrium peut les stabiliser au cours des processus d'accommodation [Lart-94]. Le rôle de l'yttrium sur les propriétés de l'alumine est

détaillé dans la partie 1.5.9. Plus généralement, les dopants qui ségrègent au niveau des joints de grains vont modifier la déformation [Yosh-97]. Des études à l'échelle macroscopique ont été menées sur des bicristaux d'alumine afin de mettre en évidence la relation entre les propriétés intergranulaires et le comportement mécanique lors de la déformation [Hu-02, Schm-98]. Pour un joint de grains de flexion, plus l'indice de coïncidence Σ est élevé plus le déclenchement du glissement intergranulaire est facile [Wata-98]. Dans une autre étude [Hany-04], la déformation n'est pas influencée par la valeur de l'indice de coïncidence Σ , mais plutôt par la densité atomique du joint de grains,

Cependant aucune étude n'a été entreprise jusqu'à présent pour tenter de comprendre les mécanismes de déformation de bicristaux.

1.5.7 Ségrégation intergranulaire

La microstructure des polycristaux d'alumine et leur comportement au frittage et au fluage sont fortement dépendants de la présence d'éléments d'addition, dits dopants, ou d'impuretés résiduelles. En effet, la plupart des éléments ont des limites de solubilité en volume faibles et sont donc ségrégés aux joints de grains. Des impuretés telles que le calcium et le silicium sont responsables du développement d'une microstructure anisotrope due à la présence d'une phase vitreuse aux joints de grains. L'ajout de dopants spécifiques permet d'obtenir une microstructure homogène, et certains d'entre eux améliorent les propriétés de l'alumine. C'est par exemple le cas de l'yttrium, qui a une influence bénéfique sur le fluage de l'alumine. De nombreuses études ont été entreprises afin de comprendre les phénomènes de ségrégation.

Les premières mesures de ségrégation par microanalyse X en STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) montrent que la différence de rayon ionique est la force motrice principale pour la ségrégation intergranulaire [Li-84]. Le tableau 1-1 présente les rayons ioniques et les charges des quatre dopants retenus pour cette étude. Ce résultat est attendu dans le cas des éléments homovalents tels que l'yttrium. Cependant, l'effet de la charge ionique diminue fortement la solubilité des éléments aliovalents et une forte ségrégation du magnésium et du titane a été mise en évidence [Gavr-99, Swia-95].

Tableau 1-1 : Rayons ioniques effectifs et rayons atomiques des éléments de l'étude [Shan-76].

Elément	Al	Mg	Ti	Zr	Y
Rayon atomique (nm)	0,0675	0,086	0,0745	0,086	0,104
Cation	Al³⁺	Mg²⁺	Ti⁴⁺	Zr⁴⁺	Y³⁺
Rayon ionique effectif (nm)	0,0535	0,0722	0,0605	0,072	0,09

Pour un taux de dopage donné, le niveau de ségrégation aux joints de grains augmente avec la taille des grains jusqu'à saturation. Cette limite détermine le début de la précipitation d'une seconde phase aux joints de grains [Gruf-93]. Ce comportement est observé pour les quatre éléments du tableau 1-1., Les concentrations envisageables de dopants, sans précipitation de nouvelles phases, sont d'autant plus élevées que la microstructure finale est fine.

1.5.8 Propriétés diffusionnelles dans l'alumine α

L'alumine α est un oxyde stœchiométrique. Ses propriétés de transport et de conductivité électrique sont gouvernées par les atomes étrangers. Or les mesures des coefficients de diffusion intrinsèque dans l'alumine α requièrent des matériaux (monocristallins ou polycristallins) de pureté suffisante (< 1 partie par milliard en impuretés hétérovalentes), ce qui n'a pas été possible dans toutes les expériences mises en œuvre sur la diffusion.

a- Diffusion en volume

- Les valeurs des cinétiques pour la diffusion de l'oxygène en volume diffèrent seulement d'un ordre de grandeur pour toutes les études sur monocristaux non dopés [[Reed-80, Cawl-91, Prot-96, Naka-07, Redd-82, Lage-89]. La diffusion semble dominée par les impuretés divalentes mettant en jeu des lacunes d'oxygène. Les concentrations calculées de défauts ponctuels permettent de rendre compte de manière satisfaisante des données sur la diffusion de l'oxygène [Heue-99].
- La diffusion de l'aluminium est plus élevée de trois ordres de grandeur que celle de l'oxygène [Lage-89, Lega-94, Pala-62]. Les lacunes

d'oxygène sont plus mobiles ($\sim 2,5$ ordres de grandeur) que les interstitiels d'oxygène et les interstitiels d'aluminium sont plus mobiles (~ 3 ordres de grandeur) que les lacunes d'oxygène. Le magnésium augmente la diffusion en volume alors que le titane la ralentit [Lage-89]. L'yttrium augmente légèrement la diffusion en volume ce qui est attribué à un comportement de donneur d'électrons dû à la taille du cation [Lega-96].

b- Diffusion intergranulaire

Seules des mesures du coefficient de diffusion de l'oxygène ont été effectuées dans les joints de grains de l'alumine. L'oxygène diffuse plus vite que l'aluminium [Prot-1996, Lega-1996].

Dans les joints de grains, l'yttrium a un effet opposé à celui observé en volume : la diffusion de l'oxygène, légèrement ralentie dans les polycristaux dopés, est interprétée comme un effet de blocage des sites par l'yttrium ségrégré. Par ailleurs, l'influence des dopants sur la diffusion intergranulaire peut être déduite d'expériences de fluage. En effet, le fluage met en jeu le glissement intergranulaire contrôlé par la diffusion aux joints. Les différences dans la résistance au fluage de l'alumine, reliées à la nature du dopant, peuvent être attribuées à un changement dans la diffusion aux joints. Le titane et le magnésium augmentent la diffusion intergranulaire [Yosh-02(a)] alors que l'yttrium et le zirconium la ralentissent [Lart-02, Yosh-02, Gruf-93]. Il a été suggéré que ces changements dans la diffusion intergranulaire sont reliés aux changements dans l'état des liaisons chimiques entre l'oxygène et l'aluminium d'une part et entre l'aluminium et l'élément dopant d'autre part. Il existe une relation entre l'augmentation de l'ionicité de la liaison aluminium-oxygène et la diminution de la diffusion intergranulaire [Yosh-02(b)].

c- Diffusion de cations étrangers en volume et aux joints de grains

Les impuretés diffusent plus rapidement (de plusieurs ordres de grandeur) que les ions constitutifs de l'alumine [Moya-97, Moya-98]. La diffusion des cations hétérovalents faiblement chargés a lieu selon une cinétique deux à trois ordres de grandeur plus élevée que celle des cations homovalents. Ce résultat est interprété par l'occupation des positions octaédriques vacantes, favorisée dans les cas de cations étrangers possédant une charge plus faible que celle des ions aluminium. Un résultat

surprenant est la rapidité de la diffusion de l'yttrium, supérieure de 5 ordres de grandeur, par rapport à l'autodiffusion intergranulaire [Moya-98].

1.5.9 Effet des dopants sur la microstructure et les propriétés de l'alumine

a- Influence du magnésium sur la microstructure et les propriétés de l'alumine

Sa masse atomique de $24,3 \text{ g.mol}^{-1}$ est équivalente à celle de l'aluminium Al (27 g.mol^{-1}). Son cation Mg^{2+} est bivalent. Aussi, un dopage Mg va entraîner la formation de lacunes d'oxygène au sein du réseau d'alumine, afin de maintenir la neutralité des charges. Son rayon ionique d'environ $0,72 \text{ \AA}$ est supérieur à celui de l'aluminium (tableau 1-1). Sa limite de solubilité en matrice est faible, elle est égale à 70ppm à 1700°C [And-87]. Il est le seul élément permettant d'éviter la croissance des grains et le développement d'une microstructure anisotrope dans l'alumine [Stue-10], ce qui a donné lieu à de nombreuses études.

La ségrégation intergranulaire du magnésium, suggérée par des mesures indirectes, a été mise en évidence par SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) et par MEHTR [Gavr-99].

La présence de lacunes d'oxygène lors d'un dopage Mg va augmenter la proportion d'atomes mobiles pouvant participer aux phénomènes de diffusion. De plus, Yoshida [Yosh-01] a montré qu'un dopage Mg entraînait une diminution des interactions de Coulomb entre les liaisons cation-oxygène. Ces deux phénomènes vont favoriser la diffusion aux joints de grains et ainsi la densification des échantillons d'alumine.

Son effet bénéfique sur la microstructure de l'alumine résulterait d'un effet de codopage [Bai-91, Gavr-99]. Le codopage en magnésium et silicium diminue d'un facteur 5 ou plus la ségrégation intergranulaire de chaque cation. Il est proposé que les cations Si^{4+} et Mg^{2+} forment un complexe neutre dont la solubilité dans le cristal est plus forte que celle des deux cations pris séparément.

De plus, le magnésium réduit l'anisotropie dans l'énergie de surface et des joints de grains de l'alumine [Hand-90].

b- Influence de l'yttrium sur la microstructure et les propriétés de l'alumine

L'yttrium a une influence bénéfique sur la résistance à la corrosion [Lega-95] et sur la résistance au fluage [Cho-97, Gruf-90]. Sa limite de solubilité dans l'alumine α ne dépasse pas 10 ppm [Cawl-86, McCu-86]. Il est donc ségrégué aux joints [Brul-99, Gülg-99, Bouc-93, Li-84, Nann-76]. On a mentionné que la concentration d'yttrium dans le joint de grains dépend de la taille des grains pour un taux de dopage donné [Gruf-93]. Pendant la croissance granulaire, la concentration d'yttrium aux joints de grains augmente jusqu'à ce que les joints de grains soient saturés en yttrium, ce qui entraîne la précipitation du grenat d'yttrium aux jonctions triples. Une sursaturation en yttrium intervient avant la précipitation [Gülg-00]. Cette transition a un effet marqué sur les propriétés diffusionnelles de l'alumine. Une augmentation transitoire de la vitesse de fluage est également observée pour les tailles de grains correspondant à cette transition microstructurale [Gruf-93, Lart-02]. Une étude en contraste de numéro atomique par STEM et en simulation montre que l'yttrium ségrège dans des régions bien localisées le long du joint de grains, altérant ainsi les liaisons locales au joint de grains. Ces modifications rendent le joint de grains plus résistant aux déformations [Buba-06].

La diminution de la vitesse de fluage sous l'effet de l'yttrium est attribuée à une diminution de la diffusion intergranulaire [Cho-99, Gülg-99, Lart-88]. Cependant, elle est plus importante que celle qui résulterait de la seule diminution de la diffusion [Naka-07]. L'hypothèse d'une diminution de la mobilité des dislocations intergranulaires mises en jeu dans le glissement aux joints est appuyée par les caractéristiques de la ségrégation de cet élément [Lart-93, Lart-02]. Dans les polycristaux, la ségrégation intergranulaire de l'yttrium dépend de l'orientation du plan du joint de grains [Bouc-93].

Une ségrégation préférentielle de l'yttrium sur les dislocations intergranulaire dans une macle rhomboédrique est indirectement mise en évidence par diverses méthodes de spectroscopie en microscopie électronique en transmission [Bouc-06, Lart-11]. L'analyse ne révèle pas de présence d'yttrium sur le joint de grains en orientation de macle, ce qui est en accord avec la configuration atomique de la macle proche de celle du cristal parfait. [Lart-11].

Des analyses en contraste de numéro atomique haute résolution ont permis de révéler directement la distribution de l'yttrium dans les colonnes atomiques au cœur des

défauts. L'extension de la ségrégation parallèlement au joint peut être supérieure à 5 nm sur une largeur de 3 plans atomiques. L'yttrium forme un composé correspondant à $YAlO_3$. Ceci réduit la vitesse de déformation en réduisant la mobilité des dislocations lors du glissement du joint de grains [Lart-11].

c- Influence du Lanthane sur la microstructure et les propriétés de l'alumine

Le lanthane appartient à la famille des terres rares et possède le numéro atomique 57. Son rayon ionique de 1,03 Å en coordination VI [Shan-76] est environ deux fois supérieur à celui de Al^{3+} en coordination similaire (et approximativement égale à celui de l'yttrium 0,9Å). Il en résulterait une solubilité intragranulaire très faible de 80 ppm [Thom- 97]), voire nulle [Galm-11]. Aussi, le lanthane va avoir fortement tendance à ségréger aux joints de grains d'alumine. Lors d'un dopage au La deux phases peuvent se former : la phase β -alumine $LaAl_{11}O_{18}$ ou une phase perovskite $LaAlO_3$. Il est nécessaire de rester sous la limite de la formation de seconde phase qui se fait au niveau des joints de grains, Le taux de dopant limite, avant la formation d'une seconde phase, diminue lorsque la taille de grain augmente (diminution de la surface spécifique). En dessous de ce taux de dopant limite, Galmarini [Galm-11] par simulation et Bruley [Brul-99] expérimentalement nous indiquent que La se trouve ségrégé aux joints de grains dans une configuration entre celles-ci La_2O_3 , $LaAlO_3$ et $LaAl_{11}O_{18}$. Dans le cas des joints de grains de faible énergie, et pour une concentration assez importante, le lanthane peut se substituer aux ions Al^{3+} sur une couche atomique complète

Par ailleurs, le dopage au La est connu pour altérer les mécanismes de diffusion aux joints de grains. Les sites responsables du transport rapide sont bloqués par une ségrégation du lanthane [Fang-97][Cho- 99] . Cependant, il permet également de retarder le grossissement de grains, et ce de manière plus efficace que le retard de densification. Le lanthane comparativement à l'yttrium, ralentit plus le taux de croissance des grains et le taux de densification globale de l'alumine [Rani-04].

La courbe du fluage de l'alumine dopée au lanthane présente un long régime primaire. La longueur du régime peut être associée à la redistribution des solutés dans le système par la diffusion [Cho-97].

Le dopage de l'alumine avec des éléments possédant des rayons atomiques assez importants (lanthane et yttrium) réduit considérablement le taux de déformation [Behel-16]. Le taux de déformation de l'alumine dopée au lanthane ou à l'yttrium est pratiquement le même [Cho-97].

Conclusion

Ce chapitre introductif résume les différents concepts nécessaires pour aborder notre étude de la structure et du comportement à la déformation à haute température de bicristaux d'alumine alpha de différentes orientations et contenant différents dopants.

Les joints de grains à l'équilibre peuvent être décrits soit par un arrangement d'unités structurales soit par des réseaux de dislocations intrinsèques, ces deux descriptions étant formellement équivalentes. L'écart à une orientation de coïncidence de basse énergie est accommodé par des dislocations dont les vecteurs de Burgers sont des vecteurs de translation du biréseau de référence. Ces dislocations peuvent éventuellement se dissocier en partielles.

Dans l'alumine, il n'existe pas d'orientation de coïncidence pour des axes de rotation autres que l'axe \vec{c} . Des coïncidences dites approchées peuvent être trouvées en considérant un rapport c/a très proche du c/a réel. Cependant une détermination rigoureuse des défauts intergranulaires nécessite de prendre en compte la structure réelle et donc de déterminer des matrices de rotation irrationnelles. Nous avons utilisé l'approche de F.C Frank basée sur un calcul dans un espace à quatre dimensions. Les défauts sont identifiés sur des images à l'échelle atomique au moyen de la méthode de "circuit mapping" dans le réseau bicolore du bicristal. Ils présentent souvent une marche associée et sont donc des disconnections.

Lors de la déformation, les dislocations de matrice créées par la contrainte appliquée interagissent avec le joint de grains. Dans l'alumine, plusieurs systèmes de glissement sont possibles, ainsi que du maclage. Leur analyse détaillée permet de déterminer les conditions optimales d'orientation, de température et de contrainte appliquée pour les bicristaux de notre étude.

Les dislocations peuvent aussi être soumises à une force image. Lors de leur interaction avec le joint, il intervient soit une transmission de la contrainte avec émission de dislocations dans le grain opposé, soit une absorption et accommodation des dislocations dans l'interface. Les joints de grains jouent le rôle de puits ou de source pour les dislocations de matrice. Les processus d'accommodation font intervenir la diffusion. Ils dépendent de la structure du joint de grains, plus faciles dans les joints moins ordonnés de haute énergie et de diffusivité élevée. La ségrégation peut modifier la

structure du joint mais aussi ses propriétés diffusionnelles, comme c'est le cas dans les bicristaux d'alumine dopés à l'yttrium où l'yttrium diminue la diffusion intergranulaire.

Notre travail comporte deux approches, une approche théorique et une approche expérimentale. Son objectif est:

- la détermination numérique de la force image due à l'interaction entre les dislocations de la matrice et le joint de grains, et l'effet de la configuration cristallographique des joints sur cette énergie d'interaction.
- la détermination des mécanismes d'accommodation des dislocations lors de la déformation et l'effet des dopants sur les mécanismes de déformation.

Dans l'approche expérimentale, nous avons entrepris des études sur des bicristaux d'alumine selon deux orientations différentes, et dopés avec différents éléments. Ils sont élaborés par soudage/diffusion (Institut de cristallographie de Moscou, Russie).

La structure intergranulaire joue un rôle important dans le comportement au fluage. Les bicristaux d'alumine présentent deux orientations différentes : une macle rhomboédrique qui est le joint de plus faible énergie et dont la structure est connue, et une macle avec un plan $(01\bar{1}5)$, qui a probablement une énergie élevée car elle n'a jamais été observée. Son étude nécessite la construction d'un modèle structural. Ce joint pourra être appelé "général" dans la suite de l'étude, en comparaison avec le caractère "spécial" de basse énergie de la macle rhomboédrique. Des dopages au magnésium, à l'yttrium, ou au lanthane ont été retenus. On a vu que la ségrégation intergranulaire modifiait les propriétés des joints de grains. Le lanthane semble avoir le même effet que l'yttrium sur la déformation de l'alumine, cependant il y a peu d'études sur l'effet de cet élément. Le magnésium en revanche va favoriser la diffusion aux joints de grains. Ces bicristaux sont déformés de manière à introduire une quantité suffisante de défauts pour une étude en microscopie électronique en transmission conventionnelle et en haute résolution.

Bibliographie

[Bai-91]: Bai B.N., Biswas S.K., “*Effect of Magnesium Addition and Heat Treatment on Mild Wear of Hypo*”, **Utramicroscopy**, Vol 14(1-2), 155-160, (1984).

[Ball-84]: Balluffi R.W., “*On the Study of Grain Boundaries in Metals*”, **Utramicroscopy**, Vol 14(1-2), 155-160, (1984).

[Ball-84]: Balluffi R.W., Bristowe P.D., “*On the Structural Unit/Grain Boundary Dislocation Model for Grain Boundary Structure*”, **Surface Science**, Vol 144(1), 28-43, (1984).

[Behe-16]: Behera S.K., “*Kinetics of Grain Growth in La-Doped Ultrapure Al₂O₃*”, **Journal of Alloys and Compounds**, Vol 683, 444-449, (2016).

[Bilb-54]: Bilby B.A., “*Type of Dislocation Source*”, **Report of the Conference on Defects in Crystalline Solids**, 124-133, (1954).

[Bish-68]: Bishop G.H., Chalmers B., “*A Coincidence -Ledge- Dislocation Description of Grain Boundaries*”, **Scripta metallurgica**, Vol 2(2), 133-140, (1968).

[Bish-71]: Bishop G.H., Chalmers B., “*Dislocation Structure in High Angle Grain Boundaries*”, **Philosophical Magazine**, Vol 24(189), 515-526, (1971).

[Boll-70]: Bollmann W., “*Crystal Defects and Crystalline Interface*”, **Springer-Verlag**, (1970).

[Bonn-75]: Bonnet R., Durand F., “*Study of Intercrystalline Boundaries in Terms of the Coincidence Lattice Concept*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 32(5), 997-1006, (1975).

[Bonn-80]: Bonnet R., Durand F., “*Stress Calculations for Interfacial Extrinsic and Intrinsic Dislocation Arrays in Anisotropic Two-Phase Media*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 42(6), 809-812, (1980).

[Bouc-93]: Bouchet D., Dupau F., Lartigue-Korinek S., Molins R., Thibault J., “*Structure and Chemistry of Grain Boundaries in Yttria Doped Alumina*”, **Microscopy Microanalysis Microstructures**, Vol 4, 561-573, (1993).

[Bouc-06]: Bouchet D., Lartigue-Korinek S., Molins R., Thibault J., “*Yttrium Segregation and Intergranular Defects in Alumina*”, **Philosophical Magazine**, Vol 86(10), 1401-1413, (2006).

[Brul-99]: Bruley J., Cho J., Chan H.M., Harmer M.P., Rickman J.M., “*Scanning Electron Microscopy Analysis of Grain Boundaries in Creep-Resistant Yttrium and Lanthanum-Doped Alumina Micro-Structures*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 82, 2865-2870, (1999).

[Buba-06]: Buba J.P., Matsunaga K., Chen W.Y., Yamamoto T., Ikihara Y., “*Grain Boundary Strengthening in Alumina by Rare Earth Impurities*”, **Science**, Vol 311(5758), 212-215, (2006).

[Burg-39]: Burgers J.M., “*Some Considerations of the Field of Stress Connected with Dislocations in a Regular Crystal Lattice*”, **Proceedings of the Koninklijke Nederlandse Akademie Van Wetenschappen**, Vol 42, 293-325 (Part1), 378-399 (Part2), (1939).

[Fran-64]: Frank F.C., “*On Miller-Bravais Indices and Four-Dimensional Vectors*”, **Acta Crystallographica**, Vol 18, 862-866, (1964).

[Cado-82]: Cadoz J., Castaing J., Philips D.S., Heuer A.H., Mitchell T.E., “*Work-Hardening and Recovery in Sapphire(α -Al₂O₃) Undergoing Prism Plane Deformation*”, **Acta Materialia**, Vol 30, 2205-2228, (1982).

[Caho-56]: Cahoon H., Christenson C., “*Sintering and Grain Growth of Alpha-Alumina*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 39, 337-344, (1956).

[Cann-80]: Cannon R.M., Rhodes W. H., Heuer A. H., “*Plastic Deformation of Fine-Grained Alumina (Al₂O₃): I, Interface-Controlled Diffusional Creep*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 63(1-2), 46-53, (1980).

[Cast-08]: Castillo Rodriguez M., Castaing J., Muñoz A., Veyssièrè P., Domínguez Rodríguez A., “*Analysis of a Kink Pair Model Applied to a Peierls Mechanism in Basal and Prism Plane Slips in Sapphire(α -Al₂O₃) Deformed Between 200°C and 1800°C*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 9, 1612-1617, (2008).

[Cast-96]: Castaing J., Muñoz A., Gomez Garcia D., Domínguez Rodríguez A., “*Basal Slip in Sapphire (α -Al₂O₃)*”, **Materials Science and Engineering A**, Vol 233, 121-125, (1996).

[Cast-97]: Castaing J., Munoz A., Gomez G.D., Dominguez R.A., “*Basal Slip in Sapphire (α -Al₂O₃)*”, **Materials Science and Engineering A**, Vol 233(1), 121-125, (1997).

[Cast-98]: Castaing J., Mitchell T.E., Domínguez Rodríguez A., “*Evolution of Specimen Shape for Uniaxial Compression of Single Crystals*”, **Scripta Materialia**, Vol 38, 45-51, (1998).

[Cast-01]: Castaing J., Muñoz A., Domínguez Rodríguez A., “*Hardening of Rhombohedral Twinning in Sapphire (α -Al₂O₃) by Basal Slip Dislocations*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 82, 1419-1431, (2001).

[Cawl-86]: Cawley J.D., Halloran J.W., “*Dopant Distribution in Nominally Yttrium Doped Sapphire*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 69(8), C195-C196, (1986).

[Cawl-91]: Cawley J.D., Halloran J.W., Cooper A.R., “*Oxygen Tracer Diffusion in Single Crystal Alumina*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 74, 2086-2092, (1991).

[Conr-65]: Conrad H., “*Mechanical Behavior of Sapphire*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 48, 195-201, (1965).

[Cho-97]: Cho J., Harmer M.P., Chan H.M., Rickman J.M., Thompson A.M., “*Effect of Yttrium and Lanthanum on the Tensile Creep Behavior of aluminum Oxide*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 80(4), 1013-1017, (1997).

[Cho-99]: Cho J., Wang C.M., Chan H.M., Rickman J.M., Harmer M.P., “*Role of Segregating Dopants on the Improved creep Resistance of Aluminum Oxide*”, **Acta Materialia**, Vol 47(15-16), 4197-4207, (1999).

[Cho-99]: CHO J., WANG C. M., CHAN H. M., RICKMAN J. M., HARMER M. P., “*Role of Segregating Dopants on the Improved Creep Resistance of Aluminum Oxide*”, **Acta Materialia**, vol 47(15-16), 4197-4207, (1999).

[Chri-81]: Christian J.W., “*The Theory of Transformations in Metals and Alloys Part I*”, Pergamon Press, **Oxford**, (1981).

[Couz-04]: Couzinie J.P., “*Etudes des Interactions Entre Dislocations et Joints de Grains dans le Cuivre*“, Thèse de doctorat, **Paris XI Orsay**, (2004).

[Cutl-57]: Cutler I.B., Bradshaw C., Christenson C., Hyatt E., “*Sintering of Alumina at Temperatures of 1400°C and Below*“, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 40, 134-139, (1957).

[Darb-06]: Darby T.P., Schindler R., Balluffi R.W., “*On the Interaction of Lattice Dislocation with Grain Boundaries*“, **Philosophical Magazine A**, Vol 37, 245-256, (2006).

[Ding-79]: Dingley D.J., Pond R.C., “*On The Interaction of Crystal Dislocations with Grain Boundaries*“, **Acta Metallurgica**, Vol 27, 667-682, (1979).

[Dugd-65]: Dugdale D.E., “*Paramagnetic Relaxation of Cr-Doped Spinel*“, **Physics Letters**, Vol 6(3), 226-227, (1965).

[ElKa-88]: Elkajbaji M., Thibault-Desseaux J., “*Interactions of Deformation-Induced Dislocations with $\Sigma = 9(122)$ Grain Boundaries in Si Studied by HREM*“, **Philosophical Magazine A**, Vol 58(2), 325-345, (1988).

[Erns-96]: Ernst F., Finnis M.W., Koch A., Schmidt C., Straumal B., Gust W., “*Structure and Energy of Twin Boundaries in Copper*“, **Zeitschrift Fur Metallkunde**, Vol 87, 911-922, (1996).

[Fran-50]: Frank F.C., “*Report of the Symposium on the Plastic Deformation of Crystalline Solid*“, Carnegie Institute of Technology, **Pittsburgh (Pennsylvania)**, 150, (1950).

[Fang- 97]: Fang J., Thompson A. M., Martin P. H., Helen M. C., “*Effect of Yttrium and Lanthanum on the Final-Stage Sintering Behavior of Ultrahigh-Purity Alumina*“, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 80(8), 2005-2012, (1997).

[Galm-11]: Galmarini S., Aschauer U., Tewari A., Aman Y., Van Gestel C., Bowen P., “*Atomistic Modeling of Dopant Segregation in α -Alumina Ceramics: Coverage Dependent Energy of Segregation and Nominal Dopant Solubility*“, **Journal of the European Ceramic Society**, Vol 31(15), 2839-2852, (2011).

[Gavr-99]: Gavrilov K.L., Bennison S.J., Mikeska K.R., Chabala J.M., Levi-Setti R., “*Silica and Magnesia Dopant Distributions in Alumina by High-Resolution Scanning Secondary Ion Mass Spectrometry*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 82, 1001-1008, (1999).

[Gemm-03]: Gemming T., Nufer S., Kurtz W., Rühle M., “*Structure and Chemistry of Symmetrical Tilt Grain Boundaries in α -Al₂O₃: I, Bicrystals with “Clean” Interface*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 86, 581–589, (2003).

[Geip-94]: Geipel T., Lagerlof K.P.D., Pirouz P., Heuer H., “*A Zonal Dislocation Mechanism For Rhombohedral Twinning in Saapphire (α -Al₂O₃)*”, **Acta Metallurgica Materialia**, Vol 42, 1367-1372, (1994).

[Grim-74]: Grimmer H., Bollmann W., Warrington D.H., “*Coincidence Site Lattice and Complete Pattern Shift Lattice in Cubic Crystal*”, **Acta Crystallographica A**, Vol 2, 197-207, (1974).

[Grim-89]: Grimes R.W., “*Comments on an Asymmetric Domain for Intercrystalline Misorientation in Cubic Materials in the Space of Euler Angles*”, **Acta Crystallographica A**, Vol 45, Fc1-Fc2, (1989).

[Grim-90]: Grimes R.W., “*Theoretical and Experimental Descriptions of Grain Boundaries in Rhombohedral α -Al₂O₃*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 61(3), 493-509, (1990).

[Grim-94]: Grimes R.W., “*Solution of MgO, CaO and TiO₂ in α -Al₂O₃*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 77(2), 378-384, (1994).

[Gruf-93]: Gruffel P., Carry C., “*Effect of Grain Size on Yttrium Grain Boundary Segregation in Fine Grained Alumina*”, **Journal of European Ceramic Society**, Vol 11, 189-199, (1993).

[Gruf-99]: Gruffel P., Carry C., “*Strain Rate Plateau in Creep of Yttrium Doped Fine Grained Alumina*”, 11thRisØInter.Symp.On Metallurgy and Mater.Sci: Structural Ceramics-Processing, Microstructure and Properties, Roskilde, DK, J.J. Bentzenl. Eds. (**RisØ Nat. Lab., Roskilde**), (1999).

[Gülg-99]: Gülgün M.A., Putlayev V., Rühle M., “*Effect of Yttrium Doping Alpha-Alumina: I Microstructure and Microchemistry*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 82(7), 1849-1856, (1999).

[Gülg-00]: Gülgün M.A., Rühle M., “*Yttrium in Polycrystalline Alpha-Alumina*”, **Key Engineering Materials**, Vol 171-174, 793-800, (2000).

[Hand-90]: Handwerker C.A., Dynys J.M., Cannon R.M., Coble R.L., “*Metal Reference Line Technique for Obtaining Dihedral Angles From Surface Thermal Grooves*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 73(5), 13-65-1370, (1990).

[Hany-04]: Hanyu S., Nishimura H., Matsunaga K., Yamamoto T., Ikuhara Y., Sakuma T., “*High Temperature Deformation Behavior of [0001] Symmetrical Tilt Σ 7 and Σ 21 Grain Boundaries in Alumina Bicrystals*”, **Materials Transactions**, Vol. 45(7) 2122-2127, (2004).

[Heue-66]: Heuer A.H., “*Deformation Twinning in Corundum*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 13, 379-393, (1966).

[Heue-99]: Heuer A.H., Lagerlöf K.P.D., “*Oxygen Self-Diffusion in Corundum (α -Al₂O₃): a Conundrum*”, **Philosophical Magazine Letters**, Vol 79, 619–627, (1999).

[Hirt-82]: Hirth J.P., Lothe J., “*Theory of Dislocations*”, **Wiley New York Ed**, (1982).

[Hirt-94]: Hirth J.P., “*Dislocations, Steps and Disconnections at Interfaces*”, **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, Vol 55, 985-989, (1994).

[Hirt-9]: Hirth J.P., Pond R.C., “*Steps Dislocations and Disconnections as Interface Defects Relating to Structure and Phase Transformations*”, **Acta Materialia**, Vol 44, 4749-4763, (1996).

[Hock-71]: Hockey B.J., “*Plastic Deformation of Aluminum Oxide by Indentation and Abrasion*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 54, 223-231, (1971).

[Hock-83]: Hockey B.J., “*Crack Healing in Brittle Materials*, Fracture Mechanics in Ceramics”, Edited by Bradt R.C., Evans A.G., Hasselman D.P.H., and Lange F.F., Plenum, **New York**, Vol 6, 637-658, (1983).

[Hofm-94]: Hofmann D., Finnis M.W., “*Theoretical and Experimental Analysis of Near $\Sigma 3(211)$ Boundaries in Silver*”, **Acta Metallurgica et Materialia**, Vol 42, 3555-3567, (1994).

[Hu-02]: Hu R., Chang S. C., Chen F. R., Kai J. J., “*HRTEM investigation of the multiplicity of $\Sigma=9[0\bar{1}1] / (122)$ symmetric tilt grain boundary in Cu*”, **Materials Chemistry and Physics**, Vol 74 (3), 313-319, (2002).

[Ikuh-03]: Ikuhara Y., Nishimura H., Nakamura A., Matsunaga K., Yamamoto T., “*Dislocation structures of low-angle and near- $\Sigma 3$ grain boundaries in alumina bicrystals*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 8, 595-602, (2003).

[Khal-88]: Khalfallah O., “*Interaction Dislocations de Matrice-Joint de Grains dans le Fer : Influence des Paramètres Cristallographiques et de l’Anisotropie du Métal*”, Thèse de Doctorat d’état, **ORSAY**, (1988).

[Klas-42]: Klassen N., “*Plastic Deformation of Crystals of Synthetic Corundum*”, **Technical Physics (USSR)**, Vol 12, 519-551, (1942).

[Kron-57]: Kronberg M.L., “*Plastic Deformation of Single Crystals of Sapphire: Basal Slip and Twinning*”, **Acta Materialia**, Vol 5, 507-524, (1957).

[Lart-88]: Lartigue S., Priester L., “*Influence of Doping Elements on the Grain Boundary Characteristics in Alumina*”, **Journal de Physique**, Vol 49, C5-451-C5-456, (1988).

[Lart-88]: Lartigue S., Priester L., “*Grain Boundaries in Fine-Grained Magnesium-Doped Aluminas*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 71 (6), 430-437, (1988).

[Lart-93]: Lartigue-Korinek S., Priester L., Dupau F., Carry C., “*Dislocation Activity and Differences Between Tensile and Compressive Creep of Yttria Doped Alumina*”, **Materials Science and Engineering**, Vol 164, 211-215, (1993).

[Lart-94]: Lartigue-Korinek S., Dupau F., “*Grain Boundary Behavior in Superplastic Mg-Doped Alumina with Yttria Codoping*”, **Acta Metallurgica et Materialia**, Vol 42 (1), 293-302, (1994).

[Lart-99]: Lartigue-Korinek S., Hgège S., “*Near Coincidence Grain Boundary in Alumina*”, **Materials Science Forum**, Vol 294-296, 281-284, (1999).

[Lart-02]: Lartigue-Korinek S., Carry C., Priester L., “*Multiscale Aspects of the Influence of Yttrium on Microstructure, Sintering and Creep of Alumina*”, **Journal of European Ceramic Society**, Vol 22, 1525-1541, (2002).

[Lart-06]: Lartigue-Korinek S., Legros c., Carry C., Herbst F., “*Titanium Effect on Phase Transformation and Sintering Behavior of Transition Alumina*”, **Journal of the European Ceramic Society**, Vol 26 (12), 2219–2230, (2006).

[Lart-08]: Lartigue-Korinek S., Liagege S., Kisielowski C., Serra A., “*Disconnection Arrays in a Rhombohedral twin ina-alumina*”, **Philosophical Magazine**, Vol 88, 1569–1579, (2008).

[Lart-11]: Lartigue-Korinek S., Bouchet D., Bleloch A., Colliex C., “*HAADF Study of the Relationship Between Intergranular Defect Structure and Yttrium Segregation in an Alumina Grain Boundary*”, **Acta Materialia**, Vol 59, 3519-3527, (2011).

[Lage-89]: Lagerlöf K. P. D., Mitchell T. E., Heuer A. H., “*Lattice Diffusion Kinetics in Undoped and Impurity-Doped Sapphire (α -Al₂O₃): a Dislocation Loop Annealing Study*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 72, 2159–2171, (1989).

[Lage-94]: Lagerlöf K.P.D., Heuer A.H., Castaing J., Rivière J.P. Mitchell T.E., “*Slip and Twinning in Sapphire (α -Al₂O₃)*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 77, 385-397,(1994).

[Lega-94]: Le Gall M., Lesage B., Bernardini J., “*Self-diffusion in α -Al₂O₃. I. Aluminum Diffusion in Single Crystals*”, **Philosophical Magazine**, Vol 70, 761-773, (1994).

[Lega-95]: Le Gall M., Huntz A.M., Lesage B., MontyC., Bernardini J., “*Self-diffusion in α -Al₂O₃ and Growth Rate of Alumina Scales Formed by Oxidation: Effect of Y₂O₃ Doping*”, **Journal of Materials Science**, Vol 30 (1), 201–211, (1995).

[Lega-96]: Le Gall M. Huntz A.M., Lesage B., Monty C., “*Self-Diffusion in α -Al₂O₃ III Oxygen Diffusion in Single Crystals Doped with Y₂O₃*”, **Philosophical Magazine**, Vol 73, 919–934, (1996).

[Li-84]: Li C.W., Kingery D.B., “*Solute Segregation at Grain Boundaries in Polycrystalline Al₂O₃*”, Edited by Kingery W.D., American Ceramic Society, **Columbus OH**, Vol 10, 368-378, (1984).

[Lojk-77]: Lojkowski W., Kirchner H.O.K., Grabski M.W., “*Spreading of Grain Boundary Dislocations*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 11, 1127-1129, (1977).

[Lojk-81]: Lojkowski W., Grabski M.W., “*In Deformation of Polycrystals: Mechanisms and Microstructures*”, Hasen N., Horswell A., Leffers T., Lilholt H.(eds), RisoNat.Lab., **Rolskide, Denmark**, 329-334, (1981).

[Mari-00]: Marinopoulos A.G., Elsasser C., “*Density-functional and shell-model calculations of the energetics of basal-plane stacking faults in sapphire*”, **Philosophical Magazine Letters**, Vol 81 (5), 329-338, (2000).

[Mats-03]: Matsunaga K., Nishimura H., Saito T., Yamamoto T., Ikuhara Y., “*High-resolution transmission electron microscopy and computational analyses of atomic structures of [0001] symmetric tilt grain boundaries of Al₂O₃ with equivalent grain-boundary planes*”, **Philosophical Magazine**, Vol 83, 4071–4082, (2003).

[McCu-86]: McCune R.C., Donlon W.T., Ku R.C., “*Yttrium Segregation and YAG Precipitation at Surface of Yttrium Doped Al₂O₃*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 69(8), 196-199, (1986).

[Medl-01]: Medlin D.L., Foiles S.M., Cohen D., “*A dislocation-Based Description of Grain Boundary Dissociation: Application to a 90 degrees <110> Tilt Boundary in Gold*”, **Acta Materialia**, Vol 49, 3689-3697, (2001).

[Moul-02]: Moulahem S., “*Interaction Elastique Dislocation-Joint de Grains dans des Materiaux Anisotropes de Structures Hexagonale*”, Mémoire de Magister Université de Mentouri **Constantine**, (2002).

[Moya-97]: Moya E.G., Moya F., Juvé D., Grattepain C., “*Impurity Diffusion in Single Crystal Aluminium Oxide*”, **Defect and Diffusion Forum**, Vol 143-147, 1207-1212, (1997).

[Moya-98]: Moya E.G., Moya F., Lesage B., Loudjani M.K., Grattepain C., “*Yttrium Diffusion in Alpha-Alumina Single Crystal*”, **Journal of European Ceramic Society**, Vol 18(6), 591-594, (1998).

[Myku-79]: Mykura H., “A checklist of Cubic Coincidence Site Lattice Relations in Grains Boundary: Structure and Kinetics”, Published by Metals Park **Ohio** Acta ASM, 445-456, (1979).

[Naka-07]: Nakagawa T., Sakaguchi I., Shibata N., Matsunaga K., Mizoguchi T., Yamamoto T., “Yttrium Doping Effect on Oxygen Grain Boundary Diffusion in Al_2O_3 ”, **Acta Materialia**, Vol 55, 6627-6633, (2007).

[Naka-09]: Nakamura A., Tochigi E., Shibata N., Yamamoto T., Ikuhara Y., “Structure and Configuration of Boundary Dislocations on Low Angle Tilt Grain Boundaries in Alumina”, **Materials Transactions**, Vol 50(5), 1008–1014, (2009).

[Nann-76]: Nanni P., Stoddart C. T. H., Hondros E. D., “Grain Boundary Segregation and Sintering in Alumina”, **Materials Chemistry**, Vol 1, 297–320, (1976).

[Naza-90]: Nazarov A.A., Romanov A.E., Valiev R.Z., “Incorporation Model for the Spreading of Extrinsic Grain Boundary Dislocation”, **Scripta Metallurgica**, Vol 24, 1929-1934, (1990).

[Naza-93]: Nazarov A.A., Romanov A.E., Valiev R.Z., “On the Structure, Stress Fields and Energy of non-Equilibrium Grain Boundaries”, **Acta Metallurgica et Materialia**, Vol 41, 1033-1040, (1993).

[Naza-00]: Nazarov A.A., “Internal Stress Effect on the Grain Boundary Diffusion in Sub microcrystalline Metal”, **Philosophical Magazine Letters**, Vol 80(4), 221-227, (2000).

[Nish-03]: Nishimura H., Matsunaga K., Saito T., Yamamoto T., Ikuhara Y., “Atomic Structures and Energies of $\Sigma 7$ Symmetrical Tilt Grain Boundaries in Alumina Bicrystals”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 86 (4), 574-580, (2003).

[Oba-04]: Oba F., Ohtz H., Sato Y., Hosono H., Yamamoto T., Ikuhara Y., “Atomic structure of [0001]-Tilt Grain Boundaries in ZnO: a High-Resolution TEM Study of Fiber-Textured Thin Films”, **Physic Review B**, Vol 70 (12), 125415-125421, (2004).

[Pala-62]: Paladino A.E., Kingery W.D., “Aluminum Ion Diffusion in Aluminum Oxide”, **Journal of Chemical Physics**, Vol 37, 957-962, (1962).

[Pere-92]: Perevezentsev V.N., Rybin V.V., Chuvil'deev V.N., “*The Theory of Structural Superplasticity- I. The Physical Nature of The Superplasticity Phenomenon*”, **Acta Metallurgica**, Vol 40(5), 887-1111, (1992).

[Plet-74]: Pletka B.J., Mitchell T.E., Heuer A.H., “*Dislocation Structures in Sapphire Deformed by Basal Slip*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 57, 388-393, (1974).

[Plet-77]: Pletka B.J., Heuer A.H., Mitchell T.E., “*Work-Hardening in Sapphire*”, **Acta Materialia**, Vol 25, 25-33, (1977).

[Plet-82]: Pletka B.J., Mitchell T.E., Heuer A.H., “*Dislocation Substructures in Doped Sapphire (α -Al₂O₃) Deformed by Basal Slip, (α -Al₂O₃)*”, **Acta Materialia**, Vol 30, 147-156, (1982).

[Polc-98]: Polcarova M., Gemperlova J., Bradier J., Jacques A., George A., Priester L., “*In-Situ Observation of Plastic Deformation of Fe-Si Bicrystals by White-Beam Synchrotron Radiation Topography*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 78(1), 105-130.

[Pond-78]: Pond R.C., Smith D.A., Vitek V., “*A Model for Grain Boundary Structure Based on Random Close Packing*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 12(8), 699-702, (1978).

[Pond-79]: Pond R.C., Bollmann W., “*The Symmetry and Interfacial Structure of Bicrystal*”, **Philosophical Transactions of the Royal Society of London A**, Vol 292, 449-472, (1979).

[Pond-79]: Pond R.C., Smith D.A., Vitek V., “*Computer Simulation of <110> Tilt Boundaries: Structure and Symmetry*”, **Acta Metallurgica**, Vol 27(2), 235-241, (1979).

[Pond-86]: Pond R.C., Clark W.A.T., Wagoner R.H., “*On the Crystallography of Slip Transmission in Hexagonal Metals*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 20, 1291-1295, (1986).

[Pond-87]: Pond R.C., McAuley N.A., Serra A., Clark W.A.T., “*Transformation Matrices for Hexagonal and Trigonal Crystals*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 21, 197-202, (1987).

[Pond-89]: Pond R.C., “*In Dislocations in Solids*”, Edited by Nabarro F.R.N., **Elsevier, Amsterdam**, Vol 8, Chapter 3, 1-66, (1989).

[Poul-00]: Poulat S., Thibault J., Priester L., “*HRTEM Studies of the Structures and the Defects of Exact and Near $\Sigma=11\{332\}$ Tilt Grain Boundaries in Ni*”, **Interface Science**, Vol 8(1), 5-15, (200).

[Prie-06]: Priester L., “*Les joints de Grains de la Théorie à l’Ingénierie*”, **EDP sciences, France**, (2006).

[Prie-11]: Priester L., “*Grain Boundaries and Crystalline Plasticity*”, **John Wiley & Sons, Inc. NJ, USA**, (2011).

[Prot-96]: Prot D., Monty C., “*self-Diffusion in α -Al₂O₃.II. Oxygen Diffusion In Undoped Single Crystals*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 73(4), 899-917, (1996).

[Prot-96]: Prot D., Le Gall M., Lesage B., Huntz A. M., Monty C., “*Self-Diffusion in α -Al₂O₃. IV. Oxygen Grain-Boundary Self-Diffusion in Undoped and Yttria-Doped Alumina Polycrystals*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 73, 935–949, (1996).

[Raj-71]: Raj R., Ashby M.F., “*On Grain Boundary Sliding and Diffusional Creep*”, **Metallurgical Transactions**, Vol 2(4), 1113–1127, (1971).

[Rani-04]: Rani D.A., Yoshizawa Y., Hirao K., Yamauchi Y., “*Effect of Rare-Earth Dopants on Mechanical Properties of Alumina*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 87, 289-292, (2004).

[Read-50]: Read W.T., Shockley W., “*Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries*”, **Physical Review**, Vol 78, 275-289, (1950).

[Reed-80]: Reed D.J., Wuensch B.J., “*Ion-Probe Measurement of Oxygen Self-Diffusion in Single Crystal Al₂O₃*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 63, 88-92, (1980).

[Redd-82]: Reddy K.P.R., Cooper A.R., “*Oxygen Diffusion in Sapphire*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 65(12), 634-638, (1982).

[Ritt-96]: Rittner J.D., Seidman D.N., “*Limitation of the Structural Unit Model*”, **Materials Science Forum**, 333-336, (1996).

[Ritt-96]: Rittner J.D., Seidman D.N., “<110>Symmetric Tilt Grains Boundary Structures in FCC Metals With Low Stacking-Fault Energies”, **Physical Review B**, Vol 54, 6999-7015, (1996).

[Rodr-08]: Rodriguez C.M., Castaing J., Munoz A., Veyssi re P., Rodriguez D. A., “Analysis of a Kink Pair Model Applied to a Peierls Mechanism in Basal and Prism Plane Slips in Sapphire (α -Al₂O₃) Deformed Between 200° and 1800°C”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 91, 1612-1617, (2008).

[Saad-93]: Saada G., Bouchaud E., “Dislocation Walls”, **Acta Metallurgica et Materialia**, Vol 41(7), 2173-2178, (1993).

[Schm-98]: Schmidt C., Finnis M. W., Ernst F., Vitek V., ”Theoretical and Experimental Investigations of Structures and Energies of $\Sigma = 3$, [112] Tilt Grain Boundaries in Copper”, **Philosophical Magazine A**, Vol 77(5), 1161-1184, (1998).

[Scot-75]: Scott W.D, “Deformation of ceramic materials”, **Edition R.C. Bradt and R.E. Tressler, Plenum, New York**, 151-166, (1975).

[Shan-7]: Shannon R., “Revised Effective Ionic and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides”, **Acta Crystallographica A**, Vol 32, 751-77, (197).

[Shwa-85]: Shwartz D., Vitek V., Sutton A.P., “Atomic Structure of (001) Twist Boundaries in F.C.C Metals Structural Unit Model”, **Philosophical Magazine A**, Vol 51, 499-520, (1985).

[Snow-73]: Snow J.P., Heuer A.H., “Slip Systems in Aluminum Oxide (Al₂O₃)”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 56(3), 153-157, (1973).

[Stue-10]: Stuer M., Zhao Z., Aschauer U., Bowen P., “Transparent Polycrystalline Alumina Using Spark Plasma Sintering : Effect of Mg, Y and La doping”, **Journal of the European Ceramic Society**, Vol 30 (6), 1335-1343, (2010).

[Sutt-83-a]: Sutton, A.P., Vitek V., “On the Structure of Tilt Grain Boundaries in Cubic metals. I: Symmetrical Tilt Boundaries”, **Philosophical Transaction of the Royal Society of London A**, Vol 309, 1-36, (1983).

[Sutt-83-b]: Sutton, A.P., Vitek V., “*On the Structure of Tilt Grain Boundaries in Cubic metals. II: Asymmetrical Tilt Boundaries*”, **Philosophical Transaction of the Royal Society of London A**, Vol 309, 37-54, (1983).

[Sutt-83-c]: Sutton, A.P., Vitek V., “*On the Structure of Tilt Grain Boundaries in Cubic metals. III: Generalizations of the Structural Study and Implications for the Properties of Grain Boundaries*”, **Philosophical Transaction of the Royal Society of London A**, Vol 309, 55-68, (1983).

[Sutt-89]: Sutton A.P., “*On the Structural Unit Model of Grain Boundary Structure*”, **Philosophical magazine Letters**. Vol 59, 53-59,(1989).

[Sutt-95]: Sutton A.P., Balluffi R.W., “*Interfaces in Crystalline Materials*”, **Oxford University Press, New York**, (1995).

[Swia-95]: Swiatnicki W., Lartigue-Korinek S., Laval J.Y., “*Grain Boundary Structure and Intergranular Segregation in Al_2O_3* ”, **Acta Metallurgica**, Vol 43, 795-805, (1995).

[Tert-49]: Tertsch H., “*Die Festigkeitserscheinungen Der Kristalle*”, **EditionSpringer Verlag, Vienna**, (1949).

[Thom-97]: Thomposon A.M., Sonic K.K., Chan H.M., Harmer M.P., William D., Chabala J., Levis-Setti R., “*Dopant Distribution in Rare-Earth-Doped Alumina*”, **Journal Of the American Ceramic Society**, Vol 80(2), 373-376, (1997).

[Thib-90]: Thibault J., Putaux J.L., Jacques A., George A., Elkajbaji M., “*Plasticity of Silicon Bicrystal: a HREM Study*”, **Microscopy Microanalysis Microstructures**, Vol 1, 395-404 (1990).

[Toch-12]: Tochigi E., Kezuka Y., Shibata N., Nakamura A., Ikuhara Y., “*Structure of Screw Dislocations in a (0001)/[0001] Low-Angle Twist Grain Boundary of Alumina (α - Al_2O_3)*”, **Acta Materialia**. Vol 60, 1293-1299, (2012).

[Toch-15]: Tochigi E., Nakamura A., Mizoguchi T., Shibata N., Ikuhara Y., “*Dissociation of the $1/3\langle\bar{1}101\rangle$ dislocation and formation of the anion stacking fault on the basal plane in α - Al_2O_3* ”, **Acta Materialia**, Vol 91, 152–161, (2015).

[Toch-16]: Tochigi E., Findlay S.D., Okunishi E., Mizoguchi T., Nakamura A., Shibata N., Ikuhara Y., “*Atomic structure characterization of stacking faults on the 1100 plane in α -alumina by capping transmission electron microscopy*”, **AIP Conf. Proc.** 1763-1770, (2016).

[Toch-18(a)]: Tochigi E., Mizoguchi T., Okunishi E., Nakamura A., Shibata N., Ikuhara Y., “*Dissociation reaction of the $1/3\langle\bar{1}101\rangle$ edge dislocation in α -Al₂O₃*”. **Journal of Materials Science**, in press, (2018).

[Toch-18(b)]: Tochigi E., Nakamura A., Shibata N., Ikuhara Y., “*Dislocation Structures in Low-Angle Grain Boundaries of α -Al₂O₃*”, **Crystals**, Vol 8(3), 1-14, (2018).

[Vali-83]: Valiev R.Z., Gertsman V., Kaibyshev O.A., “*Non-Equilibrium State and Recovery of Grain Boundary Structure. II. Energetic Analysis*”, **Physica Status solidi (a)**, Vol 78(1), 177-186, (1983).

[Veit-21]: Veit K., “*Artificial Deformation and Transposition in Sapphire*”, **Neues Jahrb. Min. Biol.-Bd.**, Vol 45, 121-148, (1921).

[Wada-80]: Wada K., Hoshikawa K., “*Growth and Characterization of Sapphire Ribbon Crystals*”, **Journal of Crystal Growth**, Vol 50, 151-9, (1980).

[Wang-99]: Wang C.M., Cargill G.S., Harmer M.P., Chan H.M., Cho J., “*Atomic Structural Environment of Grain Boundary Segregated Y and Zr in Creep Resistant Alumina from EXAFS*”, **Acta Materialia**, Vol 47(12), 3411-3422, (1999).

[Wata-98]: Watanabe T., Ikuhara Y., Sakuma T., “*Evaluation of atomic grain boundary structure in alumina by molecular orbital method*”, **Journal of the Ceramic Society of Japan**, Vol 106(9), 888-892, (1998).

[Wied-73]: Wiederhorn S.M., Hockey B.J., Robert D.E., “*Effect of Temperature on the Fracture of Sapphire*”, **Philosophical Magazine**, Vol 28, 783-796, (1973).

[Warri-74]: Warrington D.H., Grimmer H., “*Dislocation Burgers Vectors for Cubic Metal Grain boundaries*”, **Philosophical Magazine**, Vol 30, 461-468, (1974).

[Yosh-97]: Yoshida H., Okada K., Ikuhara Y., Sakuma T., “*Improvement of High Temperature Creep Resistance in Fine-Grained Al₂O₃ by Zr⁴⁺ Segregation in Grain Boundaries*”, **Philosophical Magazine Letters**, Vol 76(1), 9-14, (1997).

[Yosh-01]: Yoshida H., Ikuhara Y., Sakuma T., “*Vacancy Effect of Dopant Cation on the High-Temperature Creep Resistance in Polycrystalline Al₂O₃*”, **Materials Science and Engineering A**, vol 319-321, 743-848, (2001).

[Yosh-02-a]: Yoshida H., Ikuhara Y., Sakuma T., “*Grain Boundary Electronic Structure Related to the High Temperature Creep Resistance in Polycrystalline Al₂O₃*”, **Acta Materialia**, Vol 50(11), 2955-2966, (2002).

[Yosh-02-b]: Yoshida H., Yamamoto T., Ikuhara Y., Sakuma T., “*A Change in the Chemical Bonding Strength and High-Temperature Creep Resistance in Al₂O₃ With Lanthanoid Oxide Doping*”, **Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties**, Vol 82(3), 511-525, (2002).

Chapitre 2 : Elaboration des échantillons et techniques expérimentales

Chapitre 2 : Elaboration des échantillons et techniques expérimentales

Ce chapitre comprend deux parties.

Les méthodes d'études microstructurales sont abordées dans la première partie. Elles concernent la méthode de diffraction des Rayons X, et les techniques de microscopie électronique en transmission, outil d'analyse principal de l'étude.

La seconde partie, présente la mise en œuvre des expériences de fluage.

Un bref rappel du principe des méthodes et du fonctionnement des appareils précède l'exposé des différentes techniques.

La méthode de préparation des bicristaux élaborés à l'institut cristallographique de Moscou (Russie) est résumée en introduction à ce chapitre.

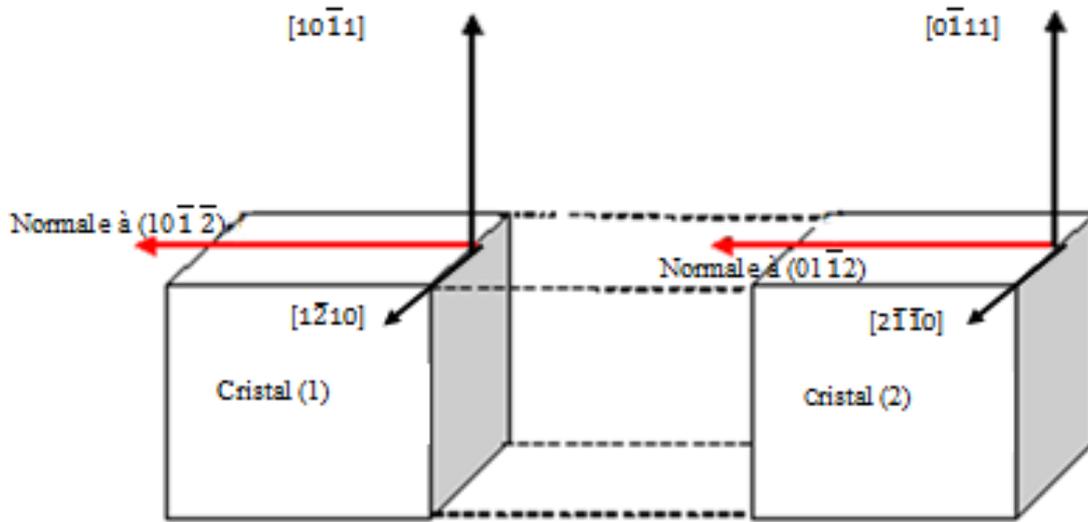
2.1 Elaboration des bicristaux d'alumine

Les bicristaux étudiés sont fabriqués en Russie (Institute of Crystallography, Russian Academy of Sciences, Moscow et Institut de Physique du Solide à Chernogolovka, Russie) par la méthode de soudage diffusion [Step-82]. La méthode consiste à découper des monocristaux d'orientation définie en deux parties. Le plan de la découpe est parallèle à l'orientation du plan du joint, cette orientation est ajustée le plus précisément possible par diffraction des rayons X en utilisant la méthode de Laue. La surface de la découpe est polie mécaniquement et chimiquement et la conservation de l'orientation des plans de découpe fait l'objet d'une attention particulière, elle est vérifiée à nouveau après le polissage final. Pour les bicristaux dopés, le dopant est déposé par évaporation. Les parties coupées sont finalement tournées de 180° autour de la normale au plan du joint, et soudées par la méthode de fusion de zone par faisceaux d'électrons sous une contrainte de 50 MPa à 1400°C pendant 1 heure [Gleb-94].

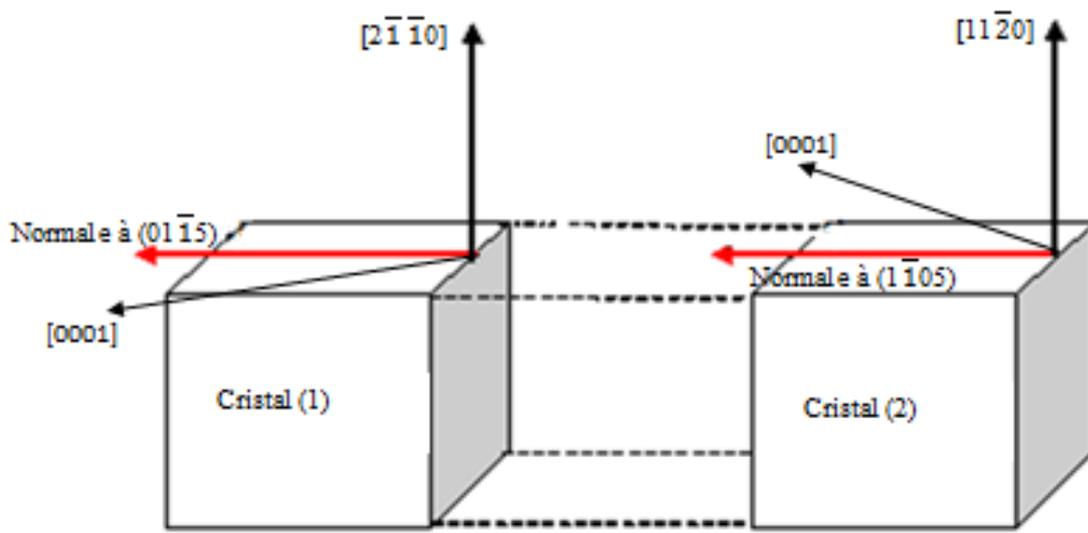
Deux types de bicristaux ont été fabriqués : leurs relations d'orientation sont différentes mais sont caractérisées par un même indice de coïncidence approchée $\Sigma 7$, les plans du joint correspondent aux plans de macles :

$\Sigma 7_1 85.9^\circ \langle 02\bar{2}1 \rangle$ avec un plan de joint de macle rhomboédrique $\{01\bar{1}2\}$ (figure 2-1(a)). Ils sont dopés au magnésium ou à l'yttrium. Ils seront appelés $\Sigma 7\text{Mg}$ et $\Sigma 7\text{Y}$ dans la suite du mémoire.

$\Sigma 7_1 85.9^\circ \langle 20\bar{2}1 \rangle$ avec un plan de joint $\{01\bar{1}5\}$ (figure 2-1(b)), ils sont non dopés ou dopés au lanthane. Ils sont considérés comme "généraux" car leur structure est moins ordonnée que celle de la macle rhomboédrique et sont appelés $\Sigma 7\text{G}$ et $\Sigma 7\text{La}$.



(a)



(b)

Figure 2-1: Schéma de préparation des bicristaux d'alumine. **(a)** : Joint de grains en orientation de macle rhomboédrique, plan de macle $(01\bar{1}2)$, **(b)** : joint de grains de plan de macle $(1\bar{1}05)$.

2.2 Méthodes d'analyses microstructurales

2.2.1 Diffraction des RX, méthode de Laue:

La méthode de Laue permet de déterminer l'orientation et la symétrie d'un monocristal. Elle est utilisée afin de vérifier la relation d'orientation des bicristaux et de déterminer l'orientation de chacune des faces.

Le cristal est fixe, le rayonnement utilisé est polychromatique, il est produit par une anticathode formée d'un élément lourd excité par une tension d'accélération inférieure à la tension d'excitation de la raie K de l'élément, mais la plus proche possible de cette valeur. Le montage par transmission est utilisé (figure2-2).

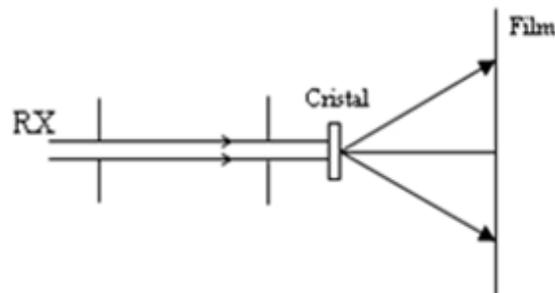


Figure 2-2: Schéma du montage de Laue par transmission

Toutes les longueurs d'onde du faisceau incident qui satisfont la loi de Bragg pour l'une des familles de plans du cristal vont donner lieu à une tache sur le diagramme de Laue (figure 2-3). L'indexation des diagrammes s'effectue en utilisant l'abaque de GRENINGER

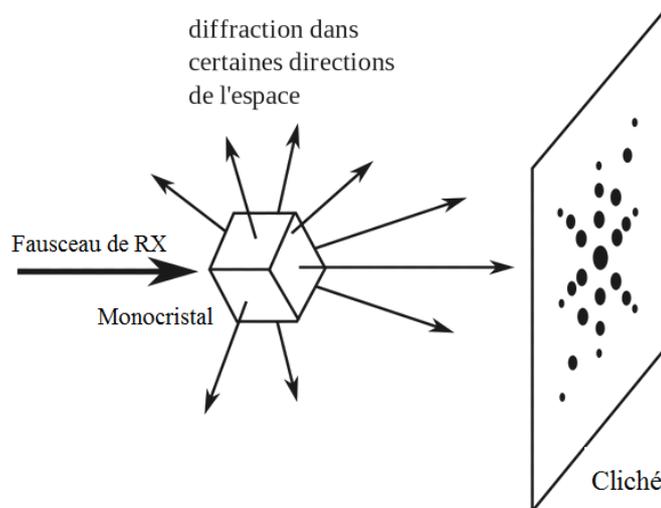


Figure 2-3 : Schéma de principe du Laue et obtention des clichés

Les diagrammes de diffraction de Laue pour le bicristal d'alumine avec un plan de joint de macle rhomboédrique est donné comme exemple d'indexation (figure 2-4): en utilisant la projection stéréographique, la relation d'orientation $\{R, \theta\}$ $\{R$: axe de rotation, θ : angle de rotation $\}$ entre les deux cristaux est vérifiée. Par ailleurs on identifie les faces extérieures des bicristaux.

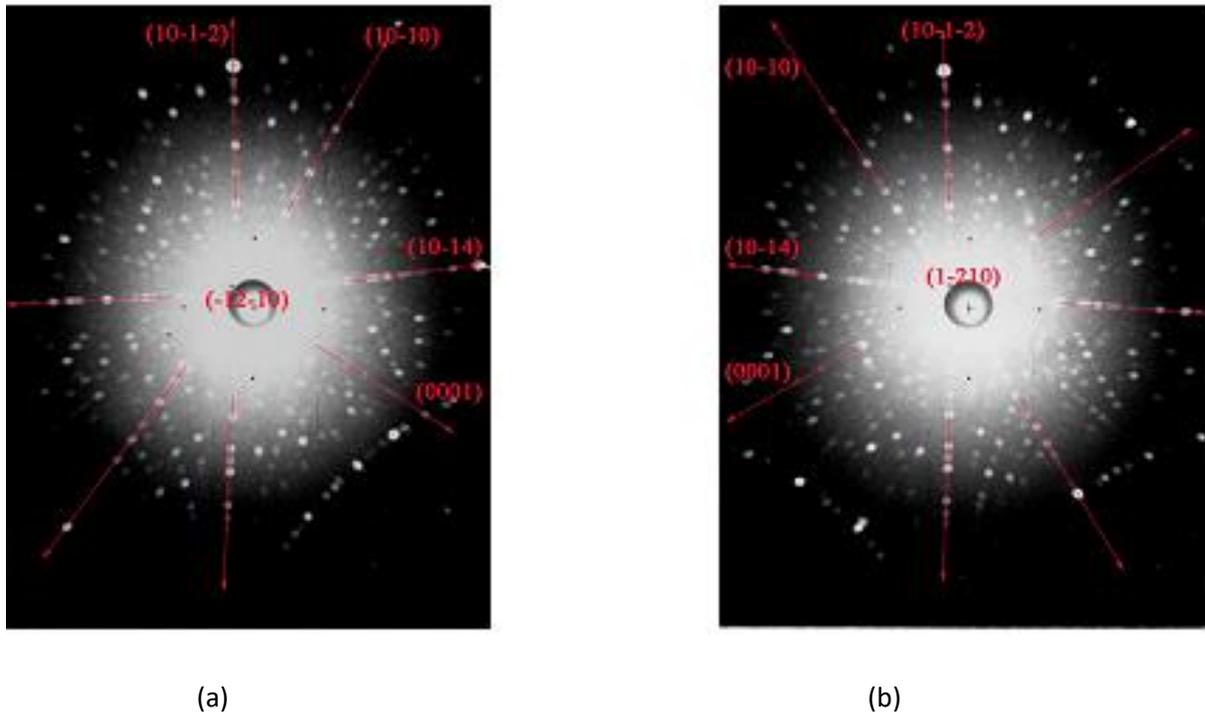


Figure 2-4: Clichés de Laue pour un bicristal d'alumine avec un plan de joint de macle rhomboédrique : a) Face $(\bar{1}2\bar{1}0)$, b) Face $(1\bar{2}10)$

2.2.2 Microscopie électronique en transmission

En microscopie électronique l'interaction électron-matière est très forte. De nombreuses informations peuvent être obtenues et analysées. Les principales informations que l'on collecte sont montrées de façon simplifiée sur la figure 2-5. On peut obtenir différents types d'informations selon le mode utilisé

- ❖ Caractéristiques structurales
 - Mode diffraction
 - Mode imagerie en microscopie conventionnelle (contraste d'amplitude)
 - Mode imagerie en microscopie à haute résolution (contraste de phase) (METHR)

- ❖ Caractéristiques chimiques
 - Spectroscopie des pertes d'énergie des électrons transmis (EELS pour Electron Energy Loss Spectroscopy)
 - Microanalyse X (EDX pour Energy Dispersive Spectroscopy)

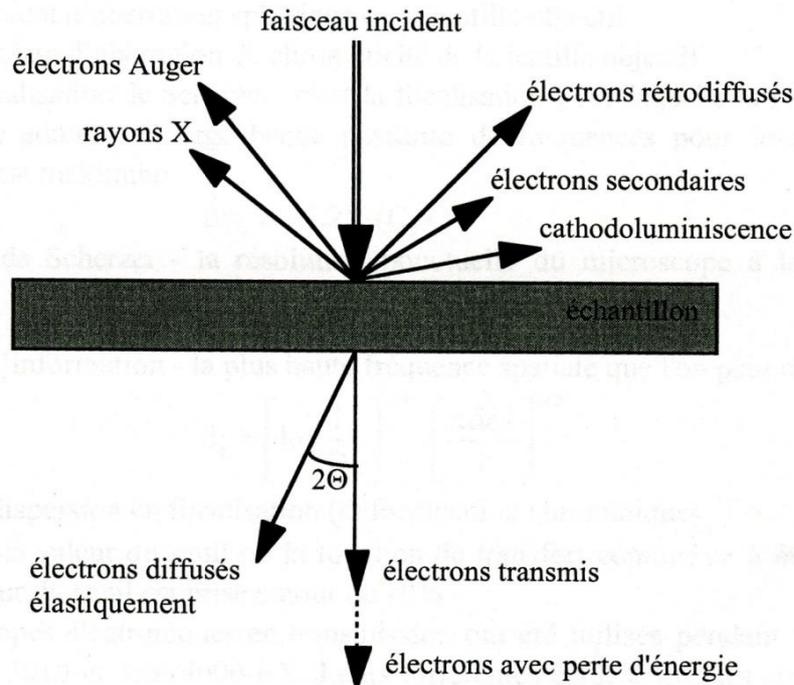


Figure 2-5: Schéma montrant les électrons et les ondes électromagnétiques émis par l'échantillon au cours des événements de diffusion élastique et inélastique.

En microscopie électronique en transmission conventionnelle, les variations d'amplitude d'un seul faisceau, transmis ou diffracté, sont utilisées pour la formation des images. En microscopie à haute résolution, l'image est formée par interférence des faisceaux diffractés ce qui signifie que la phase de ces faisceaux intervient et contribue principalement au contraste. La limite de résolution d'un microscope électronique en transmission ne dépend pas uniquement de la longueur d'onde des électrons. Dans le cas idéal, elle est de l'ordre de grandeur du picomètre. Dans le cas réel les aberrations dues aux lentilles magnétiques limitent la résolution à quelques centaines de picomètres. Certains microscopes permettent désormais, grâce à l'utilisation de correcteurs d'aberrations, d'atteindre une résolution spatiale voisine de 50 picomètres.

L'étude a été faite en microscopie électronique : conventionnelle, à haute résolution et analytique.

2.2.2.1 Microscopie électronique conventionnelle

Principe de la technique

La microscopie électronique conventionnelle permet de déterminer les paramètres géométriques macroscopiques des joints de grains et de leurs dislocations, et, dans certains cas, la translation rigide entre les deux grains et le vecteur de Burgers des dislocations intergranulaires.

a- Orientation relative des deux cristaux :

La relation d'orientation entre deux cristaux est maintenant déterminée par l'indexation automatique des clichés de diffraction. On présente ici une méthode utilisant la projection stéréographique qui permet d'obtenir cette relation avec une précision de l'ordre de 2 degrés.

- On oriente chaque cristal dans le référentiel du microscope. Par basculement on amène successivement trois plans réflecteurs, au moins, en position dite de "LAUE symétrique".
- On repère pour chaque plan l'angle de basculement τ_x et l'angle α de rotation entre le pôle du plan et l'axe de basculement (Figure 2-6).
- On reporte le pôle du plan repéré par τ_x et α sur une projection stéréographique dont le plan de projection est le plan du porte-objet et l'axe NS est l'axe de basculement (figure 2-7)
- On reporte les pôles homologues dans le second cristal. L'axe de rotation R est obtenu en déterminant un des axes de zone des trois plans bissecteurs des paires de plans homologues
- La projection stéréographique est complétée par la construction des pôles des principaux plans de symétrie du cristal.
- La trace d'un plan bissecteur de 2 plans contient les projections de leur axe de zone Z et de la bissectrice b, de leurs normales (figure 2-8).

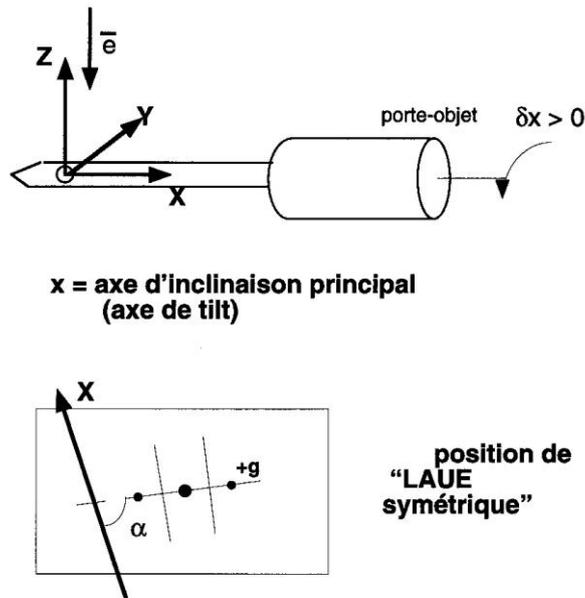


Figure 2-6 : Conventions de signe pour orienter un cristal dans le référentiel du microscope. Trois vecteurs de diffraction \mathbf{g} non coplanaires sont nécessaires pour orienter un cristal. On connaît l'angle δx (ou τx) dont il a fallu incliner l'objet pour amener le plan (hkl) parallèle au faisceau d'électrons. On mesure l'angle entre le vecteur \mathbf{g} (normale au plan) et la projection de l'axe de tilt dans le plan focal. On reporte les trois pôles sur la projection stéréographique, ce qui permet de construire le trièdre stéréographique standard pour le cristal.

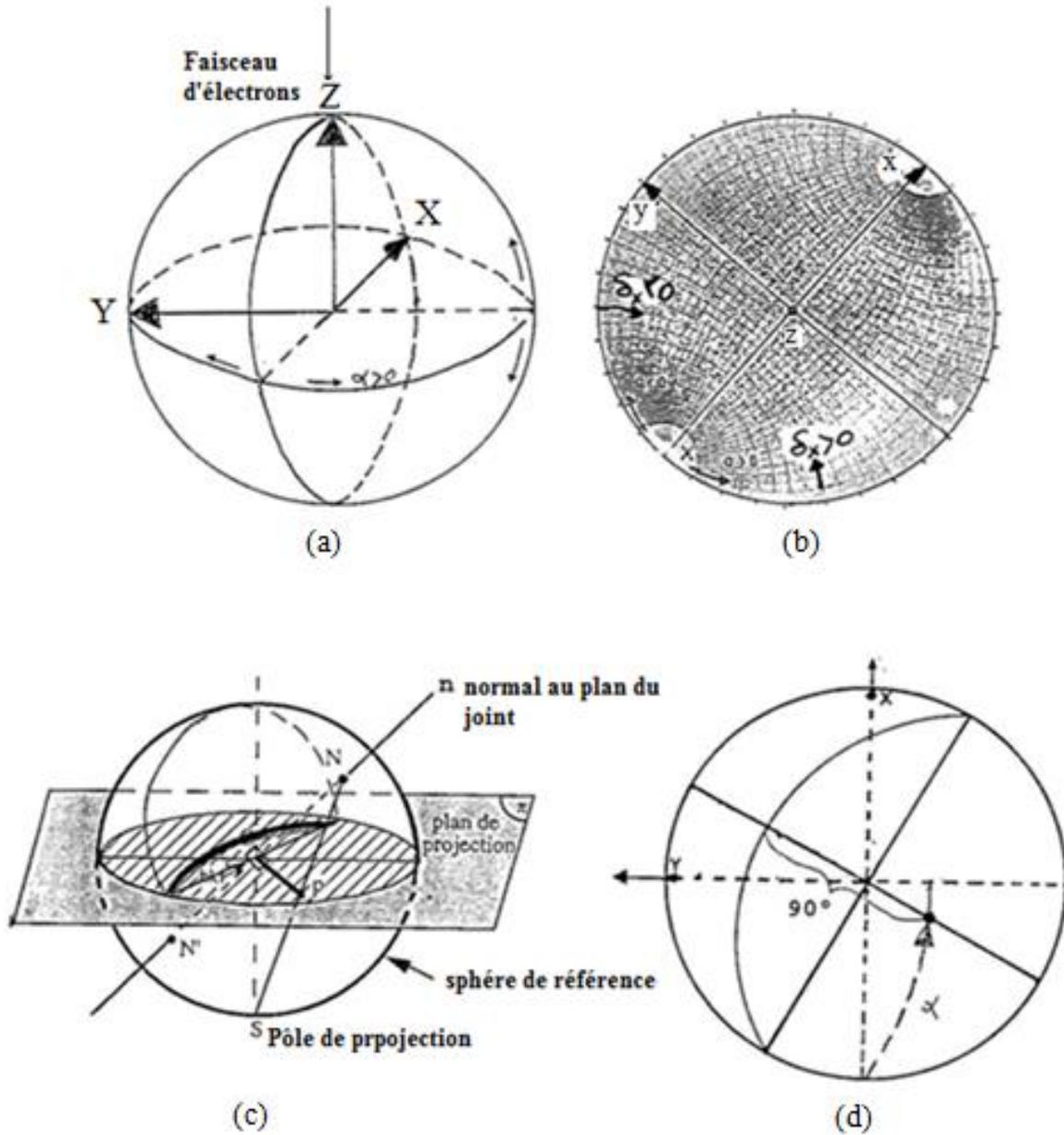


Figure 2-7: Projection stéréographique du cristal dans le référentiel du microscope. (a): Sphère de référence (b): Réseau de Wulff et convention de signe. (c): report d'un plan et de sa normale sur la projection stéréographique. (d): Le pôle d'un plan (vecteur g du réseau réciproque) est repéré par son angle α avec la projection de l'axe de basculement (X sur la PS) mesuré sur le méridien faisant l'angle δ_x avec la position initiale.

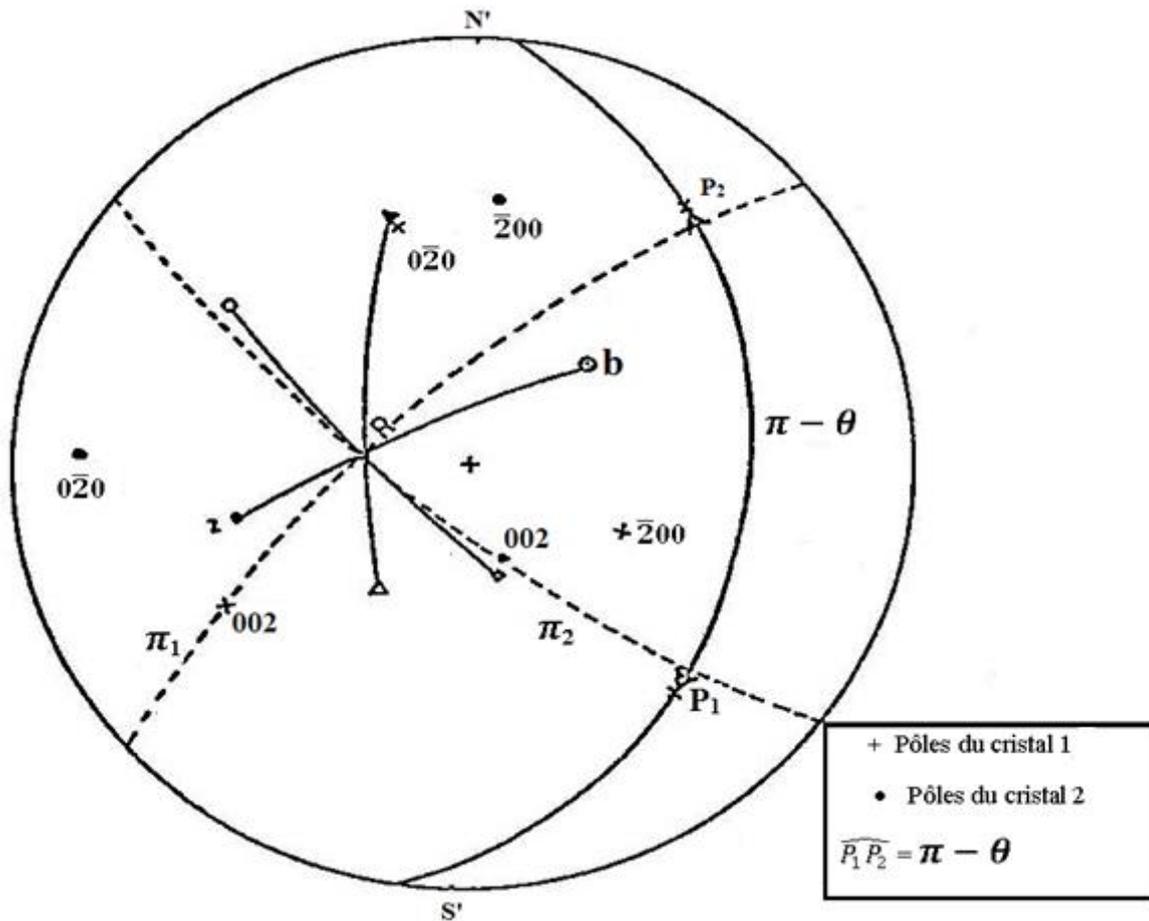


Figure 2-8: Détermination d'une relation d'orientation relative entre deux cristaux définie par un axe de rotation R et un angle de rotation θ

- L'arc zb est la trace du plan bissecteur du dièdre formé par les plans (200) des deux cristaux.
- L'axe de rotation R est obtenu à l'intersection de deux plans bissecteurs analogues au précédent.
- L'angle θ est mesuré entre les pôles P_1 et P_2 des plans homologues Π_1 et Π_2 ; Π_1 contient l'axe R et un pôle d'indices simples $(002)_1$, Π_2 contient l'axe R et le pôle de mêmes indices $(002)_2$

Une meilleure précision (0,1 degré) est obtenue par l'analyse des cartes de KIKUCHI. La méthode des faisceaux convergents à grand angle (LACBED) permet de porter la précision à mieux que 0,01 degrés. Si les bicristaux étudiés présentent plusieurs axes communs. L'axe et l'angle de la rotation de la déviation à l'orientation de coïncidence est obtenue avec une bonne précision en amenant en position proche de

l'axe optique deux axes de zone identiques du réseau réciproque des deux cristaux [Bary-90].

b- Caractérisation d'une dislocation de matrice

- **Ligne de la dislocation:** elle est déterminée à partir d'une projection stéréographique, avec une précision de $\pm 2^\circ$, en mesurant l'orientation des projections de la ligne pour au moins deux orientations du faisceau d'électrons. La direction de la ligne sur l'image appartient au plan de projection contenant le faisceau d'électrons. La ligne est donc située à l'interface des différents plans de projections.

- **Vecteur de Burgers de la dislocation:** le critère d'extinction est utilisable dans le cas d'une dislocation de matrice car l'alumine est quasiment isotrope élastiquement. Cependant le basculement de la platine goniométrique du microscope est limité à $\pm 30^\circ$ ce qui réduit le nombre de vecteurs de diffraction utilisables. La détermination du vecteur de Burgers est effectuée à partir de la méthode de Marukawa et Matsubara développée pour les dislocations de matrice et intergranulaires [Maru-79(a), Maru-79(b)]. Dans le cas d'une dislocation intergranulaire on cherche une orientation du bicristal telle que le premier cristal soit orienté en deux ondes et le deuxième non diffractant. Précisons que cette opération est délicate dans l'alumine du fait du nombre important de plans diffractants. La méthode permet de déterminer le signe du produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ en analysant le contraste de l'image de la dislocation. Le tableau 2-1 donne les relations entre le contraste de l'image de la dislocation près de la face supérieure de la lame et les signes des produits $\vec{g} \cdot \vec{b}$ et $\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u})$, u est la direction montante de la ligne de dislocation. La figure 2-9 montre les régions de la projection stéréographique qui peuvent contenir le vecteur de Burgers selon le signe de ces produits. L'analyse du contraste pour plusieurs vecteurs de diffraction permet de réduire le domaine angulaire contenant le vecteur de Burgers. On ne connaît cependant que la direction du vecteur pas son module. Dans le cas des dislocations du cristal, le nombre de vecteurs possibles est limité, il peut être en général déterminé sans ambiguïté. Il peut être confirmé par la direction de la ligne puisque les deux directions, ligne et vecteur de Burgers définissent le plan de glissement. Dans le cas des dislocations intergranulaires, le vecteur de Burgers

peut correspondre à une combinaison linéaire des vecteurs de translation du joint de grains. Si ceux ci sont très petits, plusieurs vecteurs de Burgers différents peuvent conduire à un contraste similaire. Une détermination non ambiguë du vecteur de Burgers nécessite une analyse par microscopie électronique à haute résolution.

Tableau 2-1 : Relation entre le contraste en champs clair d'une dislocation et les signes des produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ et $\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u})$ [Maru-79]. Pour une ligne de dislocation u orientée vers le haut de la lame, le contraste sur l'image est lu de gauche à droite.

Signe du produit	Contraste de la dislocation
$\vec{g} \cdot \vec{b} > 0$	Noir/Blanc (A)
$\vec{g} \cdot \vec{b} < 0$	Blanc/Noir (A*)
$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ et $\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u}) > 0$	Noir (S)
$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ et $\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u}) < 0$	Blanc

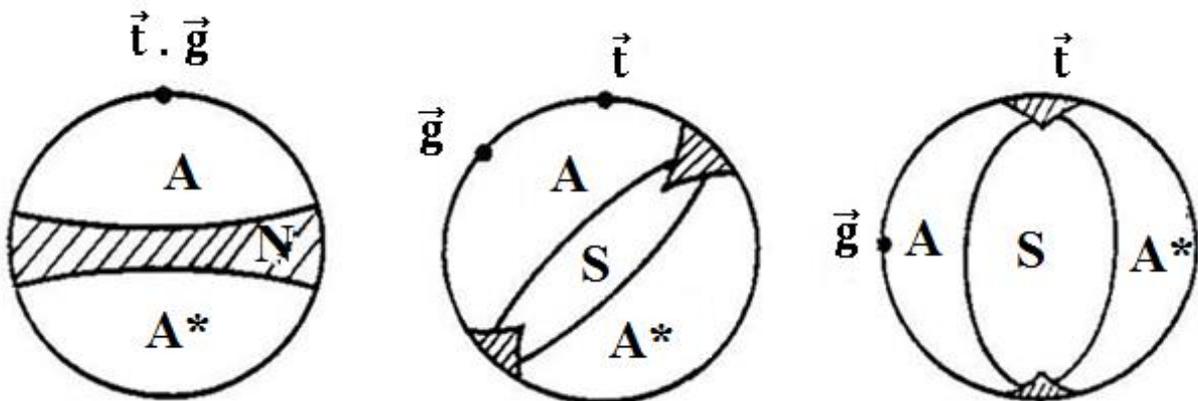


Figure 2-1 : Régions de la projection stéréographique qui peuvent contenir le vecteur de Burgers d'une dislocation. L'analyse du contraste pour différents vecteurs de diffraction g permet de localiser le vecteur de Burgers dans une petite région de la PS.

2.2.2.2 Microscopie électronique à haute résolution

L'image en haute résolution est obtenue par interférences entre faisceaux diffractés, figure 2-10.

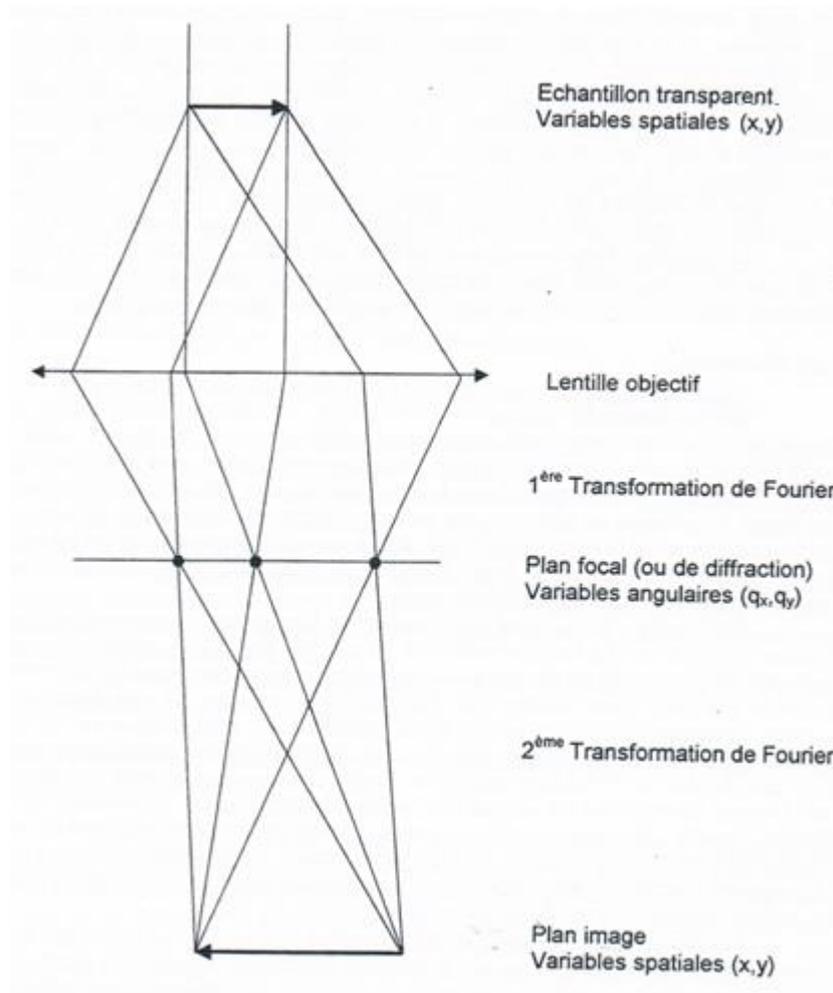
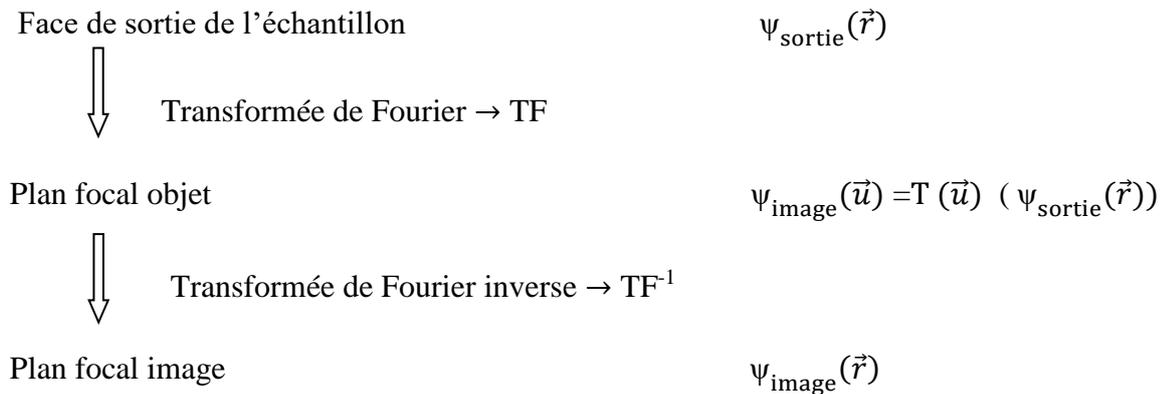


Figure 2-10: Schéma de principe pour la formation de l'image (théorie d'Abbe).

L'échantillon est orienté en position de Laue symétrique avec un axe de zone de faibles indices parallèle à l'axe optique du microscope. Seuls les faisceaux diffractés dont la fréquence est inférieure à une valeur limite, dépendant de la pièce polaire du microscope, sont utilisés pour la formation des images. Le problème majeur réside dans l'interprétation des images, car les points blancs sur l'image de haute résolution ne correspondent pas nécessairement aux colonnes atomiques. En effet la fonction d'onde à la sortie de l'échantillon est modifiée pour sa phase et son amplitude par le transfert

instrumental à travers la lentille objectif, qui n'est pas parfaite. L'imperfection de la lentille est caractérisée par un coefficient appelé C_s . Elle est prise en compte dans la fonction de transfert $T(\vec{u})$ du microscope. Le schéma théorique de la formation de l'image est le suivant [Epic-01] :



Où \vec{u} définit la fréquence spatiale dans l'espace réciproque c'est-à-dire l'inverse de la distance dans l'objet. La fonction de transfert $T(\vec{u})$ rend compte du déphasage et de l'atténuation de l'amplitude de $\Psi_s(\vec{r})$ introduits par le microscope. Elle peut être écrite, en première approximation sous la forme :

$$T(\vec{u}) = A(\vec{u}) \cdot E(\vec{u}) \cdot 2 \sin \chi(\vec{u})$$

$A(\vec{u})$ traduit l'effet du diaphragme objectif qui limite le nombre de faisceaux servant à la construction de l'image. La fonction enveloppe $E(\vec{u})$ rend compte de l'atténuation de l'onde due à l'incohérence spatiale produite par l'ouverture du faisceau et de l'effet de l'aberration chromatique. Le terme essentiel de la fonction de transfert est $\sin \chi(\vec{u})$

$\chi(\vec{u})$ s'exprime en fonction des caractéristiques du microscope

$$\chi(\vec{u}) = \pi \cdot \Delta f \cdot \lambda u^2 + \frac{1}{2} \cdot \pi \cdot C_s \cdot \lambda^4 \cdot u^3$$

$\sin \chi(\vec{u})$ présente des oscillations qui dépendent de la défocalisation Δf , ce qui signifie que les fréquences spatiales ne sont pas transférées de la même manière. Contrairement au contraste de diffraction pour lequel il existe une seule valeur de la

défocalisation (ou mise au point) qui donne une image correcte, en haute résolution on obtient une image de points pour une large gamme de défocalisations. Il existe cependant une valeur particulière de Δf pour laquelle le transfert est le même pour un domaine de fréquences, la défocalisation de Scherzer figure 2-11.

La résolution ponctuelle du microscope d_{RP} est donnée à la défocalisation de Scherzer Δf_{Sch} . Les expressions de Δf_{Sch} et d_{RP} sont les suivantes :

$$\Delta f_{Sch} = -1,25. (C_s \lambda)^{1/2} \qquad d_{RP} = 0,64. (C_s \lambda^3)^{1/4}$$

La défocalisation n'est pas connue précisément. Elle peut être évaluée avec une bonne précision si l'échantillon présente une phase amorphe en surface. En effet le diffractogramme de l'image en haute résolution d'un amorphe présente des anneaux dont le profil est proportionnel au carré de la fonction de transfert. Les extrêmes du carré sont définis pour $\chi(\vec{u}) = n\pi/2$ l'anneau est clair si n est impair et sombre si n est pair. En pratique, l'opérateur se met au zéro focus sur le bord de l'échantillon, et enregistre une série focale sur la zone d'intérêt encadrant la défocalisation de Scherzer.

L'image dépend aussi de l'épaisseur t de l'échantillon, qui n'est pas non plus connue précisément. La simulation des images est alors nécessaire pour corréler la position des colonnes atomiques et les points blanc sur l'image. Les simulations sont effectuées à l'aide du logiciel MACTEMPAS.[<http://www.totalresolution.com>]

Deux microscopes ont été utilisés :

Le Topcon ABT 002 (CNRS-Thiais), tension d'accélération de 200KV et C_s de 0,4mm. $\Delta f_{Sch} = -39$ nm, et la résolution ponctuelle d_{RP} est 1,85Å.

Le JEOL 2010FX (Ecole Supérieure de Physique et Chimie Industrielles de Paris, ESPCI-PARISTECH), tension d'accélération 200KV, C_s de 0,5mm, $\Delta f_{Sch} = -43$ nm, d_{RP} 1,9Å.

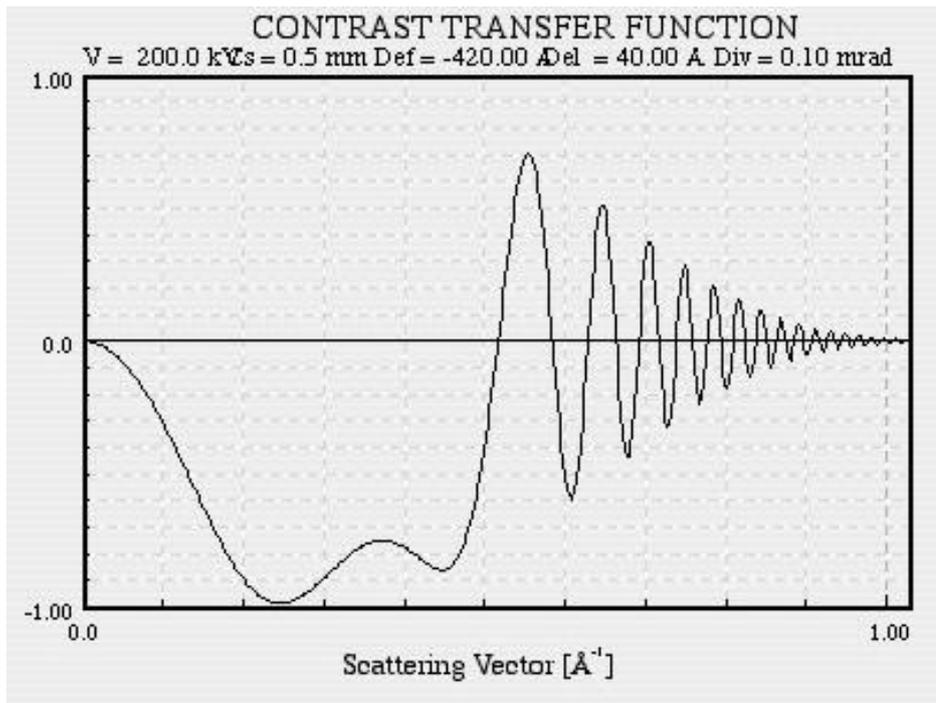


Figure 2-11: Fonction de transfert $T(\vec{u})$ du Topcon ABT 002 pour une défocalisation de -42nm, proche de la défocalisation de Scherzer égale à -39-43nm. Les fréquences inférieures à environ $0,5(\text{Å}^{-1})$ présentent un transfert similaire.

2.2.3 Microscopie électronique analytique

a- Spectrométrie Dispersive en Energie (EDX) :

En traversant l'échantillon, les électrons provoquent une ionisation des atomes qui, en se désexcitant, émettent des rayons X d'énergie caractéristique de la nature chimique de l'échantillon. Les analyses peuvent être quantifiées et des cartes de composition réalisées grâce notamment à une résolution spatiale de l'ordre du nanomètre.

b- Spectroscopie des Pertes d'Énergie des Electrons (ou EELS)

Cette technique consiste à analyser la perte d'énergie des électrons diffusés inélastiquement, caractéristiques de la composition et de la structure électronique et atomique de l'échantillon. La région de pertes d'énergie élevée donne des informations sur la composition élémentaire de l'échantillon. La structure fine du spectre donne les caractéristiques de la structure électronique et atomique du matériau, y compris pour les éléments légers ($Z < 20$).

2.2.4 Préparation des lames minces :

❖ Découpe et polissage

Des lames d'épaisseur comprise entre 400 et 200 μm avec des faces parallèles à $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ sont prélevées avec une micro tronçonneuse (Buehler Isomet Low Speed, USA). Les disques utilisés sont en cuivre, HSE Stand. 100/30 x 0.30 mm, ou diamantés. Le diamètre des échantillons est réduit à 3mm et l'épaisseur à 150 μm par un polissage mécanique à l'aide de papier diamanté de grain 30 μ .

❖ Meulage concave

Le meulage concave permet de réaliser une (ou deux) cuvette sur l'échantillon (Dimpler GATAN) figure 2-12. Il permet de localiser l'amincissement mécanique au niveau du joint de grains. La préparation de la cuvette est cruciale. La profondeur de la cuvette dépend de l'épaisseur de départ de l'échantillon. Une faible épaisseur fragilise mécaniquement l'échantillon à l'aplomb du joint de grains. Pour une forte épaisseur, la cuvette est plus profonde et plus large ce qui donne des bords escarpés et donc une partie transparente aux électrons réduite. Une cuvette peu profonde nécessite un temps plus important pour l'amincissement ionique et donc un risque d'irradiation de l'échantillon. Une épaisseur finale comprise entre 30 et 40 μm en fond de cuvette réalise le meilleur compromis.

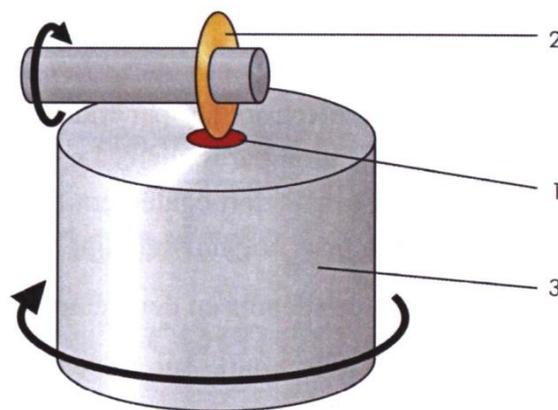


Figure 2-12: Schéma de fonctionnement du meulage concave, 1- échantillon; 2- meule en cuivre; 3- plot.

❖ *Amincissement ionique :*

L'amincissement final est réalisé par bombardement ionique (Gatan Duo Mill 600, USA), jusqu'à l'obtention d'une zone trouée entourée d'une zone transparente aux électrons, figure 2-13.

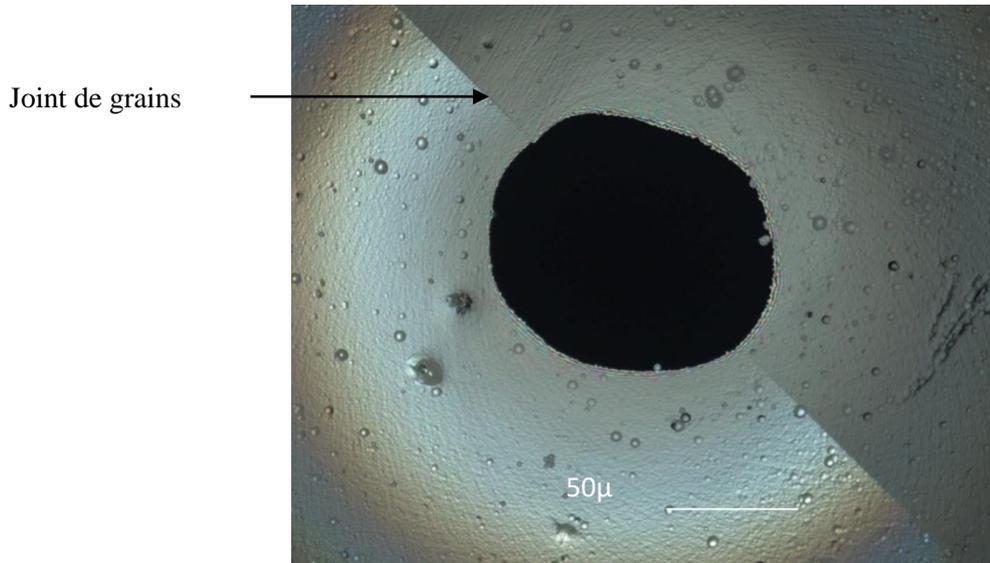


Figure 2-13: Lame mince obtenue après bombardement ionique, image obtenue au microscope optique en transmission et en lumière polarisée.

Deux types d'amincissement sont réalisés sous des conditions différentes (tableau 2-2):

a- Amincissement rapide :

C'est une première étape qui permet d'obtenir un trou dans la lame.

Le temps d'amincissement dépend :

❖ De l'épaisseur de la lame : la durée d'amincissement ionique d'une dizaine de microns prend entre 2 et 3 heures.

❖ De l'état des cathodes de l'amincisseur : une cathode neuve produit un faisceau fin et localisé, l'amincissement est plus rapide.

❖ De l'angle d'incidence des faisceaux d'ions : les faisceaux ne doivent pas être trop inclinés par rapport au plan de la lame, car cela entraînerait des trous avec des bords trop épais inexploitable au MET. Toutefois les faisceaux doivent être inclinés un minimum sinon

le temps d'amincissement serait trop long et la lame serait exposée à un amincissement hétérogène.

b- Amincissement lent :

Dès la formation du trou, les conditions d'amincissement sont changées pour passer à l'amincissement lent. Il permet d'éliminer les défauts d'irradiation et d'obtenir de larges zones minces, transparentes aux électrons, autour du trou.

Tableau 2-2 : Conditions d'amincissement ionique rapide et lent pour des lames minces d'alumine.

Type d'amincissement	Tension [KV]	Intensité [mA]	Inclinaison des faisceaux	Temps d'amincissement
Amincissement rapide	5	1	15°	1 à 10 jours
Amincissement lent	3	0.15	12°	15-20 mn

❖ Recuit et dépôt de couche de carbone:

Un étuvage sous vide de 10^{-6} torr (1.33×10^{-4} Pascal) pendant 24 heures à une température de 150°C est effectué pour éliminer la couche d'hydroxyde et limiter la contamination dans la colonne du microscope sous le faisceau d'électrons. Pour éviter les phénomènes de charge sous le faisceau d'électrons un dépôt de carbone est effectué (évaporateur, JEOL JEE-4X). Ce dépôt nécessite une attention particulière, une couche trop fine ne peut pas évacuer la charge lors de l'observation et une couche trop épaisse détériore la qualité de l'image. Pour résoudre ce problème, on utilise un dispositif appelé « Coat Master » figure 2-14. Ce dispositif permet de cacher la partie mince de la lame pendant le dépôt de la couche de carbone. Les zones les plus minces autour du trou auront un dépôt minimum de carbone qui ne nuira pas à la qualité des images.

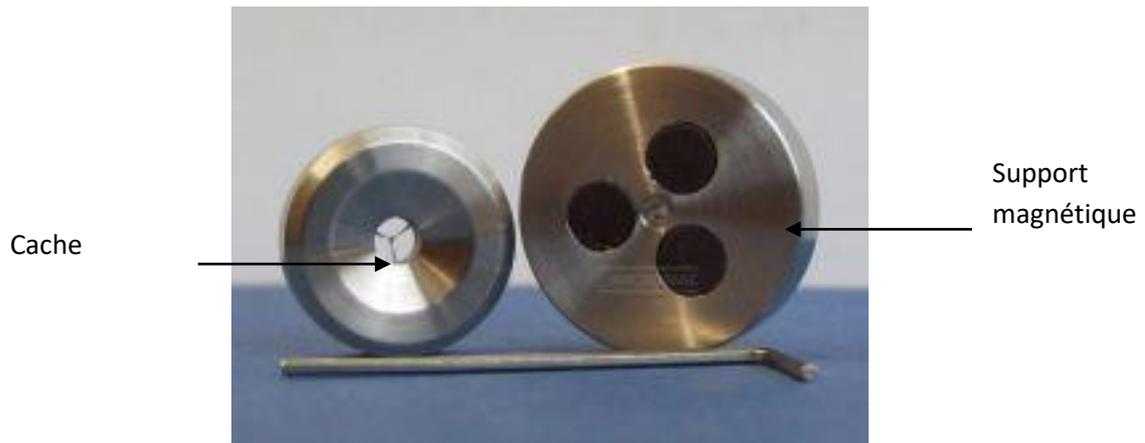


Figure 2-14: Photographie du Coat Master.

2.3 Essais de fluage

La déformation des bicristaux d'alumine par essai de fluage a pour objectif d'introduire des dislocations par glissement basal. Le taux de déformation est critique, une déformation importante risque de compliquer l'étude des interactions dislocations-joint de grains du fait de la présence d'une trop grande densité de dislocations. L'introduction d'une trop faible quantité de dislocations réduit la probabilité d'observation au microscope électronique en haute résolution. La déformation se fait à une température de 1400°C pour laquelle la contrainte critique de cisaillement résolue (CRSS en anglais pour Critical Resolved Shear Stress) nécessaire pour déclencher le glissement basal est de 20 MPa. Cette valeur de la température est un compromis, une température plus élevée réduit la valeur de la contrainte appliquée mais risque de provoquer une indentation des pistons lors du test de fluage. L'application de la charge se fait progressivement afin de donner le temps d'accommodation à l'ensemble des éléments constituant la machine

Le comportement d'un matériau en fluage, se divise en trois étapes : le fluage primaire ou transitoire représente la première étape au cours de laquelle la vitesse de déformation diminue rapidement, pour devenir constante ce qui correspond à un fluage secondaire aussi appelé fluage stationnaire. La vitesse de déformation augmente lors de la troisième et dernière étape du fluage ce qui traduit l'endommagement du matériau.

Au cours de l'essai de fluage la variation de la longueur Δl de l'échantillon est mesurée en fonction du temps. La déformation nominale est $\varepsilon_0 = \frac{\Delta l}{l_0}$, l_0 est la longueur initiale de l'éprouvette, la déformation vraie ε_v est calculée à partir de la relation suivante

$$\varepsilon_v = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon_0)$$

l est la longueur à l'instant t . La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ est décrite par la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q'}{KT}\right) \Rightarrow n = \left(\frac{\partial \ln(\dot{\varepsilon})}{\partial \ln(\sigma)}\right)_T$$

Où σ est la contrainte appliquée, T est la température en Kelvin, n est l'exposant de la contrainte, Q' est l'énergie d'activation et A est une constante. n et Q' sont généralement indépendants de la contrainte

2.3.1 Description de la machine de Fluage

La machine de fluage utilisée a été réalisée par l'Atelier Central du C.N.R.S [Gerv-78], elle permet d'effectuer des essais de compression sous des charges de quelques grammes à plusieurs centaines de kilogrammes, la charge étant appliquée par l'intermédiaire de bras de levier. Les essais peuvent être menés sous atmosphère contrôlée jusqu'à des températures de 1800°C. Le four comporte quatre résistances chauffantes en chromite de lanthane figure 2-16 (a), n°1, disposées en carré autour de l'éprouvette. La régulation est assurée par un régulateur Eurotherm. Un thermocouple type B (Pt-6% Rh/ Pt-30%Rh), est situé dans l'enceinte du four figure 2-16 (a), n°2. Le refroidissement du four est assuré par deux circuits de refroidissement passent par le haut et le bas du four 2-16 (a), n°3,4. Au niveau de la partie inférieure de la machine, se trouvent deux bras de leviers, figure 2-15 n°3,4 et figure 2-16 (a), n°5 et 6, avec une démultiplication de 3 pour l'un et de 10 pour l'autre. Ces deux bras de leviers permettent d'appliquer la charge sur l'éprouvette (aux points A et B figure 2-15), en passant par l'intermédiaire du piston inférieur, figure 2-15 n°20; figure 2-16 (b), n°7. Ce dernier est réglable en hauteur, au moyen d'un système de manivelle, vis sans fin horizontales, pignons et vis verticales (figure 2-15 n°25 à 27 ; figure 2-16 (a), n°8, afin de pouvoir

ajuster l'écartement par rapport au piston supérieur (figure 2-15, n°19 ; figure 2-16 (b), n°9) qui est fixe. Les deux pistons sont en alumine polycristalline.

Pour éviter un endommagement trop rapide des pistons en alumine frittée, des entretoises d'alumine monocristalline orientée selon l'axe \vec{c} (figure 2-16 (b), n°10 et 11) sont insérées. Pour éviter toute indentation de ces deux monocristaux par l'éprouvette, cette dernière (figure 2-16 (b), n°12) est placée entre deux pastilles (figure 2-16 (b), n°13 et 14) d'une section intermédiaire entre les dimensions de l'éprouvette et le diamètre des monocristaux. Leur déformation et leur indentation étant ainsi minimales, on pourra considérer que le déplacement mesuré ne provient que de la déformation de l'éprouvette elle-même.

Un capteur LVDT (TASA- Hexagon, Suède) situé au sommet de la bâtisse et prolongé à l'intérieur du four par une tige d'alumine, vient se poser sur la cale inférieure au niveau de l'échantillon. On peut ainsi évaluer correctement la déformation de l'échantillon au cours de l'essai. Le palpeur possède une course d'environ 25 mm et une sensibilité de $10^{-1}\mu\text{m}$, adapté aux conditions de faibles déformations ($\approx 0,3\%$) [Perr-08-Piqu-06].

Un second contrôle de température est effectué au niveau de l'échantillon avec un autre thermocouple (figure 2-16 (b), n°17). Une centrale d'acquisition numérique (Agilent Technologies, USA) permet de collecter les données fournies par le capteur de déplacement et les thermocouples de régulation et de contrôle, et d'enregistrer celles-ci, pour pouvoir les traiter ensuite.

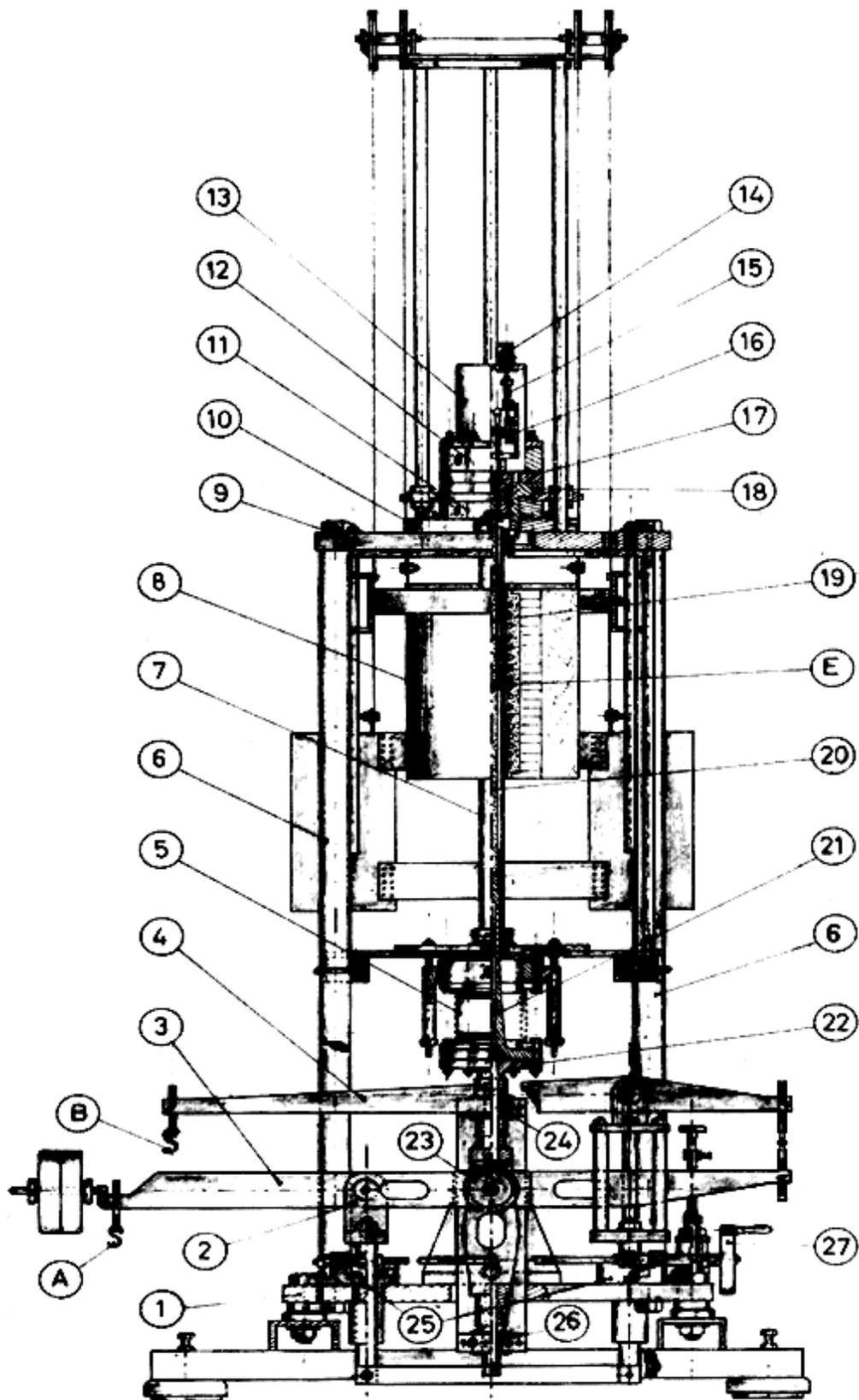


Figure 2-15: Schéma de principe de la machine de fluage [Gerv-78].

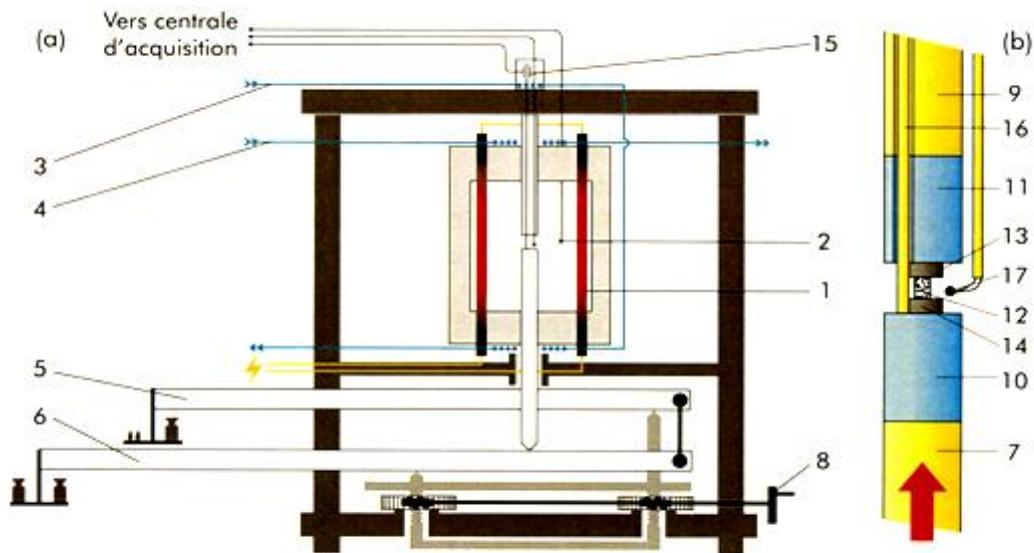


Figure 2-16: Description de la machine de fluage : (a) Schéma de principe de la machine, (b) Schéma de détail au niveau de l'éprouvette.

2.3.2 Préparation des échantillons pour le test de fluage

Le but de l'essai de fluage est d'introduire une densité suffisante de dislocations afin de pouvoir étudier leur interaction avec le joint de grains.

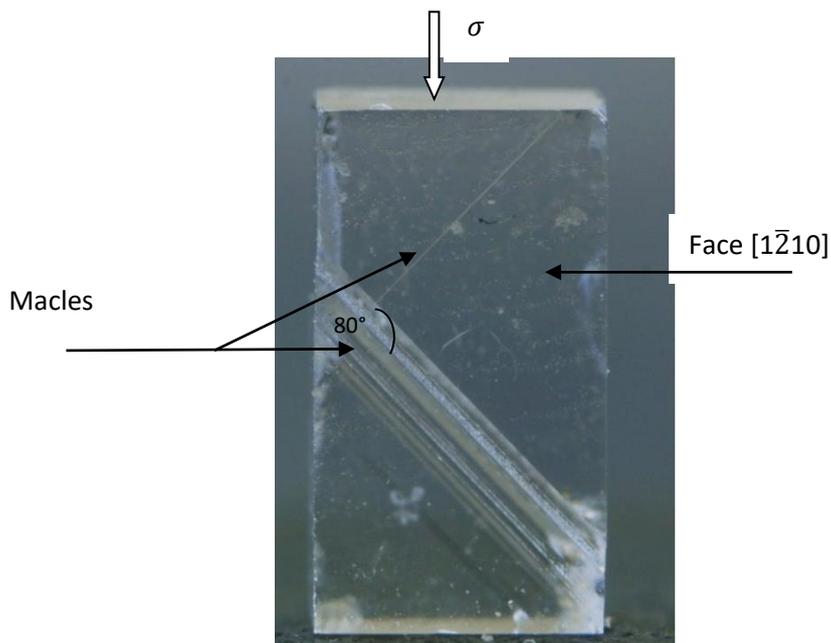


Figure 2-17: Déformation par maillage d'un monocristal d'alumine ($T=1400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=40\text{MPa}$).

Une fois l'orientation des faces des bicristaux déterminée à l'aide des RX (cf 2.2), les échantillons sont découpés à l'aide d'une scie à disque diamanté. Les éprouvettes sont de forme prismatique à base carrée de dimensions 2,5 x 2,5 x 5,5mm. L'élanement (rapport hauteur sur largeur) est inférieur à deux, ce qui diminue le risque de flambage lors de la déformation.

Les faces des éprouvettes sont rectifiées avec une rectifieuse à meule diamantée (Struers Discoplan-Ts, Danemark) afin de rendre les faces parallèles deux à deux. Ce point est particulièrement important : un parallélisme rigoureux des faces perpendiculaires à la contrainte appliquée est nécessaire afin que la charge soit répartie dès son application sur la surface de l'éprouvette. Un polissage mécanique soigné (granulométrie finale 1 μ m) est effectué sur toute les faces à l'aide d'un dispositif tripode, afin d'éliminer toute rugosité de surface qui peut être la source de déclenchement de macles et de fissures.

Bibliographie

[Bary-90]: Bary A., Nouet G., Delavignette P., “*TEM Analysis of Near-Coincidence Grain Boundaries in Silicon*”, **Journal of Microscopy**, Vol 158, 403-414, (1990).

[Breu-84]: Breuer G., “*A formal representation of Abbe's theory of microscopic image formation*”, **Optica Acta**, Vol 31, 661-670, (1984).

[Couz-04]: Couzinie J.P., “*Etudes des interactions entre dislocations et joints de grains dans le cuivre*”, **Thèse de doctorat, Université Paris XI UFR scientifique d’Orsay** (2004).

[Eber-97]: Eberhart J.P., “*Analyse structurale et chimique des matériaux*”, 1ere édition, **Dunod Paris France**, (1997).

[Edin-76]: Edington J.W., “*Practical Electron Microscopy in Materials Science*”, **Palgrave Macmillan UK**, (1976).

[Epec-01]: Epecier T., Thibault J., “*Microscopie Electronique à Haute Résolution*”, **Ecole Thématique : Microscopie des Défauts Cristallins**, S^t pierre d’Oléron, (2001).

[Gemm-03]: Gemming T., Nufer S., Kurtz W., Ruhle M., “*Structure and chemistry of symmetrical tilt grain boundaries in α -Al₂O₃: I, Bicrystals with clean Interface*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 86, 581- 89, (2003).

[Guin-64]: Guinier A., “*Théorie et technologie de la radiocristallographie*”, 3ème édition, **Dunod Paris France**, (1964).

[Gleb-94]: Glebowsky V.G., Somenov V.N., “*Electron-beam floating zone melting of refractory metals and alloys: Art and Science*”, **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, Vol 12(5), 295-301, (1994).

[Gerv-78]: Gervais H., Pelissier B., et Castaing J., “*Machine de fluage pour essais en compression à haute température de matériaux céramiques*”, **Revue Internationale des Hautes Températures**, Vol 15, 43-47, (1978).

[Howi-62]: Howie A., Whelan M.J., “*Diffraction contrast of electron microscope images of crystal lattice defects. II. The development of a dynamical theory*”, **Proceeding of the Royal Society of London**, Vol 263(A), 217-237, (1962).

[Hirs-65]: Hirsch P.B., Howie A., Whelan M.J., Nicholson R.B., Pashley D.W., “*Electron microscopy of thin crystal*”, **Butterworth London**, (1965).

[Mart-98]: Martin J.L., George A., “*Caractérisation expérimentale des matériaux II*”, **Presses Polytechniques et Universitaire Romandes Lausanne**, (1998).

[Maru-79-a]: Marukawa K., Matsubara Y., “*A new method of Burgers vector identification for grain boundary dislocations from electron microscopy image*”, **Transaction of the Japan Institute of Metals**, Vol 20(10), 560-568, (1979).

[Maru-79-b]: Marukawa K., “*A New Method of Burgers Vector Identification from Electron microscopy image*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 40(3), 303-312, (1979).

[Nish-03]: Nishimura H., Mastsunaga K., Saito T., Yamamoto T., Ikuhara Y., “*Atomic structure and energies of $\Sigma 7$ symmetrical Tilts grains Boundaries in Alumina Bicrystals*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 86, 574-80, (2003).

[Schw-00]: Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., “*Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*”, **1ere edition, Academic Plenum Press New York**, (2000).

[Step-86]: Stepantsov E.A., USSR N°:11161 00 cl. C30B33/00, 1982; **Bulleten Isobretenij**, Vol 36, 77, (1986).

[Tayl-61]: Taylor A., “*X-Ray Metallography*”, **John Wiley and Sons Inc, New York**, (1961).

[Rodr-08]: Rodriguez C.M., Castaing J., Munoz A., Veyssiére P., Rodriguez D.A. “*Analysis of a kink pair model applied to a Peierls mechanism in basal and prism plane slips in sapphire (α -Al₂O₃) deformed between 200° and 1800°C*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 91, 1612-1617, (2008).

[Pouc-04]: Pouchou J.L., “*L’analyse EBSD Principe et Application*”, **EDP Sciences, Les Ulis, France**, (2004).

[Perr-08]: Perrière L., “*Elaboration par solidification dirigée et comportement mécanique de céramiques eutectiques à base d’oxydes réfractaires. Rôle de la microstructure sur la fissuration et la déformation plastique à haute température*”, **Thèse de doctorat, Université Paris XII Val de Marne** (2008).

[Piqu-06]: Piquet N., "*Microstructures interconnectées dans des eutectiques à base d'oxydes réfractaires élaborés par solidification dirigée*", **Thèse de doctorat, Université Paris XII Val de Marne** (2006).

[Will-96]: Williams D.B., and Carter C.B., "*Transmission Electron Microscopy*", **Plenum Press, New York**, (1996).

Site internet total résolution, <http://www.totalresolution.com>

Site internet PROMETHEE, Portail dédié à la Microscopie Electronique en Transmission en Science des Matériaux, <http://www.promethee.cnrs.fr/>

La Microscopie Electronique, "Que sais-je", N°1045, Christian Colliex, Éditions Presses Universitaires de France 1998 (En ligne : http://serveurweb.lps.u-psud.fr/Collectif/gr_27/publications/books/christian/colliex_book.html).

Chapitre 3 : Déformation par fluage des bicristaux d'alumine

Chapitre 3 : Déformation par fluage des bicristaux d'alumine

Les expériences de fluage ont été menées avec comme objectif l'introduction de dislocations permettant d'analyser les mécanismes d'interaction entre dislocations et joints de grains.

Une première partie analyse les différentes possibilités d'orientation des éprouvettes de fluage et précise les conditions expérimentales retenues.

Une seconde partie présente les résultats des essais de fluage sur les quatre types de bicristaux découpés selon une même orientation. Une première analyse des paramètres de la loi de comportement en fluage fait l'objet de la dernière partie.

3.1 Orientation des éprouvettes

Afin de permettre une accommodation des dislocations et une plasticité du matériau, sous une contrainte pas trop élevée, la température de l'essai doit être comprise entre 1350°C et 1450°C. Une température supérieure conduit à des vitesses de déformation trop élevées, une température inférieure à 1350°C nécessite une contrainte trop élevée, comme le montre la figure 3-1 [Rodr-08], déjà présentée et commentée au chapitre 1. Le système de glissement favorisé à cette température est le glissement basal. Cependant, le maclage rhomboédrique peut être déclenché préférentiellement compte tenu de la très faible contrainte de propagation du maclage, environ 15 MPa, et ce, quelle que soit la température.

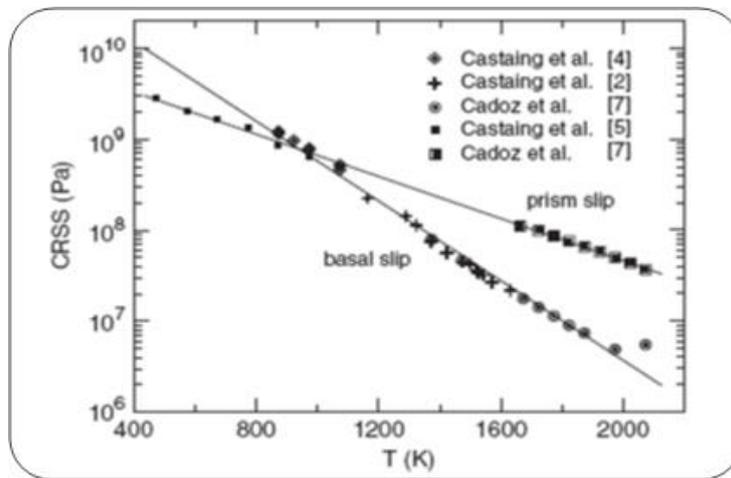


Figure 3-1: Courbe $CRSS=f(T)$ pour les glissements basal et prismatique [Rodr-08]

Une analyse préalable, pour optimiser les conditions expérimentales est primordiale. Les bicristaux fournis sont de petite taille. Une découpe avec le plan du joint à environ 45° de la direction de la contrainte appliquée permet d'obtenir un glissement intergranulaire. Nous n'avons pas retenu cette orientation car chaque découpe ne permet qu'un seul essai de fluage. Les orientations telles que la contrainte soit normale ou voisine de la normale des différentes faces sont donc envisagées, elles permettent d'obtenir deux ou trois éprouvettes par bicristal. Ce nombre d'éprouvettes reste cependant insuffisant pour mener une étude expérimentale complète du comportement en fluage.

Pour déclencher le glissement basal, dans les bicristaux étudiés, la contrainte appliquée peut être soit parallèle au plan du joint, direction $\langle 10\bar{1}1 \rangle$, soit perpendiculaire au plan du joint.

Il est utile de rappeler la loi de Schmid et Boas qui permet de relier la contrainte appliquée à la contrainte de cisaillement résolue dans le plan de glissement considéré.

Quand on soumet un échantillon monocristallin à une contrainte, seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. Soit τ la composante tangentielle au plan de glissement et dans la direction du glissement. Avec les notations de la figure 3-2, on obtient l'expression du facteur de Schmid:

$$\tau = \sigma(\cos \nu \cdot \cos \lambda) = F/S [\cos(\vec{F} \cdot \vec{n}) \cdot \cos(\vec{F} \cdot \vec{b})] \quad (3.1)$$

Le facteur de Schmid pour le système de glissement considéré permet de déterminer la contrainte résolue dans le plan de glissement

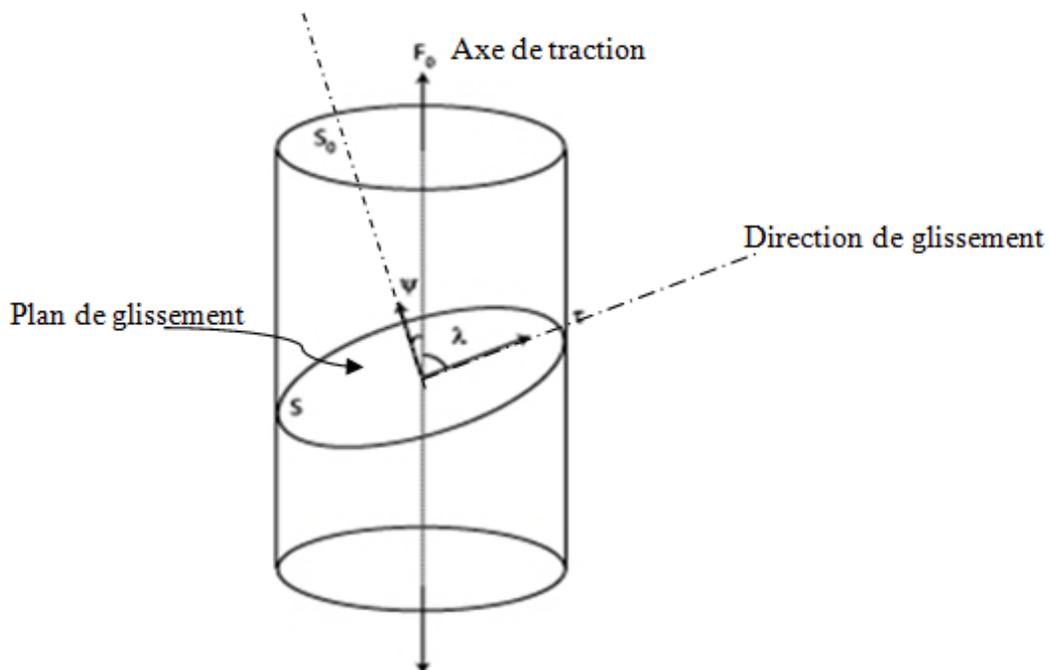


Figure 3-2: Paramètres cristallographiques intervenant dans la loi de Schmid. Le facteur de Schmid est maximal pour $\lambda = \nu = 45^\circ$.

L'analyse des orientations possibles des éprouvettes par rapport à la contrainte appliquée est présentée de manière détaillée dans le cas des bicristaux en orientation de macle rhomboédrique ($\bar{1}01\bar{2}$).

i. Cas d'une contrainte σ parallèle à $[10\bar{1}1]$ normale au plan du joint

Pour le glissement basal l'angle entre la normale \vec{n} du plan de glissement basal (0001) et le plan du joint de grains est de 58° environ, figure 3-3. La direction de la contrainte est contenue dans le plan du joint.

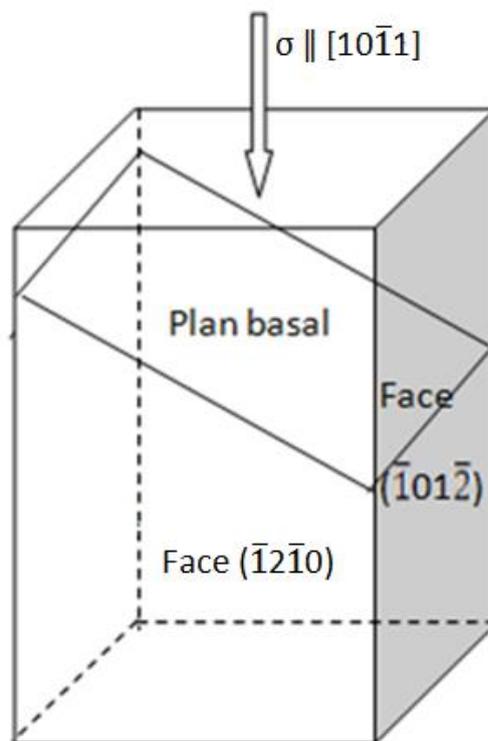


Figure 3-3: Schéma représentant l'orientation du plan basal pour une contrainte appliquée parallèle au plan du joint.

L'angle entre la contrainte σ et le vecteur de Burgers $1/3[11\bar{2}0]$ et l'angle entre la contrainte σ et le vecteur $1/3[\bar{2}110]$ pour le glissement basal sont identiques et valent 62° . La valeur du facteur de Schmid est égale à 0.398, identique pour les deux cristaux du bicristal figure 3-4.

Pour le glissement prismatique le facteur de Schmid est calculé (tableau 3-1).

Tableau 3-1 : Valeurs du facteur de Schmid pour le glissement prismatique

Système de Glissement	$[\bar{1}2\bar{1}0](10\bar{1}0)$	$[2\bar{1}\bar{1}0](01\bar{1}0)$	$[\bar{1}\bar{1}20](\bar{1}100)$
Facteur de Schmid	0.866	0	0.433

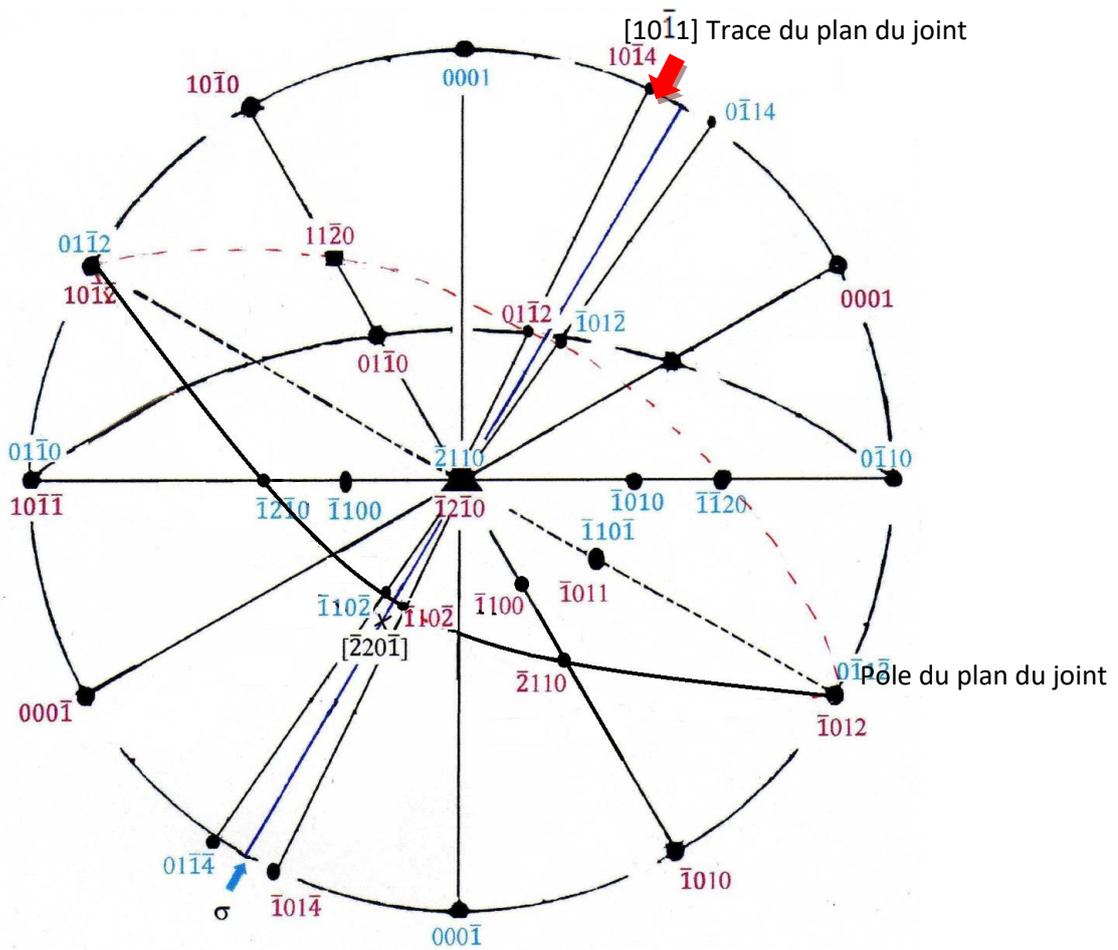


Figure 3-4: Projection stéréographique des bicristaux, contrainte σ parallèle à la direction $[10\bar{1}1]$.

Les relations entre la contrainte appliquée et la contrainte résolue dans le plan basal nécessaire pour activer le glissement basal sont données dans le tableau 3-2. Les températures retenues, dans l'intervalle 1200C° - 1400C° , permettent de déclencher le glissement basal avant le glissement prismatique, figure 3-1.

Tableau 3-2: Valeurs des contraintes calculées pour l'activation du glissement basal avec le facteur de Schmid : $\cos(\vec{F} \cdot \vec{n}) \cdot \cos(\vec{F} \cdot \vec{b}) = 0,398$

T [°C]	CRSS[MPa]	σ [MPa]
1300	30	75
1400	20	50
1500	11	28

Dans cette configuration, l'application de la contrainte σ peut déclencher le maillage rhomboédrique. En effet, en comparant les deux courbes de la contrainte critique résolue (CRSS) en fonction de la température pour la déformation basale et le maillage rhomboédrique (figure 3-1 et figure 3-5) on remarque qu'il est plus facile de déclencher la déformation par maillage que tout autre système de glissement.

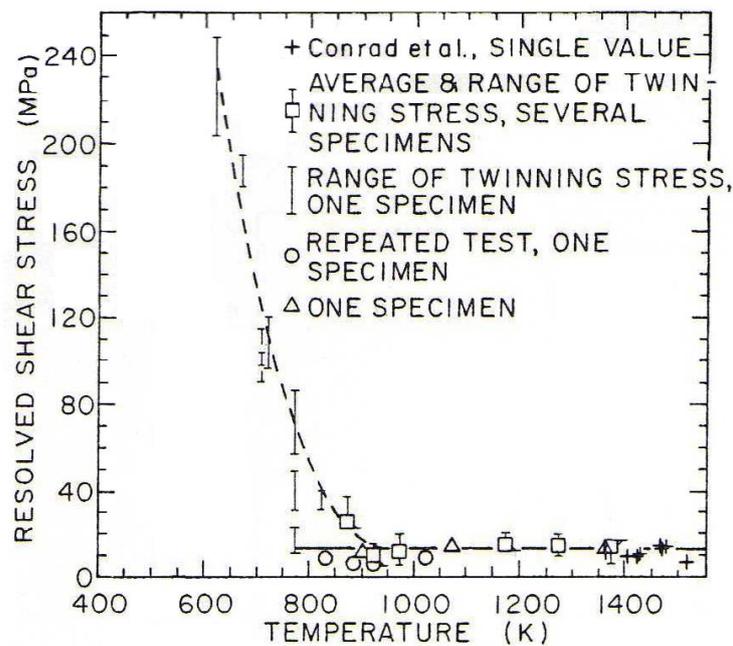


Figure 3-5: Courbe CRSS=f(T) pour le maillage rhomboédrique [Scot-83].

L'orientation cristallographique doit être soigneusement choisie pour assurer uniquement le déclenchement du glissement basal. Castaing [Cast-97] a étudié la déformation par compression de l'alumine par glissement basal sous des températures entre 1200-1300°C. En appliquant une contrainte selon trois directions différentes, « a », « aa », et « ab » (figure 3-6), il a trouvé que ces trois configurations cristallographiques déclenchent le glissement basal. Les configurations « a » et « ab » activeraient aussi le

maillage à des températures différentes. Seule la configuration « aa » (contrainte perpendiculaire au plan de macle $(01\bar{1}2)$ et parallèle aux deux plans $(\bar{1}012)$ et $(1\bar{1}02)$), reste défavorable au maillage parce que la contrainte de cisaillement pour le maillage est nulle. Pour la déformation par glissement basal tout en évitant le déclenchement du maillage la configuration « aa » a été retenue.

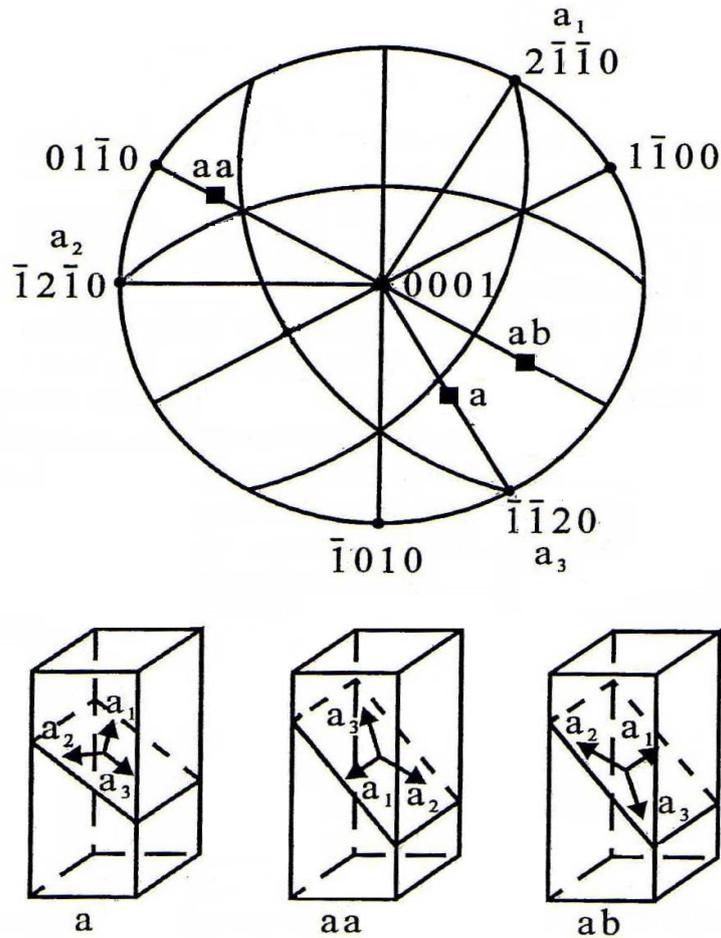


Figure 3-6: Schéma représentant les échantillons « a », « aa », et « ab » avec les positions des vecteurs unitaires a_1 , a_2 et a_3 dans le plan basal. Sur la projection stéréographique de centre $[0001]$ quelques pôles de plans sont représentés. Pour le maillage rhomboédrique les trois plans $\{01\bar{1}2\}$ sont indiqués. Les lettres « a », « ab », et « aa » sur la PS correspondent aux directions de compression qui ont été utilisées. La configuration « aa » n'est pas favorable au maillage, seules les configurations « a » et « ab » sont favorables au maillage [Cast-97].

Seule une contrainte perpendiculaire au plan du joint de grains rend le déclenchement du maillage moins probable avec un facteur de Schmid proche de zéro.

Afin de diminuer la probabilité du déclenchement d'une macle, les éprouvettes doivent donc être découpées de manière à ce que la contrainte soit normale au plan du joint. Nous avons de plus envisagé d'incliner le plan du joint afin d'une part de déclencher un glissement préférentiel dans un des grains et d'autre part de permettre un éventuel glissement intergranulaire. L'angle d'inclinaison « α » du plan du joint sur l'horizontale est défini au vu des considérations suivantes, figure 3-7.

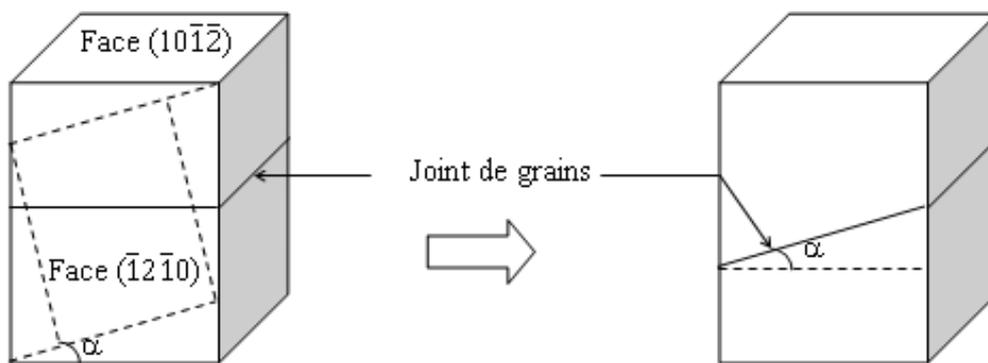


Figure 3-7: Schéma représentant la découpe.

- *Choix de l'angle α :*

Le choix de l'angle est lié à deux conditions :

- a- Le plan de glissement basal doit déboucher sur la face $(10\bar{1}\bar{2})$, au moins dans l'un des deux grains.
- b- Un élancement (rapport hauteur sur largeur) inférieur à deux et demi qui permet de diminuer le risque de flambage lors de la déformation des éprouvettes.

- Calcul de l'angle α :

L'angle α est l'angle que fait le plan du joint de grains avec l'horizontale. L'angle entre la force et la normale au plan de glissement basal (0001) est de $(58^\circ - \alpha)$, figure 3-8.

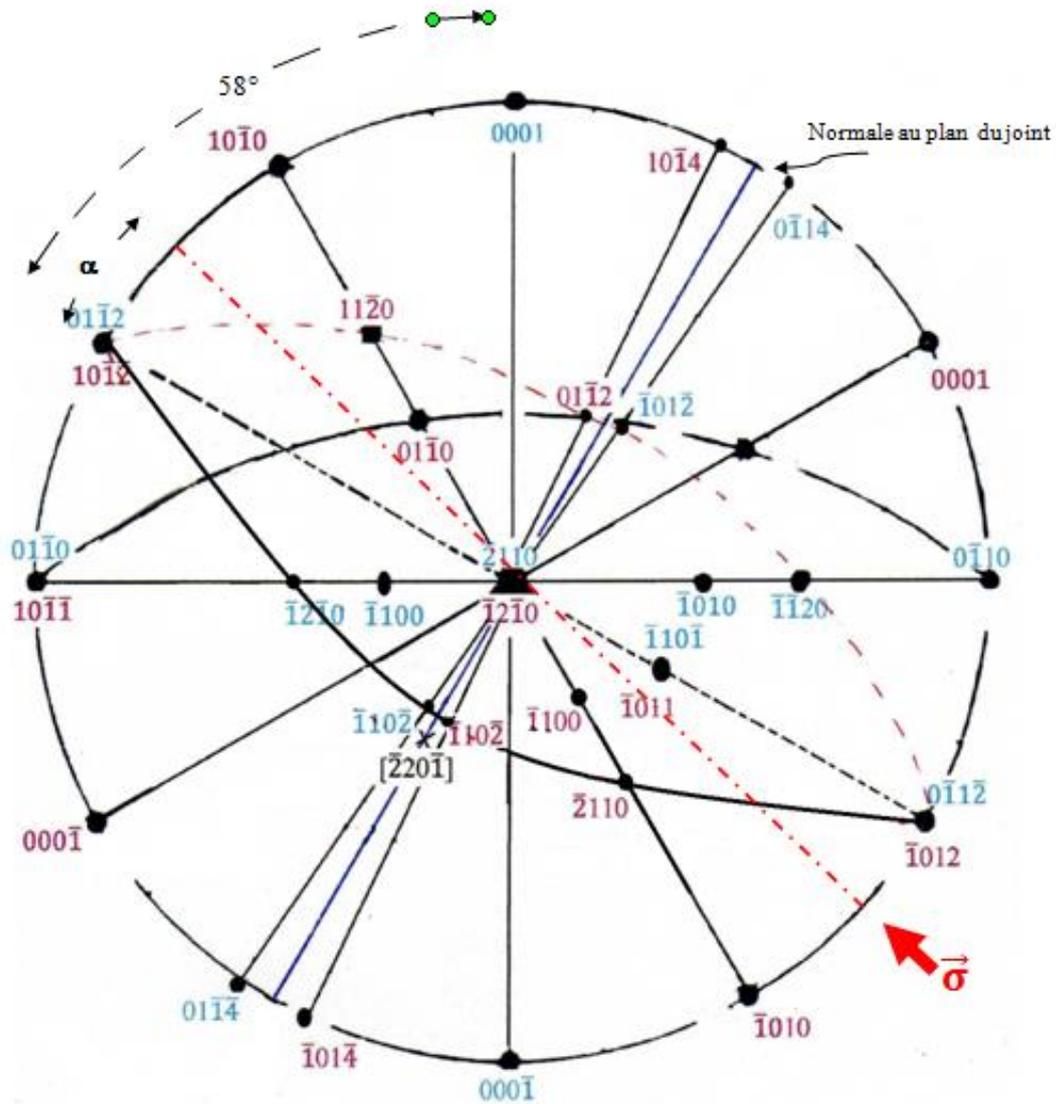


Figure 3-8: Projection stéréographique des bicristaux, avec une contrainte inclinée de α sur la normale au plan du joint de grains.

Pour que le plan de glissement basal débouche sur la face (10-12) (figure3-9), l'angle α est déterminé comme suit (a, c, h, longueurs des arêtes des éprouvettes):

$$(c/a) = \tan(58-\alpha) \quad \text{d'où} \quad c = a \cdot \tan(58-\alpha)$$

$$(c'/a) = \tan \alpha \quad \text{d'où} \quad c' = a \cdot \tan \alpha$$

$$h = 2 \cdot c + c' = 2 \cdot a \cdot \tan(58-\alpha) + a \cdot \tan \alpha$$

$$h/a = 2 \cdot \tan(58-\alpha) + \tan \alpha$$

pour diminuer le risque de flambage $h/a \leq 2.5$

$$2 \cdot \tan(58-\alpha) + \tan \alpha \leq 2.5$$

La résolution de cette inéquation donne : $\alpha \in [0 - 59.7]$

Plus l'angle α tend vers 58° plus le facteur de Schmid augmente ce qui nécessite une contrainte critique résolue (CRSS) élevée afin d'activer le plan basal. Un bon compromis entre la valeur de la CRSS du glissement basal, du glissement intergranulaire et de la diminution le risque de maillage est obtenu pour $\alpha=10^\circ$.

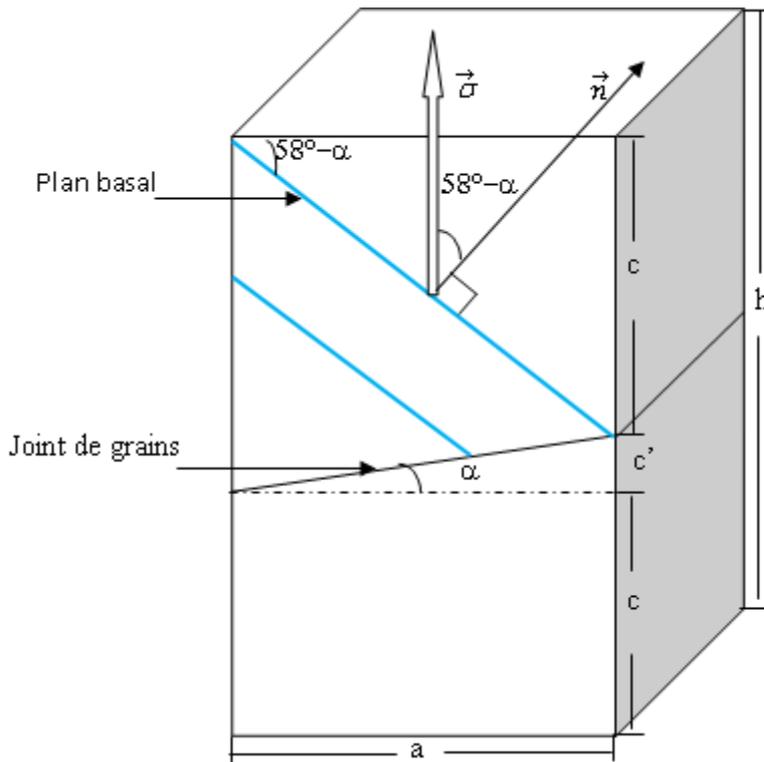


Figure 3-9: Schéma représentant l'éprouvette après découpe, l'angle $(58^\circ - \alpha)$ est formé entre la normale du plan de glissement basal et la contrainte σ .

Deux orientations différentes de la contrainte appliquée sont considérées

a) Découpe 1 :

Dans un bicristal découpé comme indiqué sur la figure 3-10, l'angle entre la contrainte et la normale au plan de glissement basal est de 58° pour les deux cristaux. Les deux systèmes de glissement basal (a) : $[11\bar{2}0](0001)$ et (b) : $[\bar{2}110](0001)$ ont des facteurs de Schmid différents, tableau 3-3 et figure 3-11. Les facteurs de Schmid pour le cristal 1 et pour le cristal 2 sont identiques pour chaque système.

Le tableau 3-4 indique les CRSS et les contraintes pour les deux systèmes de glissement et pour les différentes températures.

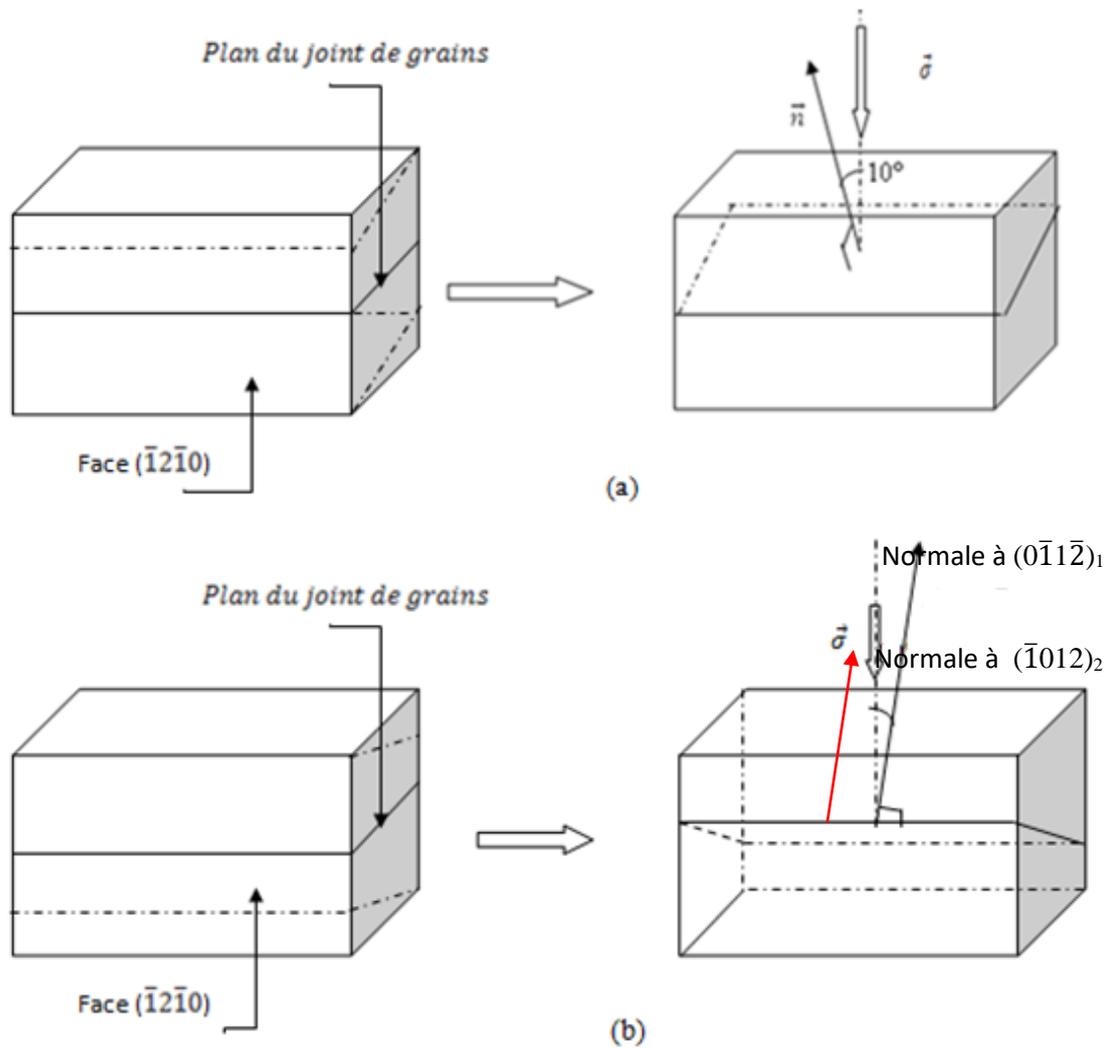


Figure 3-10: Schéma représentant la découpe 1 de l'éprouvette. La contrainte fait un angle de 10° avec la normale au plan du joint de grains, elle est perpendiculaire à la direction $[10\bar{1}1]_1 // [0\bar{1}11]_2$.

Tableau 3-3 : Valeurs des angles (\vec{F}, \vec{n}) et (\vec{F}, \vec{b}) et facteurs de Schmid pour les deux systèmes de glissement (a) et (b)

Vecteur de Burgers	(a)	(b)
Angle (\vec{F}, \vec{n})	58°	58°
Angle (\vec{F}, \vec{b})	36°	50°
$f = \cos(\vec{F}, \vec{n}) \cdot \cos(\vec{F}, \vec{b})$	0.43	0.34

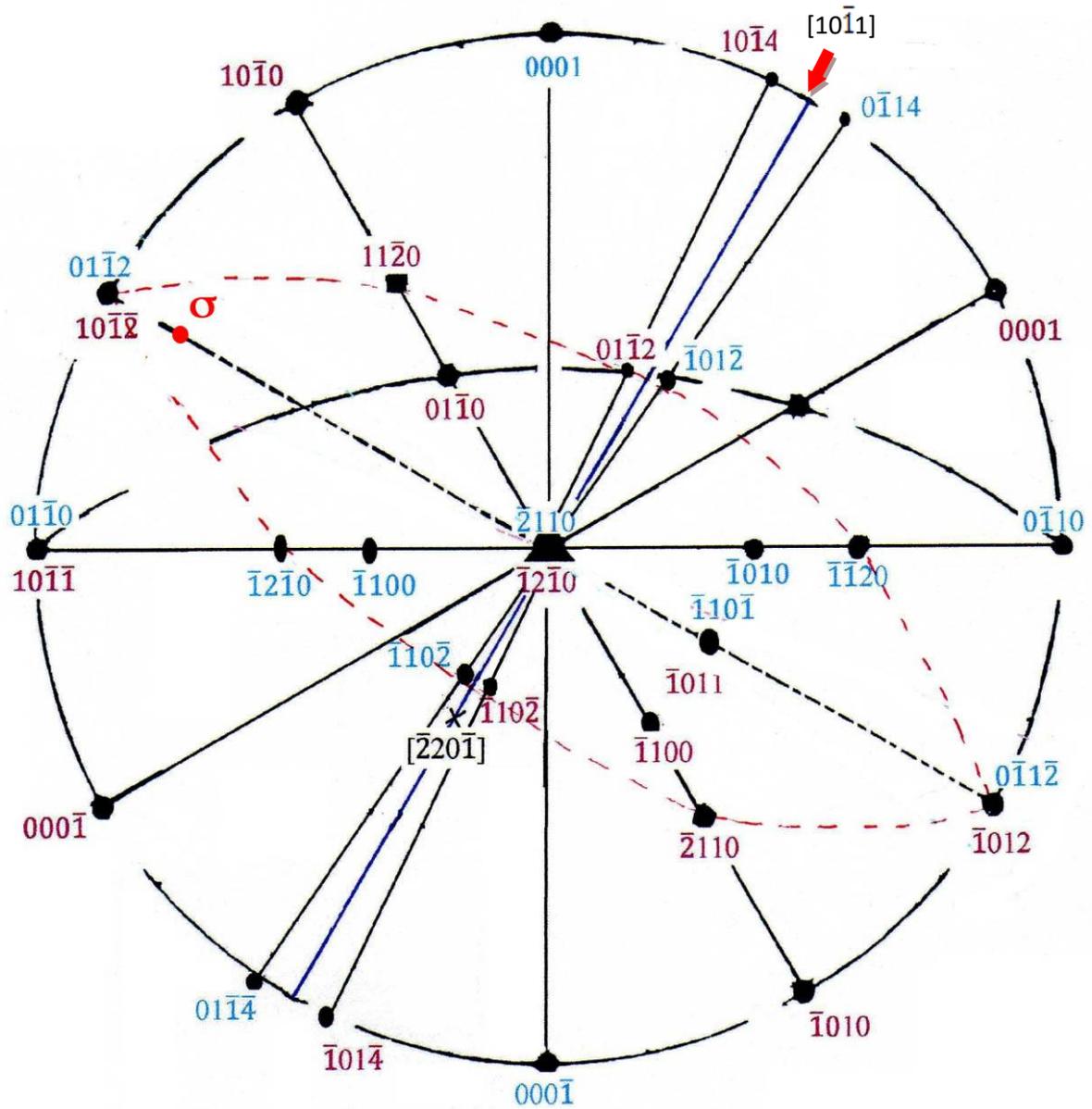


Figure 3-11: Découpe 1 : projection stéréographique des bicristaux, avec une contrainte inclinée de 10° sur la normale au plan du joint de grains et perpendiculaire à la direction $[10\bar{1}1]_1 // [0\bar{1}11]_2$.

Tableau 3-4: Valeurs de CRSS et de la contrainte calculées pour le déclenchement du glissement basal dans le cas de la découpe 1.

T(°C)	CRSS [MPa]	(a) σ [MPa]	(b) σ [MPa]
1300	30	70	88
1400	20	47	59
1500	11	26	32

b) Découpe 2 :

Une seconde possibilité de découpe consiste à incliner la contrainte de 10° sur la normale au plan du joint et dans la direction perpendiculaire à la face $(\bar{1}2\bar{1}0)_1 // (\bar{2}110)_2$ (figure 3-12 et 3-13).

Dans ce cas les deux systèmes de glissement (a) : $[11\bar{2}0](0001)$ et (b) : $[\bar{2}110](0001)$ ont le même facteur de Schmid, mais il est différent pour chaque cristal, comme reporté dans le tableau 3-5.

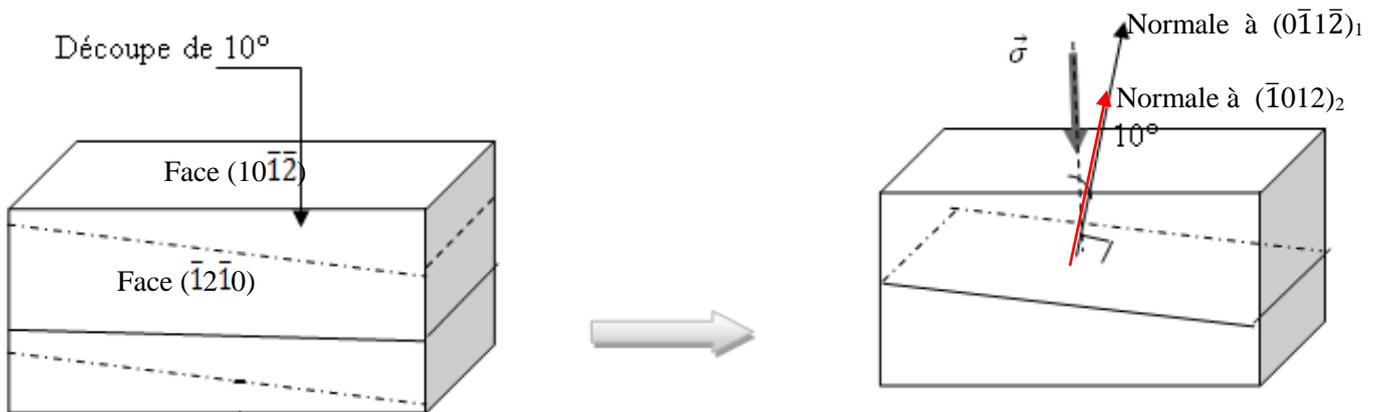


Figure 3-12: Schéma représentant la découpe 2 de l'éprouvette: la contrainte fait un angle de 10° avec la normale au plan du joint et est perpendiculaire à $(\bar{1}2\bar{1}0)_1 // (\bar{2}110)_2$.

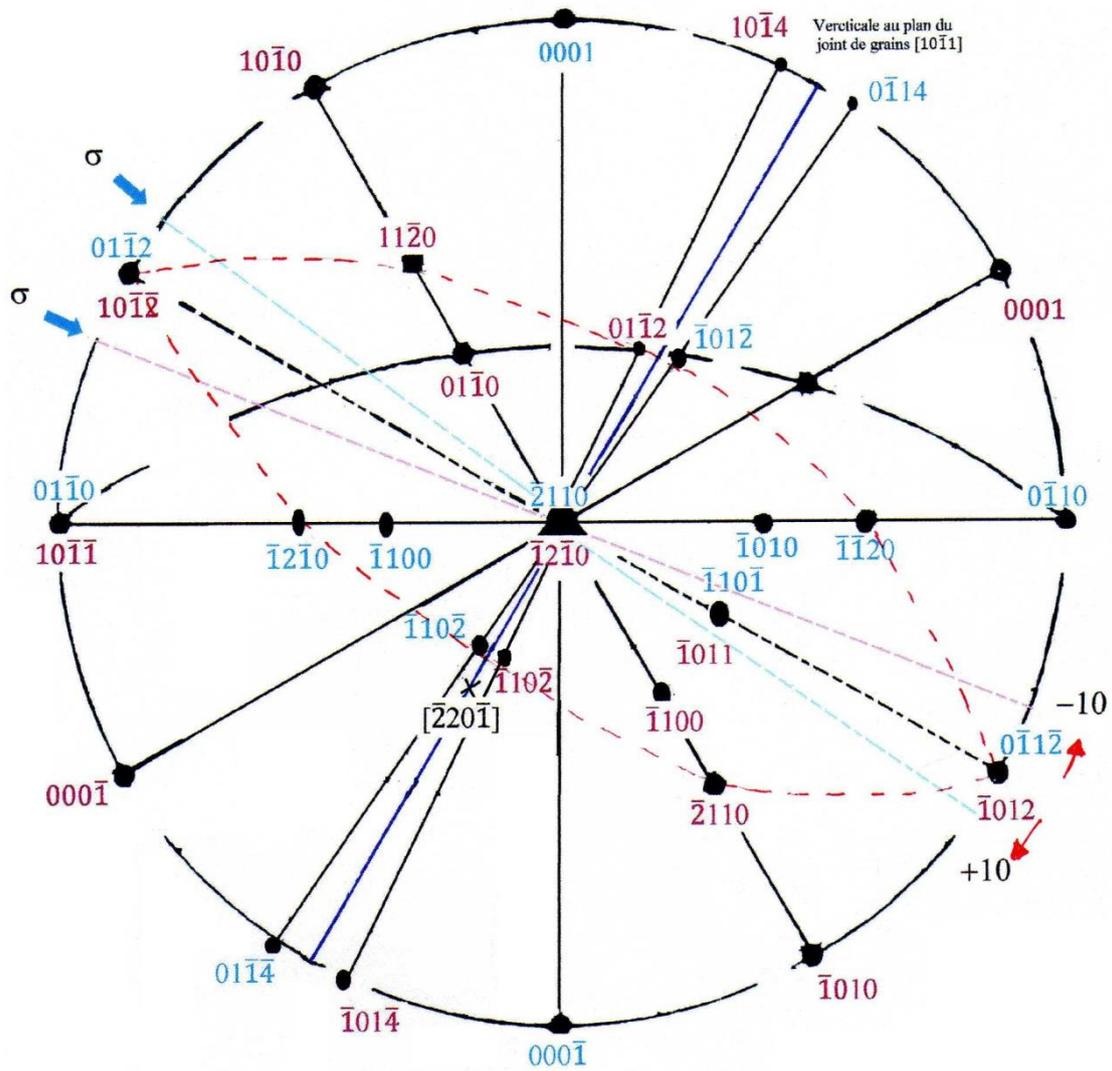


Figure 3-13: Découpe 2 : Projection stéréographique d'un bicristal en orientation de macle rhomboédrique: la contrainte fait un angle de 10° avec la normale au plan du joint et est perpendiculaire à $(\bar{1}2\bar{1}0)_1 // (\bar{2}110)_2$.

Tableau 3-6: Valeurs des angles (\vec{F}, \vec{n}) , (\vec{F}, \vec{b}) , et du facteur de Schmid pour le glissement basal dans chaque cristal.

Cristal	(1)	(2)
Angle (\vec{F}, \vec{n})	48°	68°
Angle (\vec{F}, \vec{b})	50°	37°
$f = \cos(\vec{F}, \vec{n}) \cdot \cos(\vec{F}, \vec{b})$	0.43	0.3

Les valeurs des CRSS et des contraintes pour les deux cristaux ont été calculées pour des différentes températures (tableau3-6).

Tableau 3-5: Valeurs de la contrainte pour le déclenchement du glissement basal dans le cas de la découpe 2.

T (C°)	CRSS [MPa]	σ [MPa] (Cristal 1)	σ [MPa] (Cristal 2)
1300	30	70	100
1400	20	47	67
1500	11	26	37

En conclusion, la seconde découpe a été retenue pour les essais de fluage. Elle présente l'intérêt de solliciter différemment les deux cristaux et donc de privilégier le déclenchement du glissement basal dans un seul grain.

Pour les bicristaux dont le plan du joint est $\{01\bar{1}5\}$ (Figure 3.14), les contraintes pour obtenir un glissement basal sont similaires à celles obtenues pour les bicristaux en orientation de macle rhomboédrique.

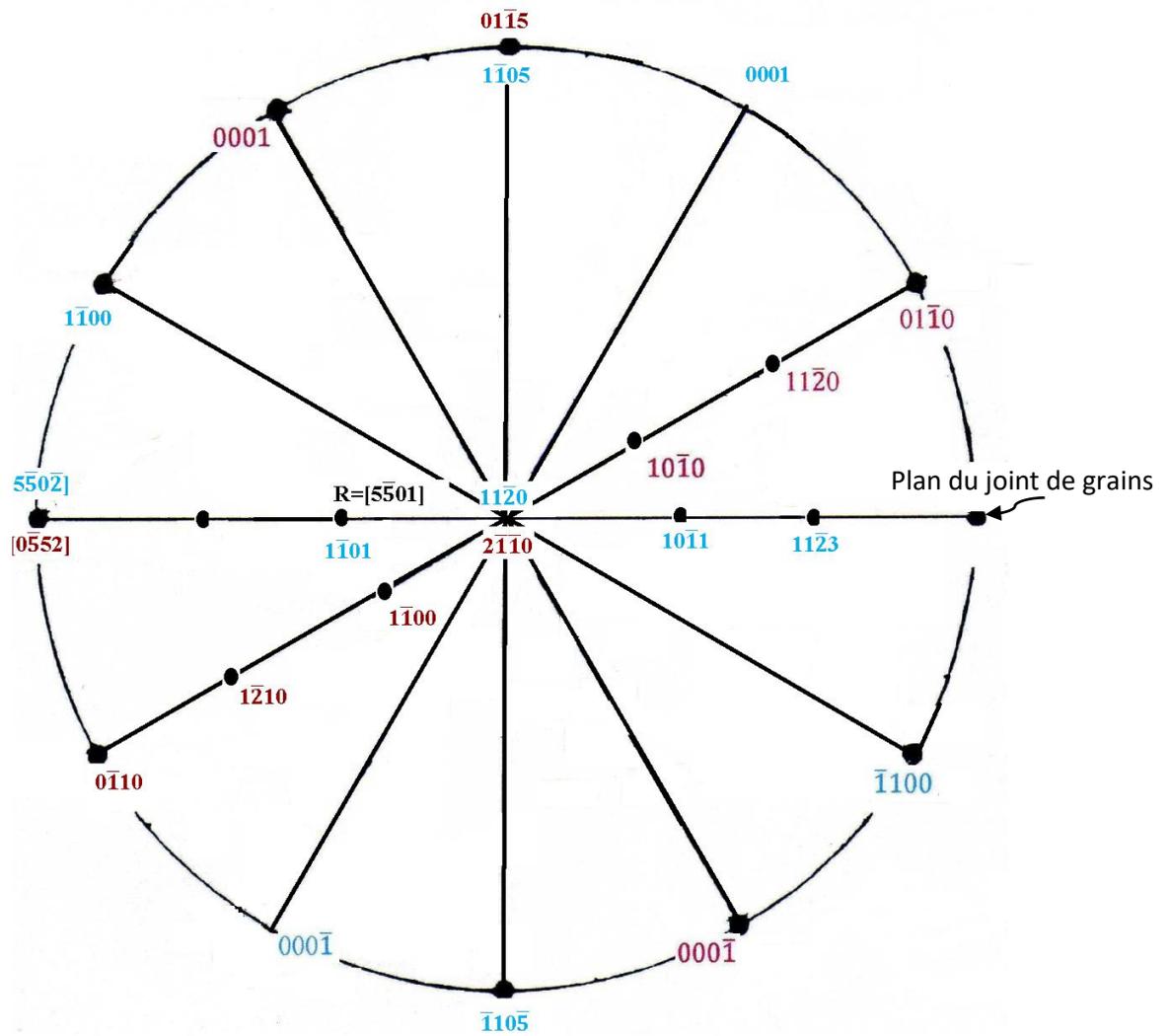


Figure 3-14: Projection stéréographique du bicristal dont le plan du joint est $\{01\bar{1}5\}$.

3.2 Essais de fluage

3.2.1 Essais préliminaires sur monocristal

Un monocristal d'alumine est déformé par fluage afin de valider le bon fonctionnement de la machine de fluage et de déterminer les conditions de déformation. Les essais sont effectués sous une contrainte de 20 MPa à une température de 1400°C après un maintien de 7h à cette température. Ce maintien permet de relaxer les éléments de la machine. L'orientation du cristal est telle que la contrainte soit parallèle à la direction $[10\bar{1}1]$, qui est perpendiculaire au plan du joint, figure 3-15.

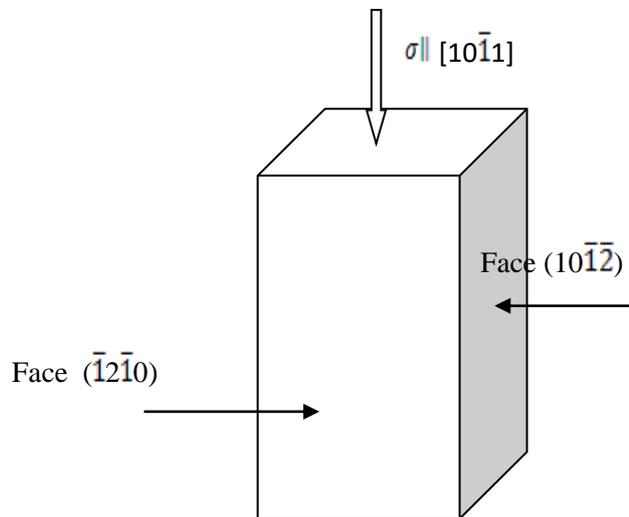


Figure 3-15:Orientation du monocristal destiné à la déformation sous contrainte perpendiculaire au plan du joint.

Dans le premier essai, la totalité de la contrainte est appliquée en une seule fois. L'échantillon déformé présente des microfissures ainsi que des bandes de glissement dans différentes directions (figure 3-16). La courbe de l'évolution du taux de déformation en fonction du temps révèle une déformation importante quasi instantanée dès l'application de la contrainte, le pic sur la courbe de la figure 3-17 correspond au dépôt de la charge. Un dépôt direct de la contrainte peut fausser le parallélisme des pistons de la machine, ce qui peut être évité par un dépôt progressif de la charge.



Figure 3-16 : Micrographie optique de l'échantillon monocristallin après déformation. Des bandes de glissement dans différentes directions sont observées ainsi que de nombreuses microfissures. La présence de fissures ne permet pas de mesurer l'angle entre les bandes de glissement afin d'identifier le type de glissement.

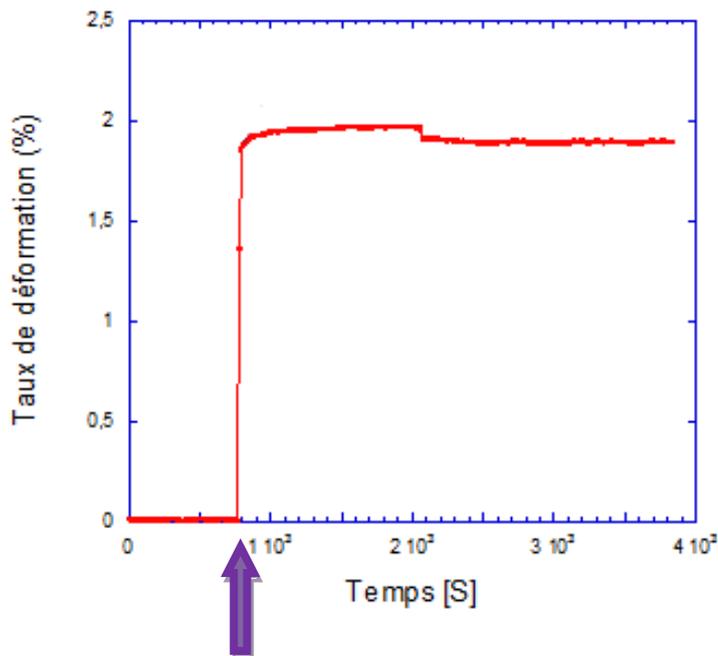


Figure 3-17 : Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour un monocristal. La flèche correspond au moment de l'application de la contrainte. L'éprouvette subit une déformation quasi instantané

Dans un second essai, la contrainte est appliquée progressivement. La courbe de l'évolution de la déformation en fonction du temps, figure 3-18, révèle une déformation progressive de l'échantillon. La micrographie optique du monocristal déformé, figure 3-19, révèle deux séries de lignes, qui font un angle de 82° entre elles et qui correspondent à deux systèmes de maillage rhomboédrique.

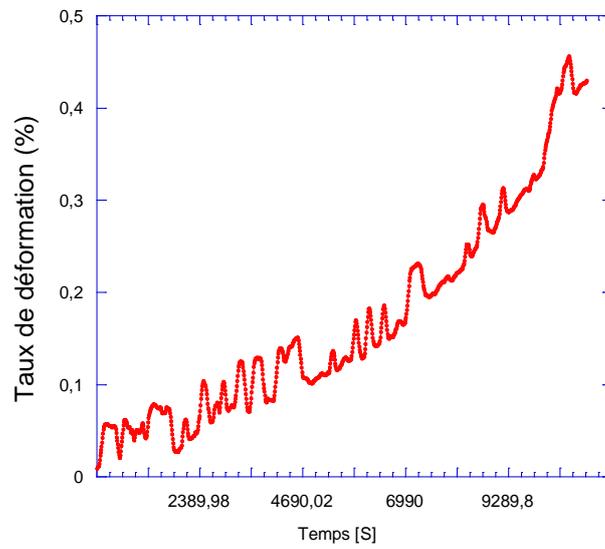


Figure 3-18: Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour un monocristal. La contrainte est appliquée progressivement.

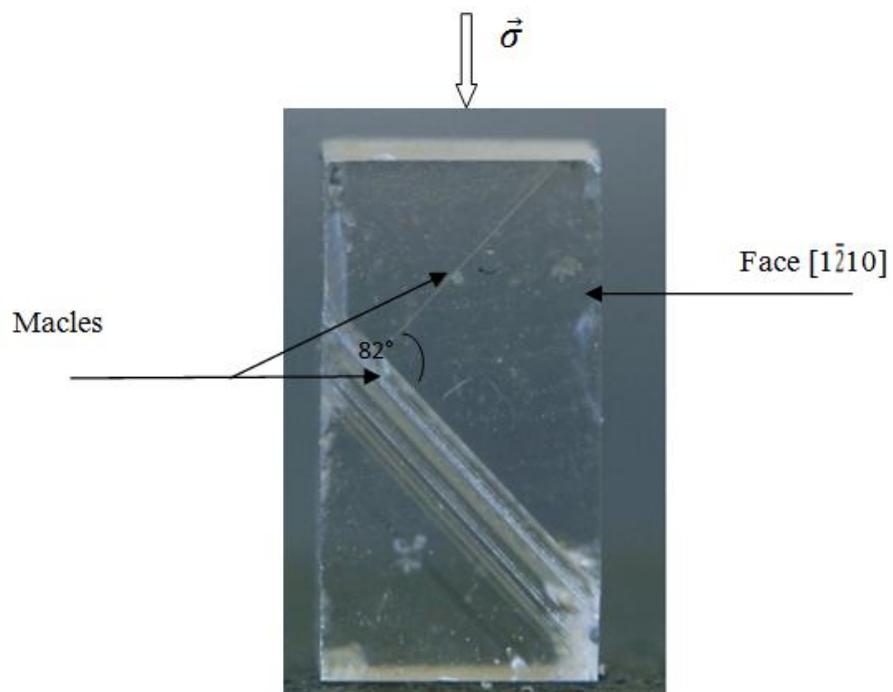


Figure 3-19: Déformation par maillage d'un monocristal d'alumine ($T=1400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=20\text{MPa}$).

Cette expérience confirme que le maclage est systématiquement déclenché pour cette orientation de la contrainte et ce malgré un polissage soigné des faces des éprouvettes et une application progressive de la contrainte. Les bicristaux sont déformés selon la configuration de la deuxième découpe.

3.2.2 Essais de fluage sur bicristaux

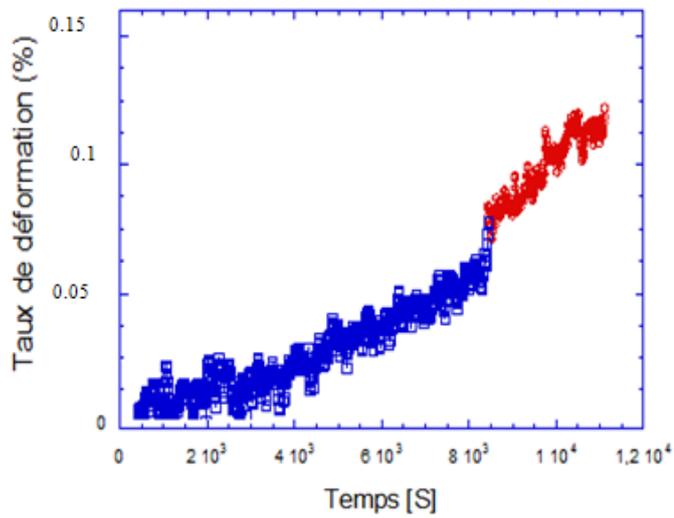
La déformation par fluage des bicristaux à pour objectif l'introduction d'un petit nombre de dislocations basales. Un taux de déformation trop faible réduit la probabilité d'observer des dislocations en microscopie électronique à transmission. Une déformation trop importante peut saturer la matrice en dislocations et rendre l'analyse difficile sinon impossible. Un taux de déformation compris entre 0.1% et 0.25% est retenu (tableau 3-7).

Tableau 3-7 : Temps et taux de déformation des bicristaux d'alumine

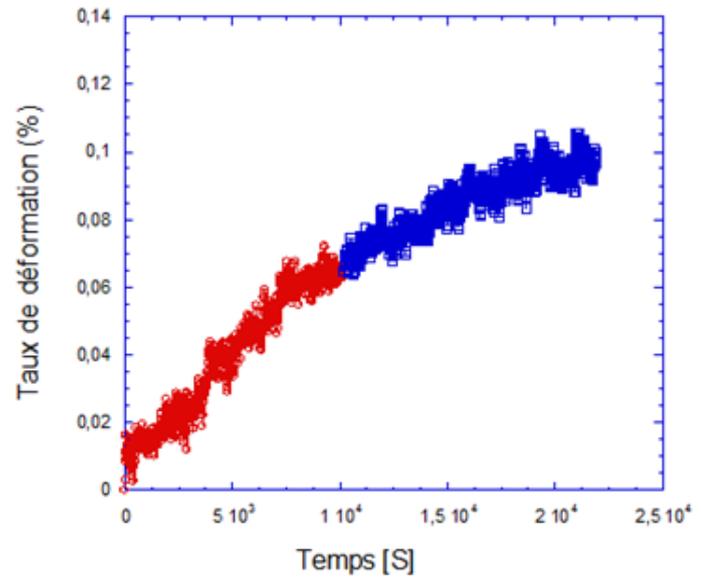
Bicristal	$\Sigma 7Mg$	$\Sigma 7Y$	$\Sigma 7G$	$\Sigma 7La$
Temps de déformation [Min]	175	375	385	480
Taux de déformation [%]	0.12	0.11	0.26	0.26

Le dépôt de la contrainte se fait d'une façon progressive jusqu'à 45MPa. La variation du taux de déformation en fonction du temps est présentée pour chaque bicristal, figure 3-20. L'allure générale des ces courbes est la même, pour les quatre bicristaux. Elles présentent deux régimes identifiés par les deux couleurs bleu et rouge. Le bicristal $\Sigma 7G$ se déforme le plus rapidement il est suivi par le $\Sigma 7La$ qui a le taux de déformation le plus élevé de 0.26%. Le taux de déformation du $\Sigma 7Mg$ et du $\Sigma 7Y$ est de 0.12% et 0.11% respectivement. Cependant le $\Sigma 7Y$ se déforme moins vite que $\Sigma 7Mg$ la diminution de la vitesse du $\Sigma 7Y$ est attribuée à une diminution de la diffusion intergranulaire (cf.1.5.8).

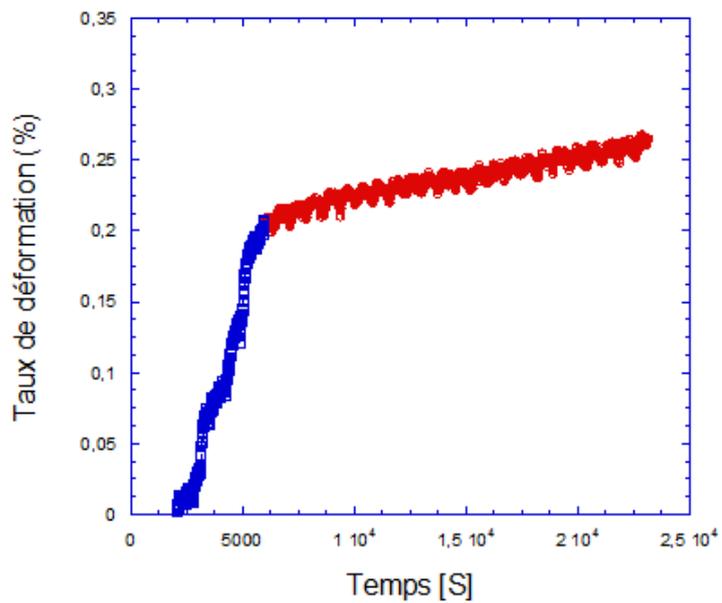
$\Sigma 7\text{Mg}$



$\Sigma 7\text{Y}$



$\Sigma 7\text{G}$



$\Sigma 7\text{La}$

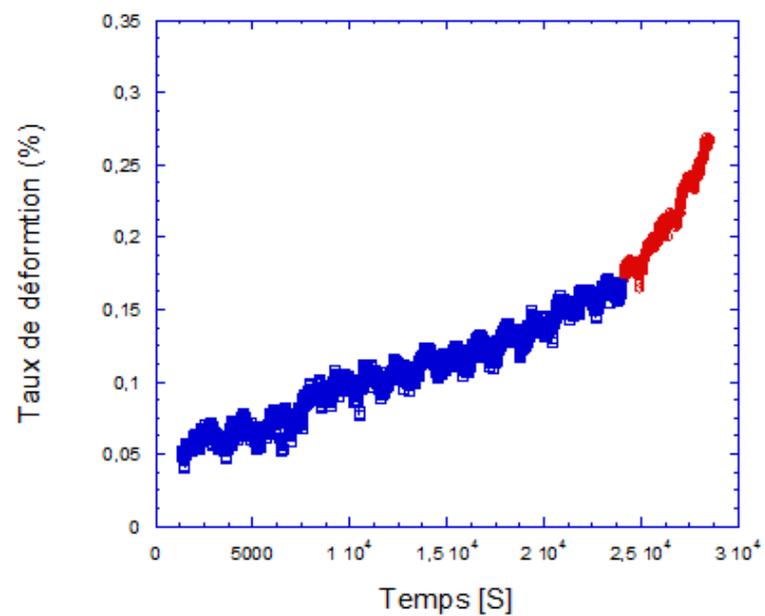


Figure 3-20: Evolution des taux de déformation des bicristaux à 1400°C en fonction du temps.

Après déformation, des traces de glissement sont observées à la surface des éprouvettes, figure 3-21. La mesure des angles entre les bandes de glissement et les normales aux faces des éprouvettes confirme la déformation par glissement basal.

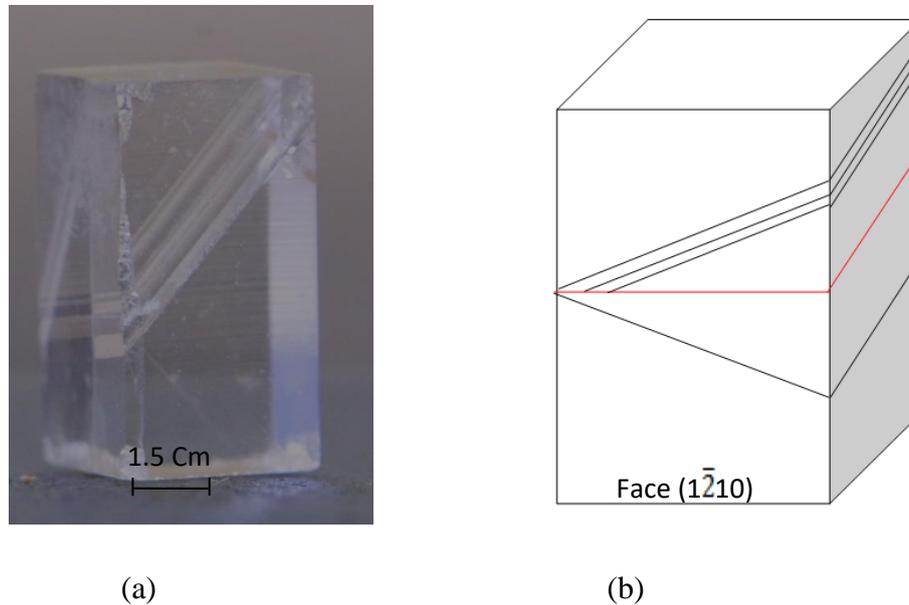
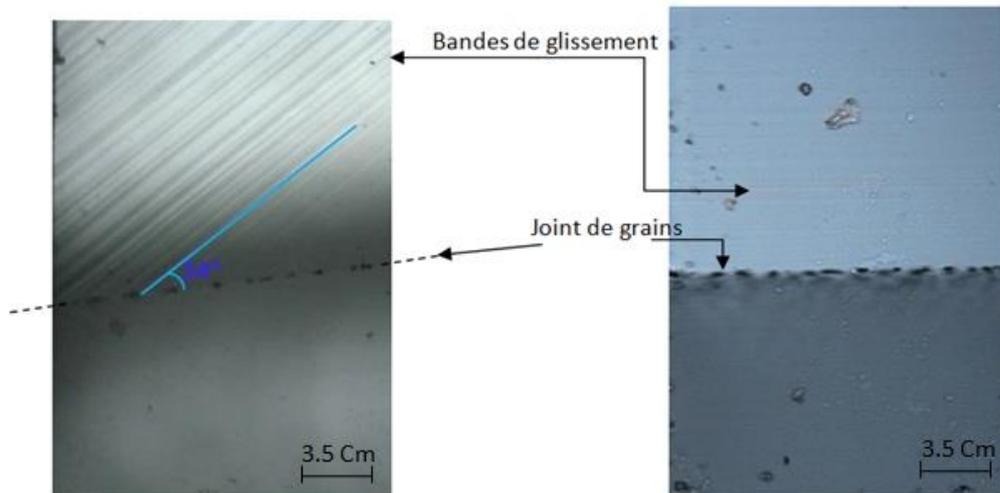


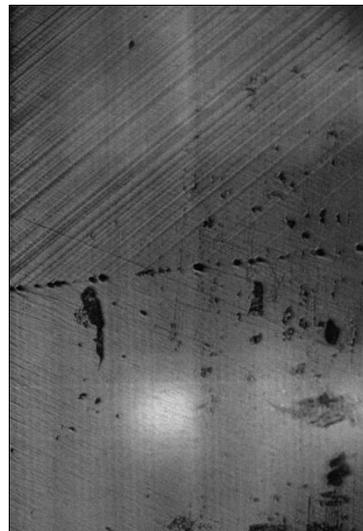
Figure 3-21: (a) : Photographie optique du bicristal général $(01\bar{1}5)$ après déformation.
 (b) : schéma indiquant le joint de grains et les bandes de glissement basal.

La figure 3-22, est une observation au microscope optique du bicristal dopé au lanthane, les bandes de glissement sont indiquées. Sur la figure 3-22(c), les bandes de glissement basal sont observées dans les deux grains donc les deux grains ont été déformés.



(a)

(b)



(c)

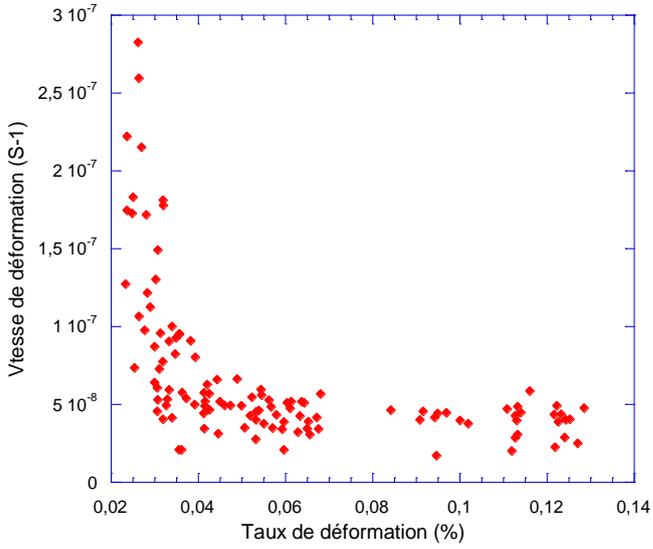
Figure 3-22 : Observation en microscopie optique des traces de glissement dans le $\Sigma 7La$. **(a)**: Micrographie En lumière polarisée de la face $(1\bar{2}10)$ (figure 3-21b), les traces font un angle de 34° avec le plan du joint. **(b)**: Micrographie En lumière polarisée de la face $(10\bar{1}\bar{2})$ (figure 3-21b), les traces de glissement sont parallèles au plan du joint ce qui confirme le glissement basal. **(c)**: Micrographie de la face $(1\bar{2}10)$ les traces de glissement sont observées dans les deux grains.

La variation des vitesses de déformation en fonction du taux de déformation pour les différents bicristaux (figure 3-23), montre que le second régime, régime stationnaire, est atteint à partir des taux de déformation allant de 0.065% à 0.21% tableau 3-8. Le second régime est atteint plus rapidement pour les bicristaux en orientation de macles de plan

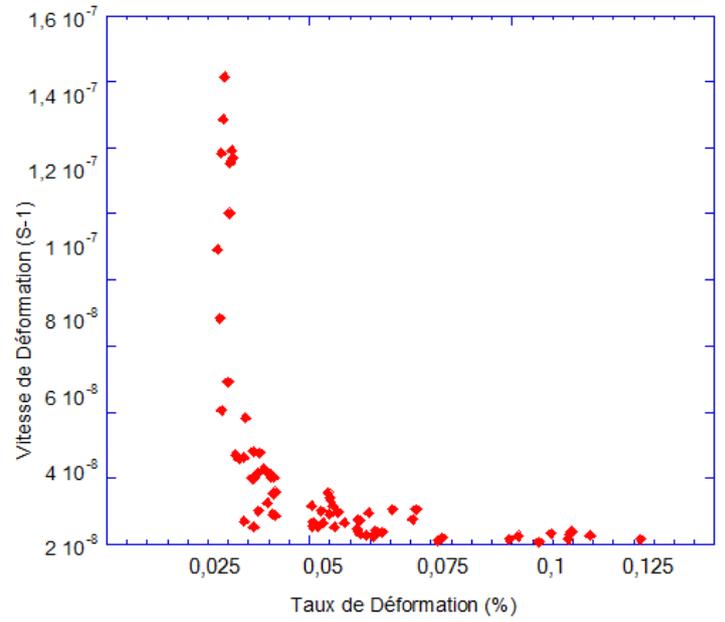
(01 $\bar{1}$ 5), non dopés et dopés au lanthane, comparativement aux bicristaux en orientation de macle rhomboédrique dopés au magnésium et à l'yttrium.

Si l'on compare les bicristaux en orientation de macle rhomboédrique, le second régime est atteint plus rapidement pour le bicristal dopé au magnésium que pour celui dopé à l'yttrium, en accord avec les résultats antérieurs [Cho-97, Gruf-90, Yasu-04].

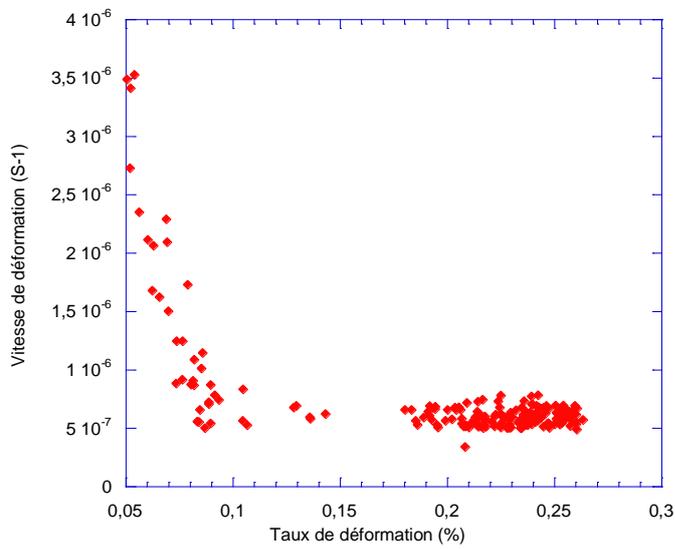
$\Sigma 7Mg$



$\Sigma 7Y$



$\Sigma 7G$



$\Sigma 7La$

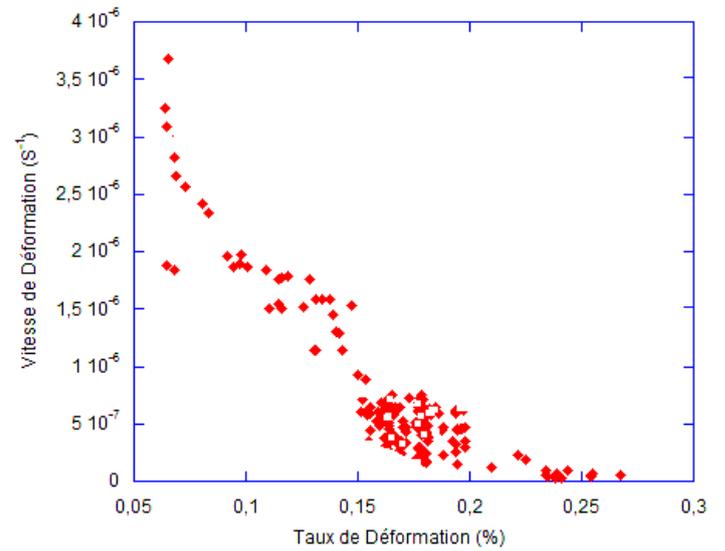


Figure 3-23 : Evolution des vitesses de déformation en fonction du taux de déformation pour l'alumine.

Tableau 3-8: Valeurs des taux de déformation seuil pour le régime stationnaire

Bicristal	Taux de déformation %
Σ 7Mg	0.07
Σ 7Y	0.065
Σ 7G	0.21
Σ 7La	0.17

Les valeurs de l'énergie d'activation sont déterminées au stade secondaire de la déformation quand la vitesse de déformation devient constante, elle correspond à la pente du diagramme $\ln \dot{\epsilon} = f(1/T)$. Pour nos bicristaux les valeurs de l'énergie d'activation sont représentées au tableau 3-11

Tableau3-9 : Valeurs expérimentales des énergies d'activation déterminées a partir des déformations des bicristaux à la température de 1400°C

Bicristal	Q'_{\max} [KJ/mol]
Σ 7Y	356
Σ 7Mg	351
Σ 7La	309
Σ 7G	291

- Pour une même orientation du plan du joint, joint de macle Σ 7Y et Σ 7Mg d'une part et joint général Σ 7G et Σ 7La d'autre part, l'énergie d'activation change peu avec l'élément dopant (cf 1.4.8)
- L'énergie d'activation pour les bicristaux avec un joint en orientation de macle rhomboédrique est plus élevée que dans le cas des bicristaux dont le joint est en orientation {01-15} dite générale. Cette plus grande énergie d'activation pourrait être liée au caractère plus ordonné de la structure du joint.

- **Détermination des mécanismes de déformation**

Lors d'une déformation par fluage, la vitesse de déformation suit l'équation [Long-75] :

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \exp \left[- \frac{Q'}{KT} \right]$$

Où : $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, A une constante, σ est la contrainte appliquée, T la température en kelvin, K la constante de Boltzmann, Q' l'énergie d'activation, et n' l'exposant de sensibilité à la contrainte.

L'identification du mécanisme de la déformation, diffusion ou mouvement de dislocations, nécessite la détermination de l'exposant de sensibilité à la contrainte n'.

Un exposant à la sensibilité à la contrainte expérimental « n'Exp » est déterminé comme la pente de la droite $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \sigma)$, les valeurs de n'Exp sont indiquées sur le tableau 3-10

Tableau 3-10 : Les valeurs du paramètre n'Exp pour chaque intervalle de contrainte.

Bicristal	35-45[MPa]	45-50[MPa]	Incertitude
$\Sigma 7G$	3.8	4.4	± 0.5
$\Sigma 7La$	4.5	3.9	± 0.5
$\Sigma 7Mg$	4.3	4.0	± 0.5
$\Sigma 7Y$	4.3	4.4	± 0.3

Pour chaque bicristal n'Exp présente deux valeurs qui dépendent de l'intervalle de la contrainte, une première pour des contraintes de 35 MPa jusqu'à 45 MPa et la deuxième pour l'intervalle allant de 45 MPa jusqu'à 50 MPa. En tenant compte de l'incertitude sur les mesures, les valeurs de n'Exp peuvent être considérés comme proches.

Les valeurs de l'exposant à la sensibilité n'The prévues par un modèle de déformation mettant en jeu un glissement des dislocations sont données par la relation suivante [Mitic-02].

$$n'_{The} = \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} \right)_T = 1 + \frac{\mu (b \hbar)^{3/2}}{2KT \sqrt{2\pi} (\mu)} \left(\frac{\sigma}{\mu} \right)^{1/2}$$

Pour le glissement basal, avec un vecteur de Burgers parfait $1/3 [11\bar{2}0]$, et des contraintes dans l'intervalle [35 MPa, 50 MPa], n'The varie de 3,2 à 3,6. Les valeurs de n'exp, [3.8 - 4.5] sont un peu supérieures à celles de n'The [3.2 – 3.6] de l'ordre de 10% à 20%. On peut considérer que les valeurs expérimentales sont globalement en accord avec les valeurs théoriques [Mitic-02]. Le fait qu'elles varient peu d'un bicristal à l'autre,

témoigne probablement de la prédominance du glissement basal dans les mécanismes de déformation de tous les bicristaux.

Conclusion

Une analyse approfondie de la cristallographie des bicristaux a permis de déterminer les paramètres d'orientation, de température et de contrainte permettant une déformation des bicristaux par glissement basal en évitant le maclage. La découpe finale envisagée permet aussi en principe d'obtenir une déformation plus importante d'un des deux cristaux, ce qui est le cas pour le bicristal dopé au magnésium.

Les observations au microscope optique montrent que le glissement basal recherché a bien été activé.

Les paramètres macroscopiques de la déformation sont difficiles à évaluer compte tenu du nombre peu élevé d'essais, leur analyse n'était pas un objectif prioritaire de l'étude. L'objectif était de parvenir à introduire un nombre suffisant de défauts pour étudier les mécanismes d'interaction entre dislocations et joints de grains. Cela fait l'objet du chapitre suivant. On peut cependant retenir que la vitesse de déformation est plus faible en présence d'yttrium, confirmant des résultats antérieurs. De même, les coefficients de sensibilité à la contrainte, similaires pour tous les bicristaux, sont en accord avec ceux de la littérature lorsque la déformation met en jeu le glissement basal.

Bibliographie

[Bild-76]: Bilde-Sørensen J.B., Thölen A.R., Gooch D.J., Groves G.W., "Structure of the $\langle 0110 \rangle$ Dislocation in Sapphire", **Philosophical Magazine**, Vol 33(6), 877-899, (1976).

[Cado-78]: Cadoz J.L., "Etude de la Déformation Plastique de L'alumine α Suivant le Système de Glissement Prismatique", Thèse de Doctorat Université de Paris-Sud, (1978).

[Cann-80]: Cannon R.M., Rhodes W.H., Heuer A.H., "Plastic Deformation of Fine-Grained Alumina (Al₂O₃) I, Interface-Controlled Diffusional Creep", **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 63, 46-53, (1980).

[Cast-81]: Castaing J., Cadoz J., Kirby S.H., "Prismatic Slip of Al₂O₃ Single Crystals Below 1000°C in Compression Under Hydrostatic Pressure", **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 64, 504-511, (1981).

[Cast-97]: Castaing J., Muñoz A., Garcia D.G., Rodriguez A.D., "Basal Slip in Sapphire (α -Al₂O₃)", **Materials Science and Engineering A**, Vol 233, 121-125, (1997).

[Cho-97]: Cho J., Harmer M.P., Chan H.M., Rickman J.M., Thompson A.M., "Effect of Yttrium and Lanthanum on the Tensile Creep Behavior of aluminum Oxide", **Journal of American Ceramic Society**, Vol 80(4), 1013-1017, (1997).

[Gooc-72]: Gooch D.J., Groves G.W., "Prismatic Slip in Sapphire", **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 55, 105-105, (1972).

[Klas-70]: Klassen-Neklyudova M.V., Govorkov V.G., Urusovskaya A.A., Voinova N.N., Kozlovskaya E.E., "Plastic Deformation of Corundum Single Crystals", **Physica Status Solidi**, Vol 39, 679-688, (1970).

[Kotc-80]: Kotchick D.M., Tressler R.E., "Deformation Behavior of Sapphire Via the Prismatic Slip System", **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 63, 429-434, (1980).

[Lang-85]: Langdon T.G., "Dislocations and properties of real materials", **The Institute of Metals, London** (1985).

[Mitic-02]: Mitchell T.E., Hirth J.P., Misra A., “*Apparent Activation Energy and Stress Exponent in Materials with a High Peierls Stress*“, **Acta Materialia**, Vol 50, 1087-1093, (2002).

[Poir-76] : Poirier J.P., “*Plasticité à Haute Température des Solides Cristallins*“, **Eyrolles, Paris**, (1976).

[Poir-85]: Poirier J.P., “*Creep of Crystals: High-Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals*“, **Cambridge University Press**, (1985).

[Rodr-08]: Rodriguez C.M., Castaing J., Munoz A., Veyssi re P., Rodriguez D. A., “*Analysis of a Kink Pair Model Applied to a Peierls Mechanism in Basal and Prism Plane Slips in Sapphire (α -Al₂O₃) Deformed Between 200° and 1800°C*“, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 91, 1612-1617, (2008).

[Sche-60]: Scheuplein R., Gibbs P., “*Surface Structure in Corundum: I, Etching of Dislocations*“, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 43, 458-472, (1960).

[Scot-83]: Scott W.D., Orr K.K., “*Rhombohedral Twinning in Alumina*“, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 66, 27-32, (1983).

[Yusu-04]: Yasuda S., Yoshida H., Yamamoto T., Sakuma T., “*Improvement of High-temperature Creep Resistance in Polycrystalline Al₂O₃ by Cations Co-doping*“, **Materials Transactions**, Vol 45(7), 2078-2082, (2004).

Chapitre 4 : Calcul de l'énergie d'interaction élastique dislocation- joint de grains

Chapitre 4 : Calcul de l'énergie d'interaction élastique dislocation-joint de grains

Le joint de grains peut jouer le rôle de puits et/ou de source de dislocations. Les forces qui induisent le déplacement d'une dislocation de matrice résultent de la contrainte appliquée et des contraintes internes liées à la présence d'autres dislocations et du joint. Les forces de freinage sont associées à tous les phénomènes d'ancrage et à basse température, au frottement du réseau (force de PEIERLS). Parmi les différentes forces, la force image est celle associée à l'interaction élastique « dislocation-joint ».

Sur la base de la théorie de l'élasticité anisotrope, l'énergie dont dérive la force image est calculée pour les bicristaux d'alumine avec un plan de joint de macles rhomboédrique $\{01\bar{1}2\}$ et un plan de joint moins dense $\{01\bar{1}5\}$.

Ce chapitre comprend deux parties :

La première constitue un bref exposé de la théorie de l'élasticité linéaire anisotrope dans le cadre de laquelle est développé le concept de la force image.

La seconde expose les résultats du calcul de l'énergie d'interaction élastique dislocation-joint qui sont représentés sous forme de cartes d'isoénergie.

4.1 Concept de la force image

Dans un bicristal de matériaux élastiquement anisotropes, le bilan des forces s'exerçant sur une dislocation de matrice comprend un terme lié à la présence de l'interface et qualifié de « force image » par analogie avec la « charge image » en électrostatique.

La force image est due à la discontinuité du champ de contraintes de la dislocation au passage du joint de grains. La discontinuité est due à la modification du tenseur des constantes élastiques. Cette modification est liée à la nature élastiquement différente des deux cristaux ou à leur désorientation d'un coté et de l'autre du joint de grains.

4.2 Théorie de l'élasticité linéaire anisotrope

4.2.1 Dislocation dans le monocristal

Soit une dislocation parallèle à l'axe Ox_3 d'un repère orthonormé (Ox_1, Ox_2, Ox_3) dans un milieu élastique anisotrope.

Les contraintes σ sont liées aux déformations ε par :

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} = \sigma_{ji} \quad (4.1)$$

Et les déformations aux déplacements U par :

$$\varepsilon_{kl} = \frac{1}{2} \left[\frac{\partial U_k}{\partial x_l} + \frac{\partial U_l}{\partial x_k} \right] = \varepsilon_{lk} \quad (4.2)$$

En déformation plane, σ et ε ne dépendent que de x_3 ,

A l'équilibre, en l'absence de forces :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = 0 \quad \text{pour} \quad i, j = 1, 2, 3 \quad (4.3)$$

$$\sigma_{i\alpha} = c_{i\alpha k\beta} \cdot \frac{\partial U_k}{\partial x_\beta} \quad i, k = 1, 2, 3 \quad (4.4)$$

$$\alpha, \beta = 1, 2$$

En remplaçant $\sigma_{i\alpha}$ dans (4.3) par son expression dans (4.4) :

$$c_{iak\beta} \cdot \frac{\partial^2 U_k}{\partial x_\alpha \partial x_\beta} = 0 \quad i = 1,2,3 \quad (4.5)$$

L'expression (4.5) est un système de trois équations aux dérivées partielles en U dont la solution est de la forme :

$$\begin{aligned} U_k &= A_k f(\eta) \\ \eta &= x_1 + p x_2 \end{aligned} \quad (4.6)$$

Où p et A_k sont des constantes et $f(\eta)$ une fonction analytique.

En substituant dans (4.5) U par son expression dans (4.6) :

$$[c_{i1k1} + (c_{i1k2} + c_{i2k1}) p + c_{i2k2} \cdot p^2] \cdot A_k \frac{\partial^2 f}{\partial \eta^2} = 0 \quad (4.7)$$

et sous forme contractée après simplification :

$$a_{ik} \cdot A_k = 0 \quad (4.8)$$

Le système d'équations linéaires (4.8) n'a de solution non nulle que si le déterminant de la matrice $\{a_{ik}\}$ est nul :

$$I\{a_{ik}\}I=0 \quad (4.9)$$

L'expression (4.9) est une équation du sixième degré en p.

Pour chaque racine $p_n, n=1, \dots, 6$, il existe un ensemble de constantes $A_k(n)$ satisfaisant à l'équation (4.8). Les racines p_n sont des paires de nombres complexes conjugués :

$$p_4 = p_1^*, \quad p_5 = p_2^*, \quad p_6 = p_3^*$$

de même que les constantes $A_k(n)$ et les variables η .

$$A_k(4) = A_k(1)^* \quad \eta_4 = \eta_1^*$$

$$A_k(5) = A_k(2)^* \quad \eta_5 = \eta_2^*$$

$$A_k(6) = A_k(3)^* \quad \eta_6 = \eta_3^*$$

Choisissant $A_3(n) = 1$

$$A_1(n) = \frac{|a_{12}(n)a_{13}(n)|}{|a_{22}(n)a_{23}(n)|} \div \frac{|a_{11}(n)a_{12}(n)|}{|a_{21}(n)a_{22}(n)|}$$

$$A_2(n) = \frac{|a_{11}(n)a_{13}(n)|}{|a_{21}(n)a_{23}(n)|} \div \frac{|a_{11}(n)a_{12}(n)|}{|a_{21}(n)a_{22}(n)|}$$

$$A_3(n) = 1$$

Comme les déplacements U sont réels :

$$U_k = \operatorname{Re} \sum_{n=1}^3 A_k(n) \cdot f_n(\eta_n) \quad (4.10)$$

La fonction analytique f est de forme :

$$f_n(\eta_n) = -\frac{D(n)}{2\pi i} \operatorname{Ln} \eta_n \quad (4.11)$$

où D est le défaut de fermeture de la fonction f pour un circuit autour de la ligne de dislocation; Avec :

$$\Delta U_k = b_k \quad (4.12)$$

b_k composante du vecteur de Burgers de la dislocation, on obtient alors

$$\operatorname{Re} \left[\sum_{n=1}^3 \pm A_k(n) \cdot D(n) \right] = b_k \quad (4.13)$$

Si la partie imaginaire de p est positive, on considère le signe (+) et inversement.

A l'équilibre, la résultante des forces sur la dislocation est nulle, ce qui se traduit par :

$$\operatorname{Re} \left[\sum_{n=1}^3 \pm B_{i2k}(n) \cdot A_k(n) \cdot D(n) \right] = 0 \quad (4.14)$$

$$B_{ijk}(n) = c_{ijk1} + c_{ijk2} \cdot P_n \quad (4.15)$$

les déplacements sont alors :

$$U_k = \operatorname{Re} \left[-\frac{1}{2\pi i} \sum_{n=1}^3 A_k(n) \cdot D(n) \cdot \operatorname{Ln} \eta(n) \right] \quad (4.16)$$

et les contraintes :

$$\sigma_{ij} = \text{Re} \left[-\frac{1}{2\pi i} \sum_{n=1}^3 B_{i_j k} (n) \cdot A_k (n) \cdot D(n) \cdot \eta^{-1} (n) \right] \quad (4.17)$$

l'énergie de ligne est :

$$\frac{W}{L} = \frac{K b^2}{4 \pi} \ln \frac{R}{r_0} \quad (4.18)$$

$$K b^2 = b_i \cdot \text{Im} \left[\sum_{n=1}^3 B_{i2k} \cdot A_k (n) \cdot D(n) \right] \quad (4.19)$$

Quand la ligne de dislocation n'est pas une direction de haute symétrie, il n'y pas d'expression analytique simple du champ élastique, il est alors nécessaire de reformuler les solutions en vue de leur traitement numérique. Ces formulations sont toutes basées sur le formalisme SEXTIQUE développé par Stroh [Stro-62] et le formalisme INTEGRAL développé par Barnett et Lothe [Barn-71 ; Barn-73].

a- Formalisme de STROH

Soit un trièdre direct (m, n, t) et une ligne de dislocation parallèle à t (figure 4-38).

Les déplacements **u** sont décrits par :

$$\mathbf{U} = \frac{D}{2\pi i} \cdot \mathbf{A} \cdot \ln \eta \quad (4.20)$$

$$\eta = m \cdot x + pn \cdot x \quad (4.21)$$

par substitution de **u** dans l'équation (4.5) et en multipliant par η^2 on obtient :

$$\{ (m \ m) + [(m \ n + n \ m)] p + (n \ n) \cdot p^2 \} \mathbf{A} = 0 \quad (4.22)$$

où les termes du type (mm) sont des matrices 3x3.

Au vecteur **A**, on associe un vecteur **L**, tel que :

$$\mathbf{L} = - [(nm) + p (nn)] \mathbf{A} \quad (4.23)$$

L et **A** sont combinés pour former un vecteur **Γ** à six dimensions :

$\mathbf{\Gamma} = (A_1, A_2, A_3, L_1, L_2, L_3)$ à partir de cette définition l'équation (4.22) devient une équation aux valeurs propres en p :

$$\mathbf{N} \cdot \mathbf{\Gamma} = p \cdot \mathbf{\Gamma} \quad (4.24)$$

Où N est une matrice 6 x6 constituée de quatre blocs 3 x 3.

$$N = \begin{bmatrix} -(\mathbf{n} \mathbf{n})^{-1} \cdot (\mathbf{n} \mathbf{m}) & -(\mathbf{n} \mathbf{n})^{-1} \\ -[(\mathbf{m} \mathbf{n})(\mathbf{n} \mathbf{n})^{-1} \cdot (\mathbf{n} \mathbf{m}) - (\mathbf{m} \mathbf{m})] & -(\mathbf{m} \mathbf{n})(\mathbf{n} \mathbf{n})^{-1} \end{bmatrix} \quad (4.25)$$

L'équivalence avec l'équation (4.22) peut être vérifiée directement en substituant l'équation (4.23) dans (4.24) et en utilisant la propriété $(\mathbf{n} \mathbf{n})^{-1} \cdot (\mathbf{n} \mathbf{n}) = 1$

Les expressions des déplacements, contraintes et énergie sont alors :

$$\mathbf{u} = \frac{1}{2\pi i} \sum_{\alpha=1}^6 \pm A_{\alpha} [L_{\alpha} \cdot \mathbf{b}] \text{Ln } \eta_{\alpha} \quad (4.26)$$

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{2\pi i} \sum_{\alpha=1}^6 \pm c_{ijkl} [m_l + p_{\alpha} n_l] A_{\alpha k} [L_{\alpha} \cdot \mathbf{b}] \frac{1}{\eta_{\alpha}} \quad (4.27)$$

$$\frac{W}{L} = -\frac{1}{4\pi i} \cdot \left(\text{Ln } \frac{R}{r_0} \right) \cdot \sum_{\alpha=1}^6 \pm [b \cdot L_{\alpha}] \cdot [L_{\alpha} \cdot b] \quad (4.28)$$

b- Formalisme INTEGRAL

On considère deux trièdres directs $(\mathbf{m}, \mathbf{n}, \mathbf{t})$ et $(\mathbf{m}_0, \mathbf{n}_0, \mathbf{t})$ tournés l'un par rapport à l'autre d'un angle Φ . La ligne de dislocation est parallèle à \mathbf{t} (figure 4-1) [Hirt-82].

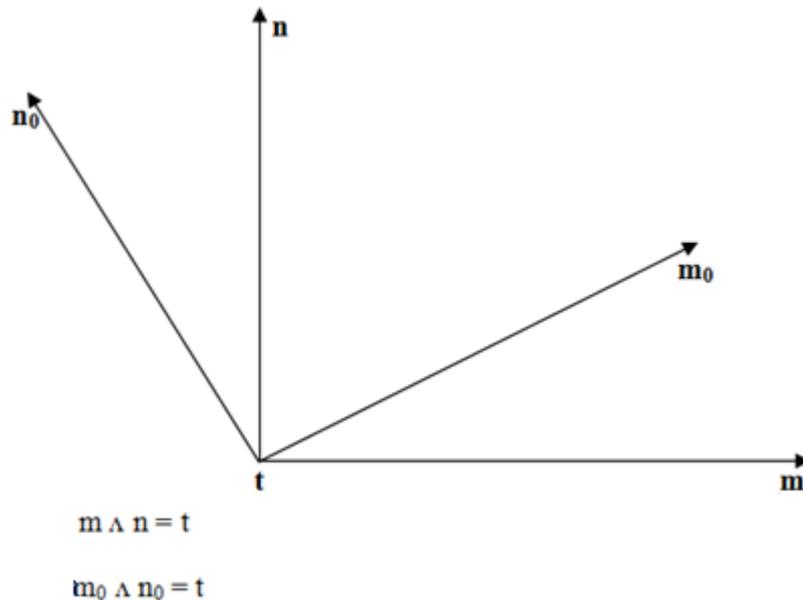


Figure 4-1 : Référentiels pour les formalismes INTEGRAL et de STROH. La ligne de dislocation est parallèle à \mathbf{t}

L'équation aux valeurs propres (4.24) devient :

$$N(\Phi) \cdot \Gamma_{\alpha}(\Phi) = p_{\alpha}(\Phi) \Gamma_{\alpha}(\Phi) \quad (4.29)$$

et la valeur moyenne de l'opérateur $N(\Phi)$ est :

$$\langle N \rangle = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} N(\Phi) \cdot d\Phi \quad (4.30)$$

et peut être écrite sous la forme :

$$\langle N \rangle = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} N(\Phi) \cdot d\Phi = \begin{bmatrix} S & Q \\ B & S^T \end{bmatrix} \quad (4.31)$$

Avec

$$S = - \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} (n n)^{-1} \cdot (n m) d\Phi \quad (4.32)$$

$$Q = - \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} (n n)^{-1} \cdot d\Phi \quad (4.33)$$

$$B = - \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} [(m n) \cdot (n n)^{-1} \cdot (n m) - (m m)] d\Phi \quad (4.34)$$

$$S^T = - \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} (m n) \cdot (n n)^{-1} \cdot d\Phi \quad (4.35)$$

Les matrices réelles S , Q , B , S^T , sont d'ordre 3 et ne dépendent que de la direction de la dislocation.

4.2.2 Dislocation à l'interface

Soient deux milieux élastiques, semi-infinis (1) et (2) collés l'un à l'autre par une interface plane et une dislocation rectiligne dans le milieu (1) parallèle à l'interface et à une distance « l » de celle-ci (figure 4-2) [Hirt-88].

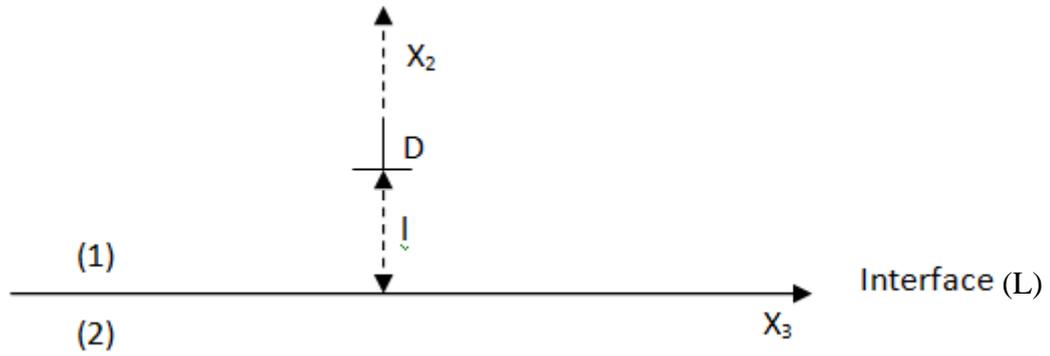


Figure 4-2 : Configuration géométrique utilisée pour le calcul de l'interaction entre une dislocation D rectiligne située à une distance l et parallèle à l'interface L. L'interface sépare les milieux (1) et (2).

Dans une telle configuration les contraintes s'étendent à l'infini et varient en fonction de l'inverse de la distance à la ligne de dislocation. Considérons l'énergie élastique contenue dans un cylindre dont l'axe est la ligne de dislocation et le rayon R (R grand devant l) et soit r_0 le rayon de cœur de la dislocation (figure 4-3).

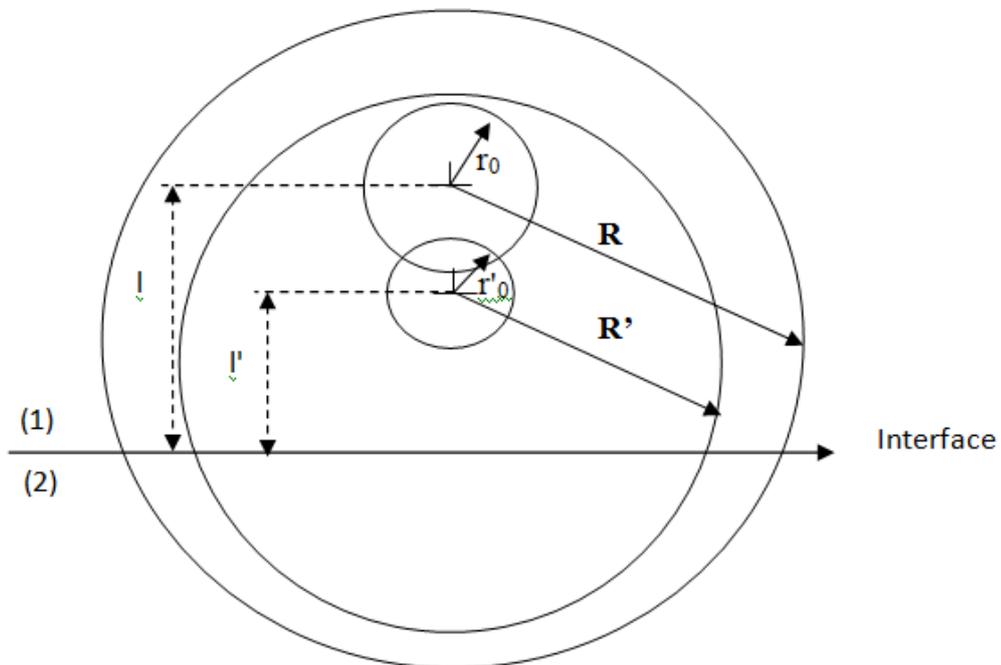


Figure 4-3: Schéma définissant les paramètres intervenant dans le calcul de l'énergie d'une dislocation interfaciale

Si l varie de δl , les déplacements sur le bord du cylindre de rayon R varient de δu tels que :

$$\delta u = (l/R). \delta l \quad (4.36)$$

L'énergie élastique E par unité de longueur, résultant du déplacement de la dislocation est proportionnelle à :

$$(l/R^2) . \delta l . 2\pi R \quad (4.37)$$

Elle est transmise à travers le cylindre de rayon R . Cette énergie tend vers zéro quand R tend vers l'infini. Dans la limite où le rayon R du cylindre reste grand devant l , l'énergie hors du cylindre peut être considérée comme indépendante de l .

La variation de l'énergie élastique avec l peut donc être calculée en ne considérant que l'énergie à l'interface d'un cylindre de rayon R , R suffisamment grand.

Supposons que la dislocation se rapproche de l'interface à une distance l' telle que $l' < l$.

Si le rayon de cœur r_0 est changé en r_0' tel que

$$r_0' = (l'/l) r_0 \quad (4.38)$$

et si celui du cylindre R est changé en R' tel que :

$$R' = (l'/l) R \quad (4.39)$$

Alors l'énergie dans la couronne cylindrique de rayons R' et R est inchangée par invariance d'échelle. En revanche, si r_0 et R sont gardés constants, l'énergie dans la couronne varie de :

$$\Delta W = E^{(1)}. \ln (r_0 / r_0') - Q \quad (4.40)$$

Avec:

$E^{(1)}$: facteur pré logarithmique de l'énergie pour une dislocation dans le milieu (1) infini.

Q : énergie élastique dans le bicristal entre les deux cylindres de rayon R et R' .

Comme R est très grand devant l , les contraintes à la frontière entre les deux cylindres de rayons R et R' peuvent être considérées comme dues à une dislocation située à l'interface entre les deux milieux (1) et (2).

Dans ces conditions, la quantité Q devient l'énergie d'une dislocation interfaciale :

$$Q = E^{(1/2)} \cdot \ln(R / R') \quad (4.41)$$

Où $E^{(1/2)}$ est le facteur pré logarithmique de l'énergie pour une dislocation interfaciale.

Le facteur $E^{(1/2)}$ peut être déterminé à partir de la théorie de l'élasticité anisotrope en considérant les conditions suivantes :

- continuité des déplacements à l'interface.
- continuité des contraintes à l'interface.
- nullité de résultante des forces sur la dislocation.

Selon le formalisme de STROH, son expression est :

$$E^{(1/2)} = - \frac{1}{2\pi i} \sum_{\alpha=1}^6 D^{(1)}_{\alpha} \cdot L^{(1)}_{\alpha} \cdot b \quad (4.42)$$

b : vecteur de Burgers de la dislocation

Par le formalisme intégral, on obtient :

$$E^{(1/2)} = \frac{1}{4\pi} \cdot b \cdot B^{(1/2)} \cdot b \quad (4.43)$$

Avec

$$[B^{(1/2)}]^{-1} = \frac{1}{2} (B^{-1}_{(1)} + B^{-1}_{(2)}) + \frac{1}{2} \cdot (B^{-1}_{(1)} \cdot S^T_{(1)} + S_{(2)} \cdot B^{-1}_{(2)}) \cdot B_{(2)} \cdot (B_{(1)} + B_{(2)})^{-1} \cdot B_{(1)} \cdot (B^{-1}_{(1)} \cdot S^T_{(1)} + S_{(2)} \cdot B^{-1}_{(2)}) \quad (1.44)$$

Où B , S , S^T sont les matrices précédemment définies et relatives aux milieux (1) et (2) respectivement (cf.4.2.1.b).

Ce calcul de l'énergie d'une dislocation interfaciale permet d'approcher l'effet de celle-ci sur une dislocation de matrice, et en particulier de résoudre le problème du calcul de la force image.

4.3 Force image

4.3.1 Historique

Head [Head-53] aborde le problème en considérant trois types d'interfaces :

- la surface libre
- l'interface rigide, modèle d'un joint de grains à basse température.
- l'interface glissante, modèle d'un joint de grains à haute température.

Son approche ne fait pas référence au terme interfacial $E^{(1/2)}$ mais prend seulement en compte les énergies $E^{(1)}$ d'une dislocation dans le cristal (1) et $E^{(2)}$ l'énergie de son image dans le cristal (2) dont le vecteur de Burgers est tel que :

$$(b_{\text{image}}/b) = (E^{(2)} - E^{(1)}) / (E^{(2)} + E^{(1)}) \quad (4.45)$$

Selon les valeurs relatives de $E^{(1)}$ et de $E^{(2)}$, la dislocation est attirée ou repoussée par le joint de grains.

Appliquée à l'étude des dislocations vis dans les matériaux cubiques, cette approche donne les résultats suivants :

Dans le fer la dislocation vis $a/2\langle 111 \rangle$ est repoussée quelle que soit l'orientation relative des deux cristaux. La répulsion est maximale pour la condition $[111]_1 // [100]_2$

Dans le cuivre la dislocation vis $a/2 \langle 110 \rangle$ subit une force image dont le signe varie avec l'orientation relative des cristaux ; la répulsion est maximale pour $[110]_1 // [100]_2$ et l'attraction l'est pour $[110]_1 // [111]_2$.

Les conclusions de cette approche qualitative sont réexaminées par Chou [Chou-66] qui calcule la force image dans le cas particulier où les grains adjacents ont un plan de symétrie perpendiculaire à la ligne de dislocation. Ses résultats mettent en valeur l'insuffisance de l'approche de Head.

Les calculs sont étendus à des situations moins particulières d'une part par Tucker [Tuck-69] et d'autre part par Gemperlova et Saxl [Gemp-68-a].

Gemperlova [Gemp-68-b] étudie de manière plus détaillée les force images pour différentes configurations « joints de grains –dislocations » dans les matériaux de

structure cubique centrée. Ses résultats confirment ceux de Head en ce qui concerne la dislocation vis et précisent la relation liant la force image aux paramètres cristallographiques :

- la force image est nulle, quelle que soit la désorientation quand la ligne de dislocation et celle qui lui est parallèle dans le deuxième grain sont toutes deux soit $\langle 100 \rangle$ soit $\langle 111 \rangle$

- les dislocations coin ou mixte sont attirées ou repoussées selon la désorientation alors que, indépendamment de la désorientation, les dislocations vis sont, soit toujours attirées soit toujours repoussées selon que le coefficient d'anisotropie A est inférieur ou supérieur à l'unité.

Le calcul de la force image a été ensuite résolu en considérant l'énergie $E^{(1)}$ de la dislocation dans le cristal (1) infini et l'énergie $E^{(1/2)}$ de la même dislocation à l'interface.

Son expression pour la configuration de la figure (2) à été obtenue par Barnett et Lothe [Barn-74]:

$$F = - [E^{(1/2)} - E^{(1)}] / l \quad (4.46)$$

Pour un vecteur de Burgers et un bicristal donné, le terme $E^{(1/2)}$ ne dépend que de l'orientation de la ligne de dislocation; il en découle que la force image est identique pour toutes les interfaces ayant la ligne de dislocation pour axe de zone, son signe dépend des valeurs relatives de $E^{(1)}$ et de $E^{(1/2)}$

Si $E^{(1)} > E^{(1/2)}$: la dislocation est attirée vers l'interface.

Si $E^{(1)} < E^{(1/2)}$: la dislocation est repoussée de l'interface.

Si $E^{(1)} = E^{(1/2)}$: la force image est nulle.

Le cas d'une ligne de dislocation non parallèle à l'interface a été résolu par Belov [Belov-83]. Et celui d'une dislocation émergente d'une interface par Lothe [Lothe-82].

4.3.2 Force image dans les matériaux de structure cubique

La force image subie par une dislocation proche et parallèle au joint de grains est étudiée en fonction de la désorientation du joint de grains dans le fer de structure C.C., en se basant sur la théorie de l'élasticité anisotrope, par Khalfallah et al [Khal-90].

Cette étude a montré que la force image agissant sur la dislocation est négligeable pour des situations de haute symétrie où le vecteur de Burgers de la dislocation est parallèle à l'axe de rotation, $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$. Ceci est vrai quel que soit la ligne de dislocation et l'angle de rotation. D'un autre côté quand l'axe de rotation n'est pas un axe de haute symétrie et ne possède pas une relation simple avec le vecteur de Burgers la force image devient comparable aux contraintes internes.

Les travaux ont été étendus à d'autres matériaux de structure C.C par Khalfallah et al [Khal-93]. Les plus importants résultats de cette étude sont :

- Dans le cas d'une interface hétérophase entre deux cristaux (1) et (2), la force image sur une dislocation est toujours soit attractive soit répulsive selon la valeur moyenne des constantes élastiques.

- L'interaction entre le joint de grains et la dislocation ne peut être prédite dans le détail par la seule considération de la valeur du coefficient d'anisotropie A et le facteur d'anisotropie H .

- Dans le cas des matériaux avec $A > 1$, (A facteur d'anisotropie) la dislocation vis est repoussée du joint de grains dans le polycristal.

L'extension de l'étude aux matériaux de structure CFC par Priester et al [Pri-94] a montré que :

- La force image peut avoir des valeurs très importantes et différentes négatives ou positives.

- La dislocation vis dans la majorité des cas est repoussée du joint de grains

- Les effets de la force image dépendent de la magnitude du facteur d'anisotropie H , mais peuvent aussi différer avec la nature du matériau (conducteur ou semi conducteur).

L'intensité de la force image est d'un ordre de grandeur comparable à celle des autres forces élastiques et doit être prise en compte dans l'analyse de l'interaction entre le joint de grains et la dislocation.

4.3.3 Calcul de l'énergie d'interaction

Nous nous proposons d'étudier la variation de l'énergie d'interaction dislocation-joint de grains pour les dislocations du système du glissement basal pour le plan de joint de macles rhomboédriques $\{01\bar{1}2\}$, et le plan de joint moins dense $\{01\bar{1}5\}$. Rappelons que dans un bicristal de matériau anisotrope une dislocation parallèle à l'interface subit une force image dont l'expression est :

$$F = - (\Delta E / d) \quad \text{avec} \quad \Delta E = E^{(1/2)} - E^{(1)}$$

Où d est la distance de la dislocation au joint et ΔE la différence des coefficients prélogarithmiques entre l'énergie de la dislocation à l'interface et celle de la même dislocation située dans le cristal (1) infini. Cette force est attractive ou répulsive selon le signe de ΔE .

Les facteurs prélogarithmiques, $E^{(1/2)}$ et $E^{(1)}$, n'ont pas d'expressions analytiques simples. Il est nécessaire de calculer ΔE numériquement, pour chaque configuration dislocation-joint de grains, à partir du formalisme intégral de la théorie de l'élasticité anisotrope.

Les coefficients $E^{(1/2)}$ et $E^{(1)}$ sont obtenus dans le cadre du formalisme intégral comme suit :

$$E^{(1)} = \mathbf{b} \cdot \mathbf{B}^{(1)} \cdot \mathbf{b} \quad (4.47)$$

Où \mathbf{b} est le vecteur de Burgers de la dislocation objet et \mathbf{B} est le bloc sud de la matrice \mathbf{N} (6x6) :

$$\mathbf{N}^{(1)} = \begin{bmatrix} \mathbf{S} & \mathbf{Q} \\ \mathbf{B} & \mathbf{S}^T \end{bmatrix} \quad (4.48)$$

$\mathbf{N}^{(1)}$ est évalué dans le référentiel (I) lié aux axes du cube du cristal (1). Pour le calcul de $E^{(1/2)}$ il est nécessaire de déterminer la matrice $\mathbf{N}^{(2)}$ relative à la dislocation image. Elle est calculée dans le référentiel (II) lié aux axes du cube du cristal (2). Elle est ensuite exprimée dans le référentiel (I) par :

$$N^{(2)}_{(I)} = \begin{bmatrix} R & 0 \\ 0 & R \end{bmatrix} N^{(2)}_{(II)} \begin{bmatrix} R^T & 0 \\ 0 & R^T \end{bmatrix} \quad (4.49)$$

Où R est la matrice de rotation entre les deux cristaux. ayant $N^{(2)}_{(I)}$, on détermine $N^{(1/2)}$

$$N^{(1/2)} = -2 [N^{(1)} + N^{(2)}]^{-1} \quad \text{et} \quad E^{(1/2)} = \mathbf{b} \cdot \mathbf{B}^{(1/2)} \cdot \mathbf{b} \quad (4.50)$$

Les valeurs numériques des facteurs prélogarithmiques deviennent exploitables en les reportant sur des cartes d'isoénergie.

Pour chaque configuration (R, θ, \mathbf{b}) , les résultats sont reportés sous forme de courbe d'isoénergie sur une projection stéréographique des directions des lignes de dislocations. Le champ de variation de ΔE est découpé en deux intervalles (énergie positive et énergie négative). Les courbes d'isoénergie correspondent aux limites entre des intervalles contigus. L'ensemble de ces lignes pour une configuration donnée constitue une carte d'isoénergie.

D'un point de vue du traitement informatique, la procédure est la suivante :

- Construction du fichier des 1331 directions \vec{t} des lignes de dislocation en indice de Miller $\langle u_i \ v_j \ t \ w_k \rangle$ avec i, j, k , des entiers tel que :

$$-5 \leq i \leq 5, -5 \leq j \leq 5, \text{ et } 0 \leq k \leq 5 : \text{Programme LIN.for}$$

- Normalisation des directions \mathbf{t} des dislocations, des vecteurs du Burgers $\vec{\mathbf{b}}$, et des axes de rotation \mathbf{R} : programme ORTHO.for

- Calcul des coordonnées cartésiennes des pôles des directions de dislocations et construction de la projection stéréographique pour chaque configuration : programme PROJHEX.for

- Calcul de l'énergie d'interaction dislocation-joint de grains pour chaque ligne de dislocation : programme CPH41.for et HEX4.for

- Répartition des valeurs de l'énergie d'interaction en deux intervalles, un pour les énergies négatives et l'autre pour les énergies positives : programme TRIPOSI.for et TRINEGA.for

- Tracé des cartes d'isoénergie.

4.3.4 Cartes d'isoénergie

Les énergies d'interaction élastique sont calculées pour les configurations $(\theta, \vec{R}, \vec{b})$ du tableau 4-1. Les résultats sont représentés sous forme de cartes d'isoénergie et d'histogrammes sur les figures 4.4 à 4.9.

Tableau 4-1 : Paramètres cristallographiques et élastiques pour le calcul de l'énergie d'interaction entre dislocation et joint de grains dans l'alumine [Vode-07, Glad-04]

Joint de grains	Dislocation Basale	Constantes élastique (GPa)
<ul style="list-style-type: none"> Joint de macle $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$ Joint général $\{\vec{R} = [5\bar{5}0\bar{1}], \theta = 57^\circ\}$ 	<ul style="list-style-type: none"> $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ $\vec{b}_2 = 1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$ $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ 	$C_{11} = 497.5$ $C_{12} = 162.7$ $C_{13} = 115.5$ $C_{33} = 503.3$ $C_{44} = 147.4$ $C_{66} = 167.4$

Les figures 4-4(a) à 4-9(a) nous donnent les ensembles de directions de ligne de dislocation pour lesquelles la force image est soit attractive (directions en bleu) soit répulsive (directions en rouge).

Les figures 4-4(b) à 4-9(a) nous fournissent les limites inférieures et supérieures des énergies d'interaction et les proportions des nombres de dislocations dans les différents intervalles.

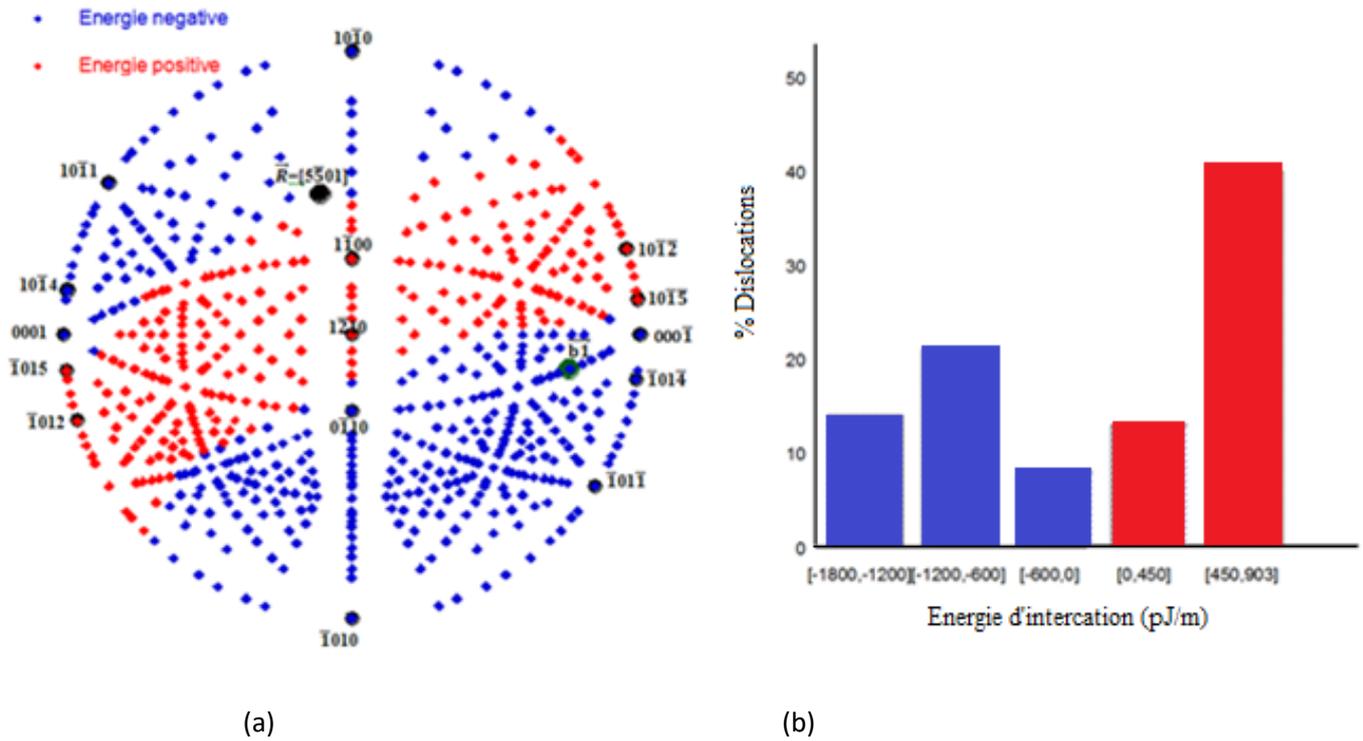


Figure 4-4 : Joint général $\{\vec{R} = [5501], \theta = 57^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$. (a)-Carte d'isoénergie, (b)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction

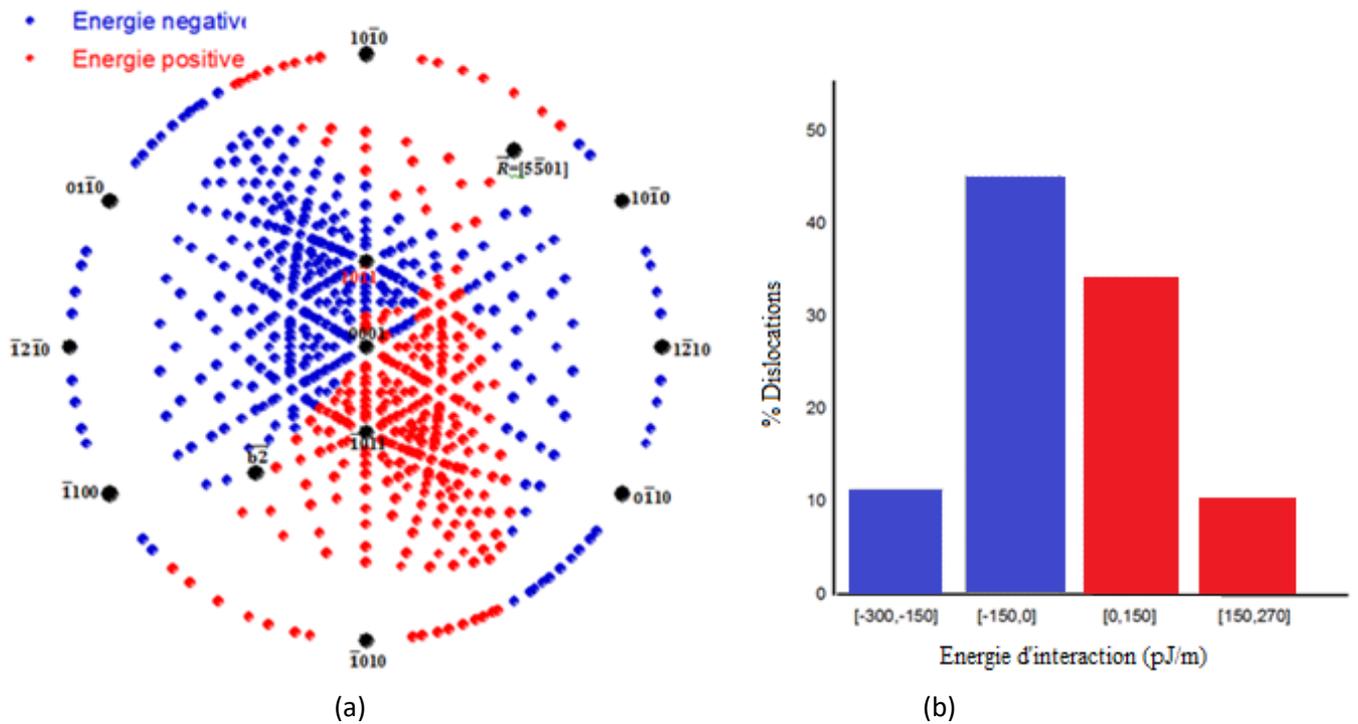
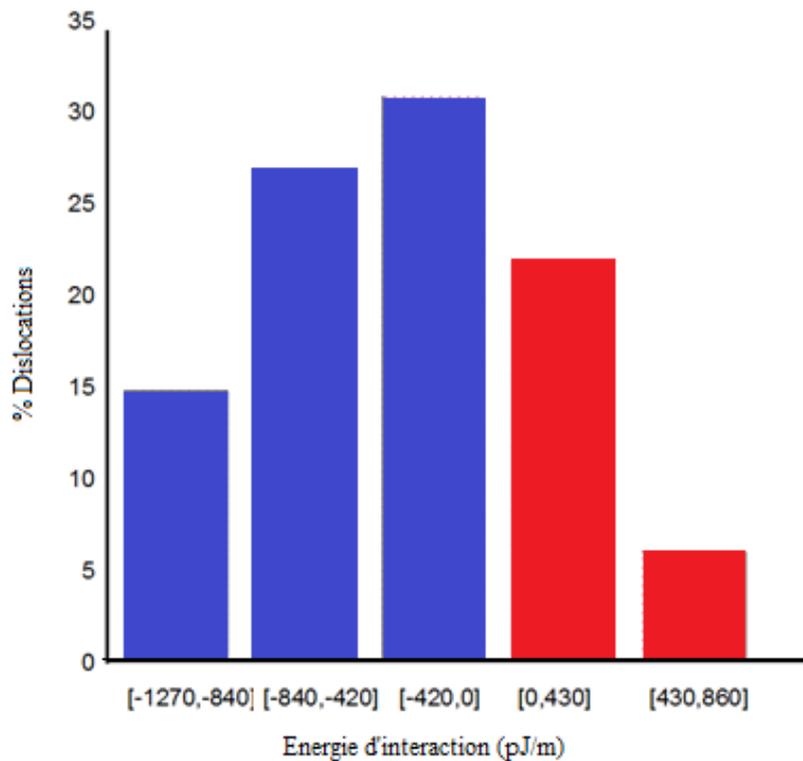
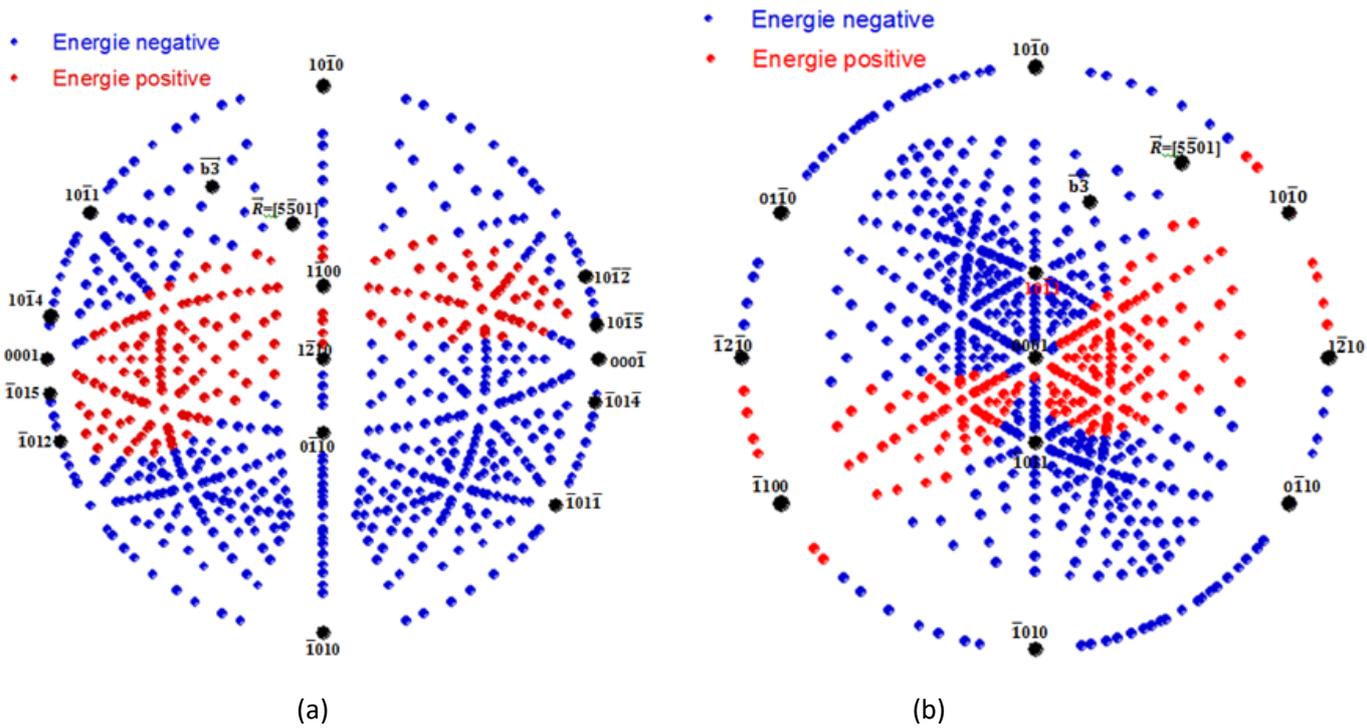


Figure 4-5 : Joint général $\{\vec{R} = [5501], \theta = 57^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_2 = 1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$. (a)-Carte d'isoénergie, (b)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction



(c)

Figure 4-6: Joint général $\{\vec{R} = [5\bar{5}01], \theta = 57^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$.

(a)-Carte d'isoénergie avec la $[1\bar{2}10]$ au centre, (b)-Carte d'isoénergie avec la $[0001]$ au centre, (c)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction

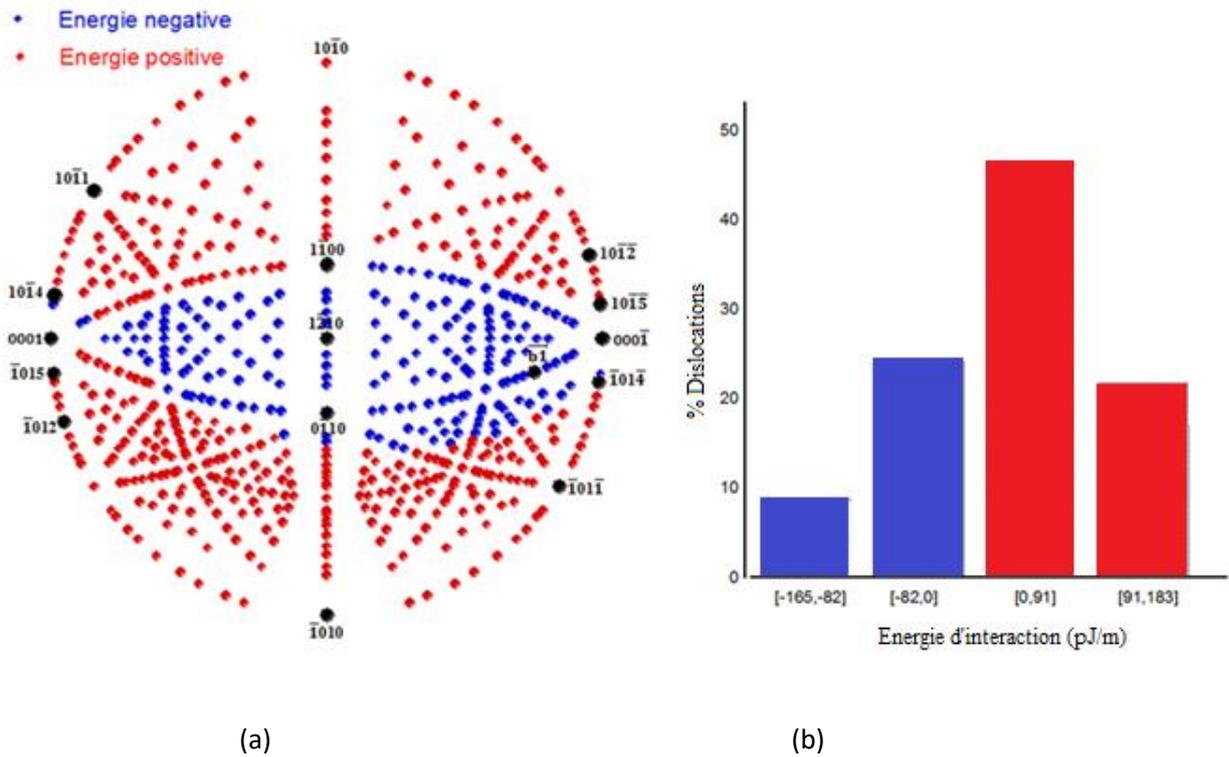


Figure 4-7 : Joint de maclé $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$. (a)-Carte d'isoénergies, (b)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction

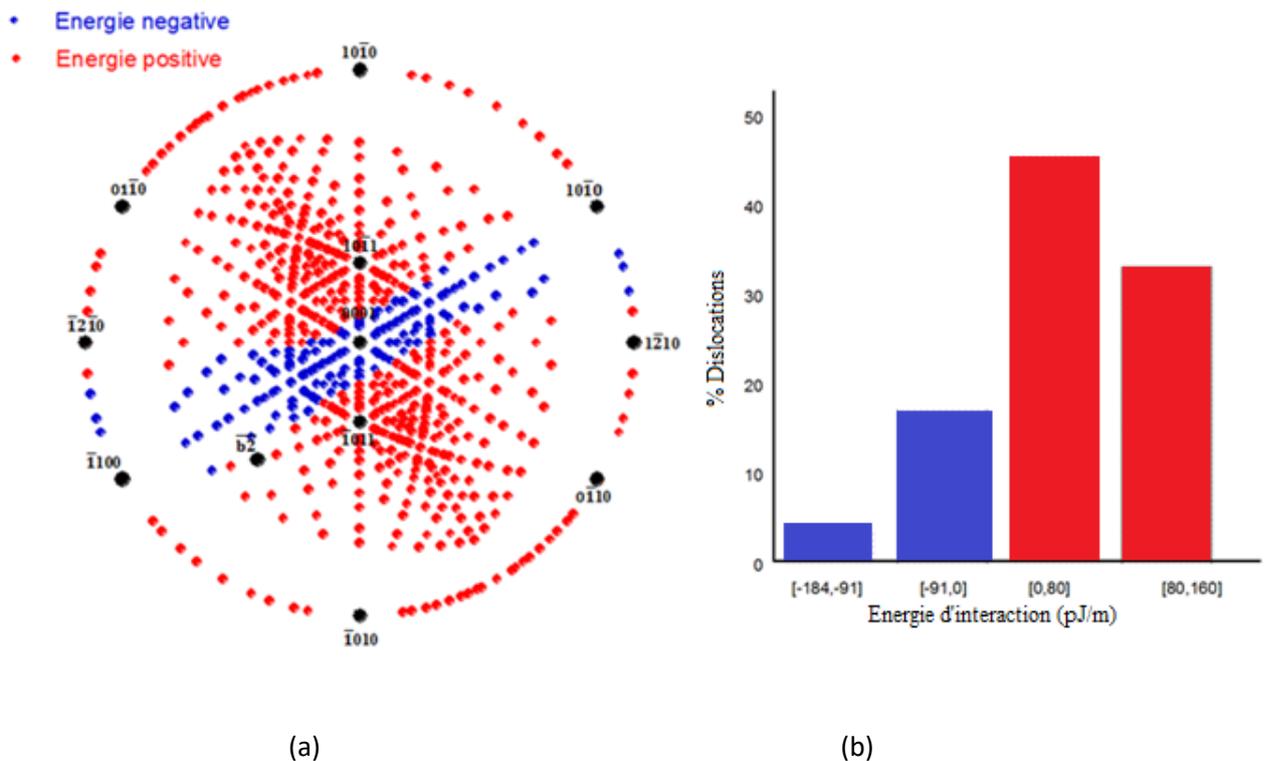


Figure 4-8 : Joint de maclé $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_2 = 1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$. (a)-Carte d'isoénergies, (b)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction

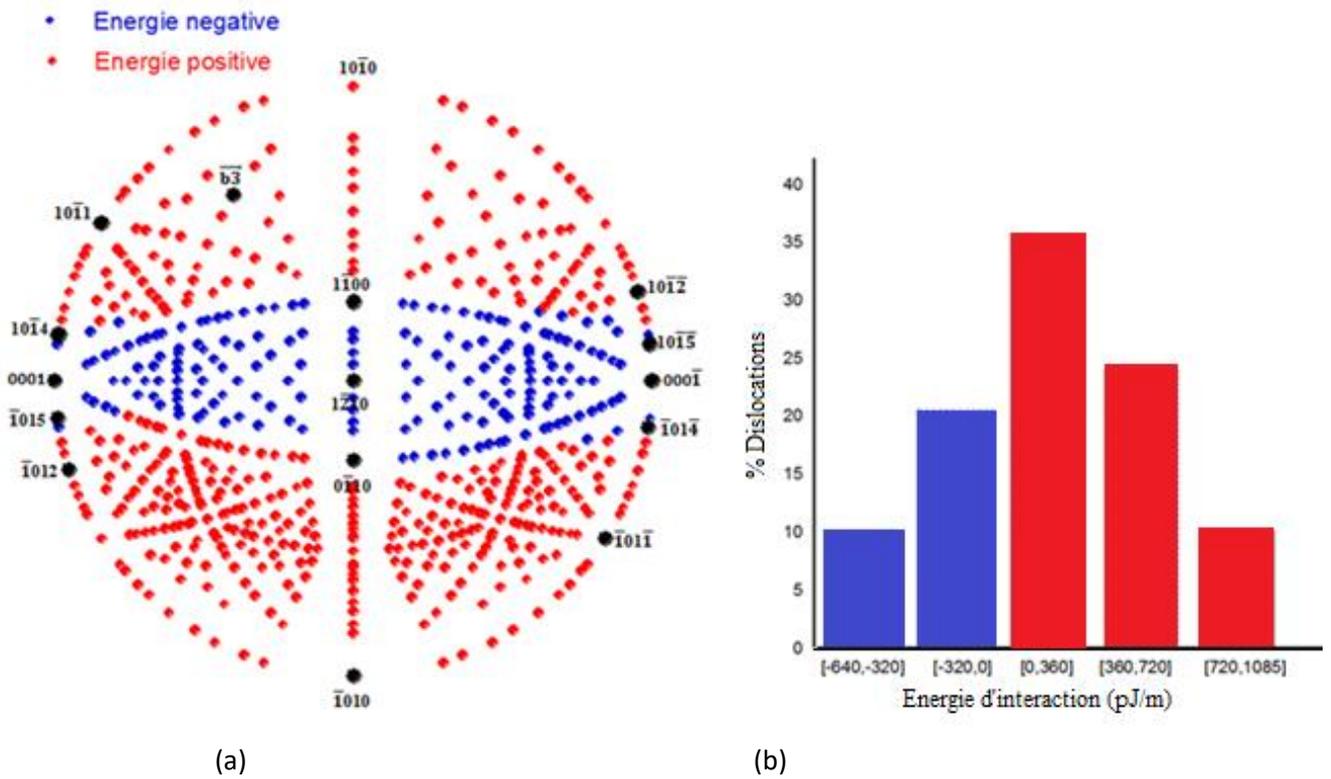


Figure 4-9: Joint de macle $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$ vecteur de burgers $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$. (a)-Carte d'isoénergie, (b)-Taux de dislocations par intervalle d'énergie d'interaction

4.4 Discussion

4.4.1 Examen des cartes d'isoénergie

Les cartes ne présentent aucune symétrie, bien que l'on s'attendait à une symétrie ternaire observée sur les projections stéréographiques avec la direction [0001] au centre, qui correspond à la symétrie trigonale de l'alumine (D_3^d - $R\bar{3}C$).

Les énergies maximale et minimale pour le joint de macle $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$ correspondent au vecteur de Burgers $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$. Pour le joint général

$\{\vec{R} = [5\bar{5}01], \theta = 57^\circ\}$ elles correspondent au vecteur de Burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ (Tableau).

Tableau 4-2 : Valeurs des énergies maximales et minimales pour toutes les configurations cristallographiques $\{\vec{R}, \theta, \vec{b}\}$.

Joint de grains	$\vec{R} = [5\bar{5}01]$			$\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}]$		
Vecteur de Burgers	\vec{b}_1	\vec{b}_2	\vec{b}_3	\vec{b}_1	\vec{b}_2	\vec{b}_3
ΔE_{Max} (pJ/m)	903	270	860	183	160	1085
ΔE_{Min} (pJ/m)	-1800	-330	-1270	-184	-165	-640

À partir des histogrammes (figures 4.4 (b) jusqu'à 4.9 (b)),

- Pour le joint de macle $\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}]$, la majorité des dislocations (plus que 70%) subissent un effet répulsif de la part du joint et ce pour tout les vecteurs de Burgers.
- Pour le joint de grains général $\vec{R} = [5\bar{5}01]$ et dans le cas de \vec{b}_2 et \vec{b}_3 plus de 58% des dislocations subissent une attraction de la part du joint de grains, pour \vec{b}_1 le taux de dislocations attirées par le joint de grains est égal au taux de dislocations repoussées.
- Pour le joint de grains général $\vec{R} = [5\bar{5}01]$:
 - La dislocation vis est attirée dans toutes les configurations des vecteurs de Burgers.
 - La dislocation coin est attirée dans le cas des vecteurs de Burgers \vec{b}_2 et \vec{b}_3 ; et elle est repoussée dans le cas de \vec{b}_1 .
- Pour le joint de grains de macle $\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}]$:
 - La dislocation vis subit une force d'attraction par le joint de grains dans le cas de \vec{b}_2 et \vec{b}_3 , et de répulsion dans le cas de \vec{b}_1 .
 - La dislocation coin subit une force d'attraction par le joint de grains dans le cas des vecteurs de Burgers \vec{b}_1 et \vec{b}_3 , et force de répulsion dans le cas du vecteur \vec{b}_2 .

- Pour un joint de grains donné (\vec{R} et θ fixes) l'angle « α » entre l'axe de rotation \vec{R} , et le vecteur de Burgers est calculé, la variation de cet angle en fonction de l'énergie d'interaction entre dislocation et joint de grains est indiquée sur le tableau 4-3

Tableau 4-3: Variation de l'angle « α » entre l'axe de rotation et le vecteur de Burgers en fonction de l'énergie d'interaction

	$\vec{R} = [5\bar{5}01]$		$\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}]$	
\vec{b}_1	$\alpha=90^\circ$	$\Delta E_{\min} = -1800$ pJ/m	$\alpha=90^\circ$	$\Delta E_{\min} = -184$ pJ/m
		$\Delta E_{\max} = 903$ pJ/m		$\Delta E_{\max} = 183$ pJ/m
\vec{b}_2	$\alpha=145.68^\circ$	$\Delta E_{\min} = -300$ pJ/m	$\alpha=47.14^\circ$	$\Delta E_{\min} = -165$ pJ/m
		$\Delta E_{\max} = 270$ pJ/m		$\Delta E_{\max} = 160$ pJ/m
\vec{b}_3	$\alpha=34.31^\circ$	$\Delta E_{\min} = -1270$ pJ/m	$\alpha=132.85^\circ$	$\Delta E_{\min} = -640$ pJ/m
		$\Delta E_{\max} = 860$ pJ/m		$\Delta E_{\max} = 1085$ pJ/m

A partir du tableau 4-3 il semble que l'orientation de l'axe de rotation par rapport au vecteur de Burgers n'ait aucun effet sur l'énergie d'interaction entre dislocation et joint de grains.

4.4.2 Mobilité des dislocations en l'absence de contraintes extérieures

En l'absence de contraintes extérieures le mouvement d'une dislocation est contrôlé par le bilan des contraintes internes que sont la force image et la force de friction du réseau appelée force de Peierls. La force image, F_i , exercée sur une dislocation parallèle à un joint et située à la distance d , est dérivée de l'énergie d'interaction ΔE :

$$F_i = -(\Delta E / d)$$

La force de PEIERLS exercée sur une dislocation de vecteur de Burgers \vec{b} est de largeur de cœur w est donnée par :

$$F_p = (2 \mu b / (1 - \nu)) \cdot \sin 4 \pi \alpha \exp(-2\pi w/b) \quad (4.51)$$

$$W = b / (1 - \nu)$$

$$\mu = 1/30 (7C_{11} - 5 C_{12} +2 C_{33}+12 C_{44} -4 C_{13}$$

$$\lambda = 1/15 (C_{11}+ C_{33}+5 C_{12}+8 C_{13}- 4 C_{44}$$

$$\nu = \lambda / 2 (\mu + \lambda)$$

Pour l'alumine :

$$\mu = 166.08 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0.2315$$

Tableau 4-4: Valeurs de la contrainte de Peierls F_p maximales pour les trois vecteurs de Burgers du glissement basal dans l'alumine- α .

Vecteur de Burgers	$\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$	$\vec{b}_2 = 1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$	$\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$
$F_p(10^{-5}.N/m)$	5787	5787	5787

La variation de la force image avec la distance d qui sépare le joint de grains et la dislocation est tracée pour les deux configurations $\{\vec{R}[5\bar{5}01], \vec{b}_1=1/3[\bar{1}\bar{1}20]\}$ et $\{\vec{R}[5\bar{5}01], \vec{b}_2=1/3[\bar{1}2\bar{1}0]\}$. Ces deux configurations correspondent aux cas ayant les énergies d'interaction maximale et minimale respectivement. Les forces images sont comparées à la force de Peierls qui est une force de freinage. Par ailleurs la limite de validité de la théorie des milieux continus restreint le raisonnement aux distances d supérieures à $4|\vec{b}|$.

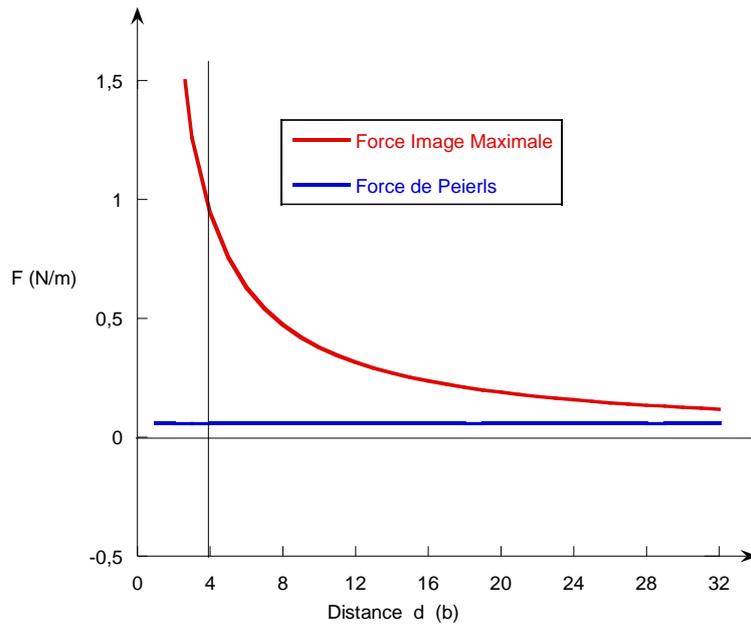


Figure 4-10 : Variation de la force image maximale en fonction de la distance d entre la dislocation et le joint de grains et force de Peierls pour la configuration $\{\{\vec{R}[\bar{2}20\bar{1}], \vec{b}_3=1/3[2\bar{1}\bar{1}0]\}\}$

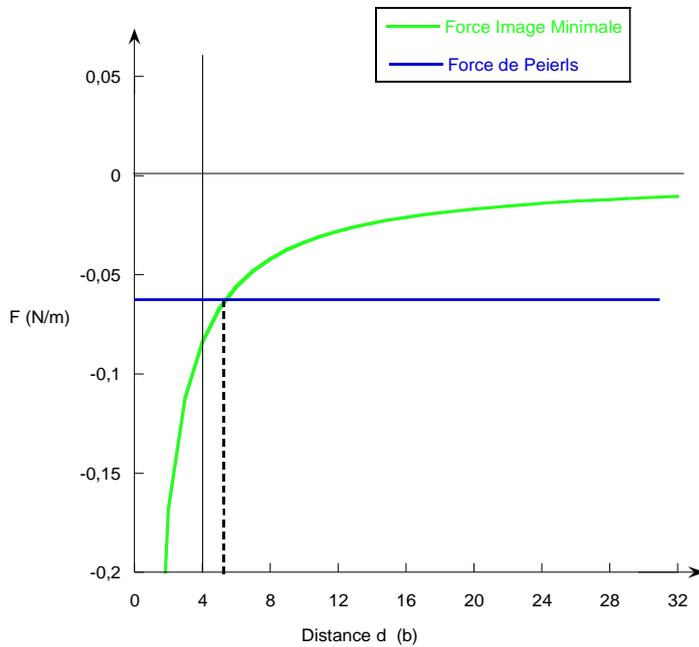


Figure 4-11 : Variation de la force image minimale en fonction de la distance d entre la dislocation et le joint de grains et force de Peierls pour la configuration $\{\{\vec{R}[\bar{2}20\bar{1}], \vec{b}_2=1/3[\bar{1}2\bar{1}0]\}\}$

- Pour la configuration du joint de macle Rhomboédrique
 - Dans le cas de l'interaction maximale, figure 4-10, la force image reste supérieure à la force de Peierls sur une grande distance $d=390 \|\vec{b}\|$
 - Dans le cas de l'interaction minimale, figure 4-11, la force image contrôle le mouvement de la dislocation pour un petit intervalle de $4\|\vec{b}\|$ (2 nm) à $6\|\vec{b}\|$ (3 nm). Au-delà de $d=6\|\vec{b}\|$, la force image est inefficace.
- Pour la configuration du joint de macle (01 $\bar{1}$ 5)
 - Dans le cas de l'interaction maximale et à partir du tableau 4-3, la force image reste supérieure à la force de Peierls sur une grande distance $d=650\|\vec{b}\|$
 - Dans le cas de l'interaction minimale, la force image a une portée allant de $4\|\vec{b}\|$ (2 nm) à $9.5 \|\vec{b}\|$ (4.7 nm). Au-delà de cet intervalle, la force image est négligeable devant la force de friction du réseau.

Conclusion

L'étude de la force image pour des bicristaux d'alumine avec un plan de macle rhomboédrique $\{01\bar{1}2\}$ et un plan de joint moins dense $\{01\bar{1}5\}$ a nécessité la mise au point des programmes pour le tracé des projections stéréographiques et l'adaptation des programmes de calcul de la force image. Cette adaptation a porté sur l'introduction des constantes élastiques au nombre de six au lieu de trois pour les matériaux cubiques, la normalisation des différents indices, vecteur de Burgers, ligne de dislocation et axe de rotation.

Les résultats obtenus montrent que :

- L'effet de la force image est maximal pour le vecteur de Burgers $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ dans le cas du joint de macle $\{\vec{R} = [\bar{2}20\bar{1}], \theta = 85.9^\circ\}$, et pour le vecteur de Burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ dans le cas du joint général $\{\vec{R} = [5\bar{5}01], \theta = 57^\circ\}$.
 - Le comportement de la force image ne suit aucune symétrie.
 - Les dislocations du plan basal de caractère vis dans le cas d'un joint général sont attirées par le joint de grains ; les dislocations coins peuvent être attirées ou repoussées.
 - Les dislocations vis ou coin en interaction avec le joint de macle, sont attirées ou repoussées selon le vecteur de Burgers.
 - La force de friction du réseau est nettement plus faible que la force image pour des énergies d'interaction supérieures à 1140 pJ/m. Dans ce cas et en absence de contrainte extérieure le mouvement des dislocations est contrôlé par la force image. Au dessous de cette valeur, la portée de la force image diminue :
- Pour la configuration du joint de macle Rhomboédrique, jusqu'à la valeur extrême de 160 pJ/m. Pour cette valeur la force image a une portée sur un intervalle de 2 à 3 nm. Au delà de cet intervalle l'effet de la force image est inefficace.
 - Pour la configuration du joint de macle $(01\bar{1}5)$, jusqu'à la valeur extrême de 270 pJ/m. Pour cette valeur la force image a une portée sur un intervalle de 2 à 4.7 nm. Au delà de cet intervalle l'effet de la force image est inefficace.

Bibliographie

[Barn-71]: Barnett D.M., Swanger L., “*The Elastic Energy of a Straight Dislocation in an Infinite Anisotropic Elastic Medium*”, **Physica Status Solidi (B)**, Vol 48, 419–428, (1971).

[Barn-73]: Barnett D. M., Lothe J., “*Synthesis of the Sextic and the Integral Formalism for Dislocations, Greens Functions, and Surface Waves in Anisotropic Elastic Solids*”, **Physica Norvegica**, Vol 7, 13-19, (1973).

[Barn-74]: Barnett D.M., Lothe J., “*An Image Force Theorem for Dislocations in Anisotropic Bicrystals*”, **Journal of Physics F**, Vol 4, 1618-1635, (1974).

[Belo-83]: Belov A.Y., Chamrov V.A., Idenbom V.L., Lothe J., “*Elastic Fields of dislocations Piercing the Interface of an Anisotropic Bicrystal*”, **Physica Status Solidi (b)**, Vol 119 (2), 565-578, (1983).

[Chou-68]: Chou Y.T., “*On Dislocation-Boundary Interaction in an Anisotropic Aggregate*”, **Physica Status Solidi (b)**, Vol 15, 123-127, (1966).

[Gemp-68-a]: Gemperlova J., Saxl J., “*Dislocations in an Inhomogeneous Anisotropic Medium*”, **Czechoslovak Journal of Physics B**, Vol 18, 1085-1093, (1968).

[Gemp-68-b]: Gemperlova J., “*Force on Dislocations in Anisotropic Bicrystals and Half-Spaces*”, **Physica Status Solidi (b)**, Vol 30 (1), 261-274, (1968).

[Glad-04]: Gladden J.R., So J.H., Maynard J.D., Saxe P.W., Page Y.L., “*Reconciliation of ab-initio theory and Experimental Elastic Properties of Al₂O₃*”, **Applied Physics Letters**, Vol 85 (3), 392, (2004).

[Hirt-82]: Hirth J.P., Lothe J., “*Theory of Dislocations*”, **Wiley New York**, (1982).

[Head-53]: Head A.K., “*The Interaction of Dislocations and Boundaries*”, **Philosophical Magazine**, Vol 44, 92-94, (1953).

[Khal-88]: Khalfallah O., “*Interaction Dislocations-Joints de Grains*”, thèse de doctorat d'état, **Université Paris XI ORSAY**, (1988).

[Khal-90]: Khalfallah O., Condat M., Priester L., Kirchner H.O.K., “*Image Effects Between Dislocations and Grain Boundaries* “, **Philosophical Magazine A**, Vol 61(2), 291-304, (1990).

[Khal-93]: Khalfallah O., Condat M., Priester L., "Image Force on a Lattice Dislocation Due to a Grain Boundary in b.c.c Metals “, **Philosophical Magazine A**, Vol 67(1), 231-250, (1993).

[Tuck-69]: Tucker M.O., “*Plane Boundaries and Straight Dislocation in Elastically Anisotropic Materials*”, **Philosophical Magazine**, Vol 19(162), 1141-1159, (1969).

[Loth-82]: Lothe J., Indenbom V.L., Chamrov V.A., “*Elastic Field and Self-Force of Dislocations Emerging at the Free Surface of Anisotropic Halfspace*”, **Physica Status Solidi (b)**, Vol 111 (2), 671-677, (1982).

[Pri-94]: Priester L., Khalfallah O., “*Image Force on a Lattice Dislocation Due to a grain Boundary in Anisotropic Fcc metals* “, **Philosophical Magazine A**, Vol 69(3), 471-484, (1994).

[Stro-62]: Stroh A.N., “*Steady State Problems in Anisotropic Elasticity*”, **Studies in Applied Mathematics**, Vol 41, 77-103, (1962).

[Vode-07]: Vodenitcharova T., Zhang L.C., Zarudi I., Yin Y., Domyo H., Ho T., Sato M., “*The effect of anisotropy on the deformation and fracture of sapphire wafers subjected to thermal shocks*”, **Journal of Materials Processing Technology**, Vol 194, 52–62, (2007).

**Chapitre 5 : Défauts
structuraux et mécanismes
de déformation de
bicristaux d'alumine.
Analyse aux échelles
microscopique et atomique**

Chapitre 5 : Défauts structuraux et mécanismes de déformation de bicristaux d'alumine.

Analyse aux échelles microscopique et atomique

Le comportement d'un matériau polycristallin lors d'une déformation plastique fait intervenir l'interaction entre dislocations et joints de grains. Les processus d'incorporation et d'accommodation des dislocations dépendent fortement de la structure et de la chimie intergranulaires.

Ce chapitre a pour but de :

- Déterminer la structure et les défauts de structure aux échelles microscopique et atomique des joints de grains dans des bicristaux modèles pour les deux orientations de macles des bicristaux (joint de macle rhomboédrique (plan(01-12) et joint de macle dit "général" (plan (01-15)), avant et après déformation par fluage.
- Identifier les mécanismes d'incorporation des dislocations de matrice dans le joint de grains et les interactions avec les dislocations intergranulaires.
- Mettre en évidence l'effet des dopants sur les mécanismes de déformation des bicristaux.
- Ces processus ont pu être étudiés de manière approfondie dans le bicristal dopé au magnésium qui a subi une déformation suffisante pour modifier sensiblement la structure du joint de grains. Ils sont présentés dans une première partie. Les caractéristiques des dislocations intergranulaires sont ensuite analysées dans le bicristal dopé à l'yttrium. La structure du joint dit "général", par opposition au joint de macle rhomboédrique de faible énergie, est complexe. Une structure de plus basse énergie est proposée pour les deux bicristaux non dopé et dopé au lanthane. Les dislocations intergranulaires n'ont pas été étudiées à l'échelle atomique à cause de leur orientation.

5.1 Joint de macle rhomboédrique

5.1.1 Calcul de la matrice de transformation Q

La figure 5.1 représente le réseau dichromatique, ou réseau bicolore, de la macle rhomboédrique en projection selon la direction $[2\bar{1}\bar{1}0]$, qui est la direction parallèle au faisceau d'électrons dans les images en haute résolution.

La direction perpendiculaire au plan de la macle est $[01\bar{1}2/\lambda]$, avec $\lambda=4.969$. La direction commune aux deux cristaux contenue dans ce plan est la direction $[01\bar{1}\bar{1}]$. C'est aussi le vecteur de cisaillement de la macle.

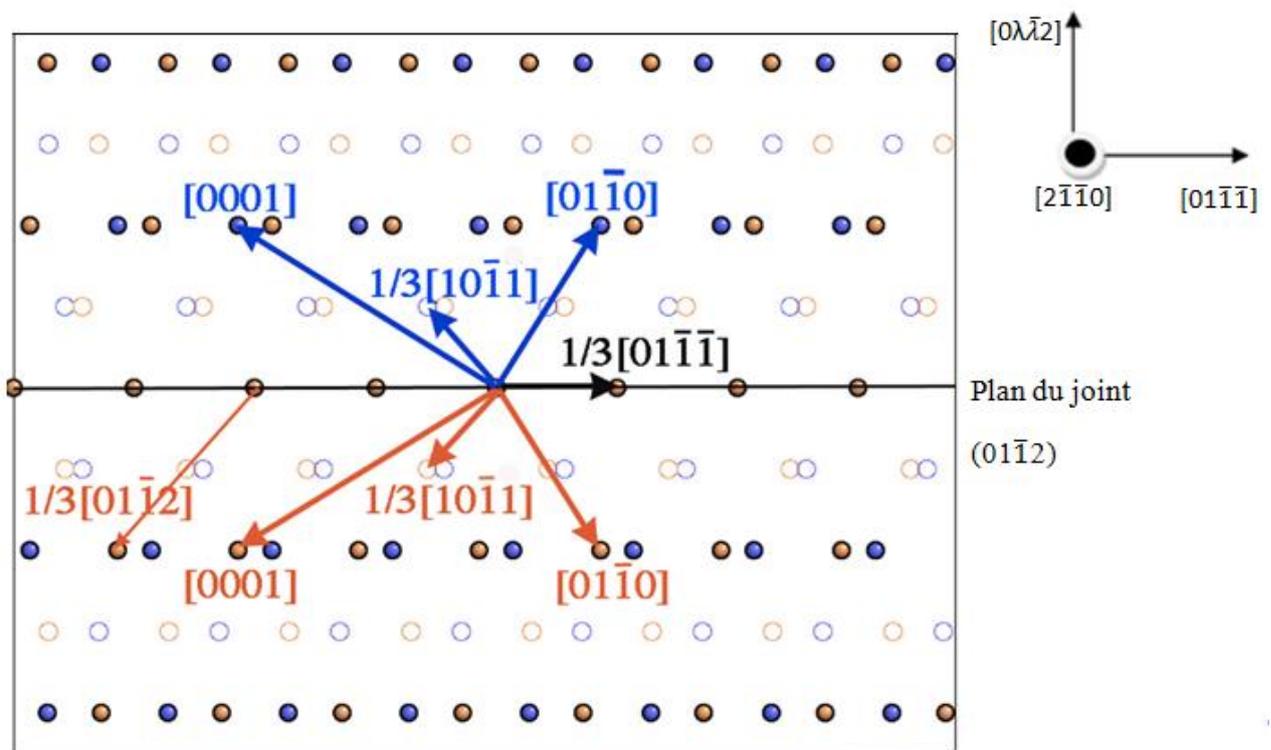


Figure 5-1 : Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique, les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ , ceux en orange au cristal μ . Les cercles vides sont à la hauteur $z=1/2$.

Pour déterminer les vecteurs de Burgers \vec{b} d'une dislocation ou disconnection intergranulaire parfaite dans une image à l'échelle atomique, il est nécessaire de calculer la matrice de transformation Q qui relie les deux cristaux.

$$\vec{b} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu)$$

où $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ sont les vecteurs de translation identifiant la marche dans le cristal λ et le cristal μ respectivement (cf 1.4.1).

Q est la matrice de transformation reliant les coordonnées des repères des deux cristaux: $Q = T R T^{-1}$, où R est la matrice orthogonale qui représente la rotation autour d'un axe avec un angle θ [Pond-86; Pond-87; Pond-89]. Selon l'approche de Frank dans l'espace à quatre dimensions (cf 1.5.2) [Fran-64]. La matrice de rotation R est [Lart-08]:

$$R = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La matrice T est :

$$T = \begin{pmatrix} \bar{2} & 0 & 0 & 1 \\ 1 & \lambda & 1 & 1 \\ 1 & \bar{\lambda} & \bar{1} & 1 \\ 0 & 2 & \bar{\lambda} & 0 \end{pmatrix}$$

la matrice de transformation Q est :

$$Q = \frac{1}{3\lambda(\lambda^2+2)} \begin{pmatrix} -(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2+2) & 0 \\ 2(\lambda^2+2) & 4-\lambda^2 & 2(\lambda^2-1) & -6\lambda \\ 2(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2-1) & 4-\lambda^2 & 6\lambda \\ 0 & -6\lambda & 6\lambda & 3(\lambda^2-2) \end{pmatrix}$$

Avec $\lambda = (2/3)^{1/2}(c/a)$ et $\lambda^2=4.969$

5.1.2 Bicristal en orientation de macle rhomboédrique dopé au magnésium

a- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique

Les interfaces des bicristaux d'alumine α non dopés présentent un arrangement quasi périodique de paires de lignes de dislocations parallèles avec des vecteurs de Burgers différents (Figure 5-2). Ces dislocations accommodent une déviation de flexion de 0.8° par rapport à l'orientation de la macle parfaite.

La structure interfaciale du bicristal dopé est similaire à celle du bicristal non dopé. Les deux types de disconnections (marche associée) X et Y sont indiquées figure 5-2. Elles présentent des composantes vis le long de l'axe de projection de signes opposés annulant ainsi les champs de contraintes.

Le joint de grains du cristal dopé (figure 5-2(b)) présente de nombreuses dislocations extrinsèques qui ne correspondent pas à la structure d'équilibre du joint de grains.

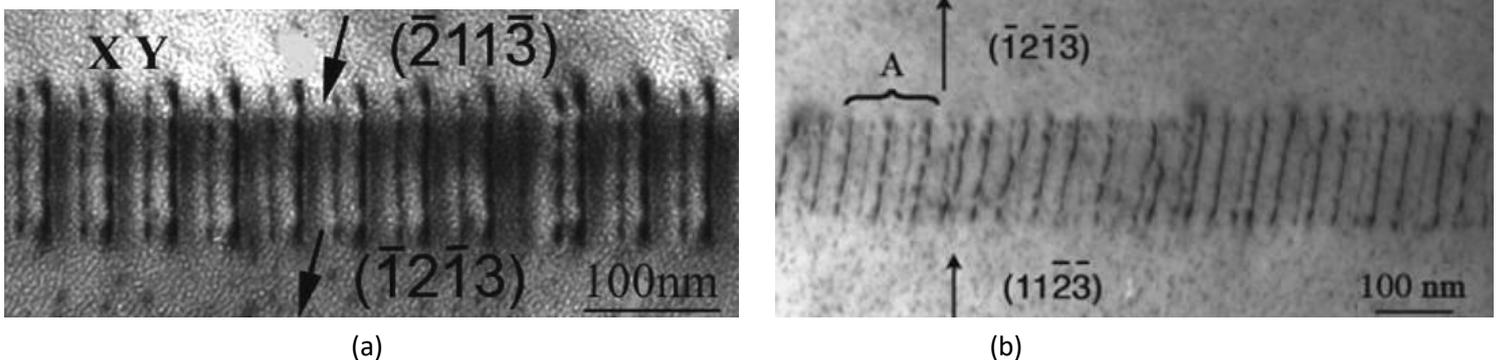


Figure 5-2 : (a) : Micrographie en champ clair d'une macle rhomboédrique dans un bicristal non dopé. (condition deux ondes simultanées, \vec{g} commun [Lart-08]). X, Y : deux types de disconnections. (b) : Macle rhomboédrique dans un bicristal d'alumine dopé Mg, mêmes conditions d'observation que (a), La partie A reproduit la distribution d'équilibre des disconnections observée dans le bicristal non dopé.

b- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle atomique

La micrographie en haute résolution de la figure 5-3, montre quatre disconnections a,b,c,d, séparées d'une distance $d= 26,4$ nm.

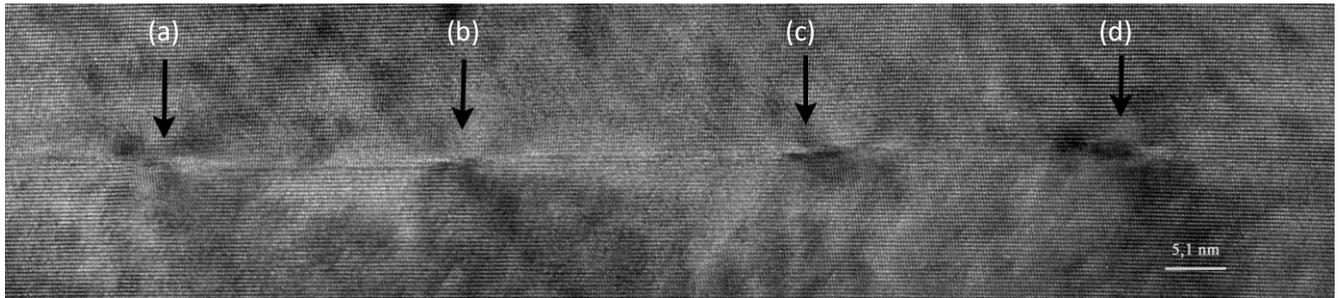


Figure 5-3 : Micrographie en microscopie électronique en transmission en haute résolution (METHR) d'un bicristal d'alumine dopé au magnésium. Les disconnexions 'a' et 'd' ont des marches « descendantes », les disconnexions 'b' et 'c' ont des marches « ascendantes ».

- **Disconnection « a »**

La figure 5-4, présente la micrographie en champ clair de la disconnection « a », un circuit est tracé autour du défaut. Sur la micrographie, le cœur de la disconnection est flou, ceci peut être dû à une légère inclinaison du défaut sur l'axe de projection, ou une irradiation préférentielle au niveau du cœur de la disconnection.

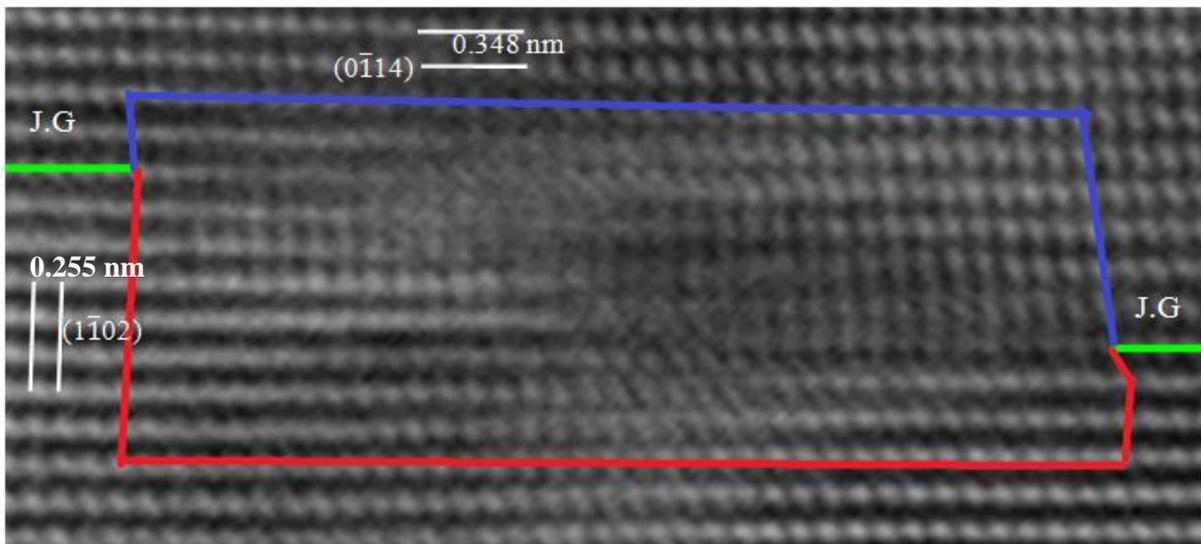


Figure 5-4 : Micrographie METHR de la disconnection « a ». Le plan du joint de grains est $(01\bar{1}2)_\lambda$. Le plan $(0\bar{1}14)_\lambda$ est un deuxième plan dense. Les points blancs correspondent aux sites vacants du sous réseau de l'aluminium qui sont aussi les centres de symétrie de la structure. Les points noirs correspondent à deux colonnes d'aluminium et trois colonnes d'oxygène. Le circuit autour du défaut est tracé en bleu dans le cristal λ et en rouge dans le cristal μ . Loin du défaut le joint de grain (J.G) est indiqué en vert.

Le circuit est reporté dans le réseau dichromatique (figure 5-5), le vecteur de Burgers est identifié et noté par $b_{p/q}$ [Brai-97]. Les paramètres p et q correspondent à la hauteur de marche, h , en termes de nombre de plans $\{01\bar{1}2\}$. Ils sont définis par $h(\lambda) = p \cdot d$ et $h(\mu) = q \cdot d$, 'd' étant la distance interréticulaire des plans $\{01\bar{1}2\}$. Pour la

disconnection «a» le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-4/5}$, la hauteur de marche est de 4 plans atomiques $\{10\bar{1}2\}$ dans le cristal (λ), et de 5 plans atomiques $\{10\bar{1}2\}$ dans le cristal (μ).

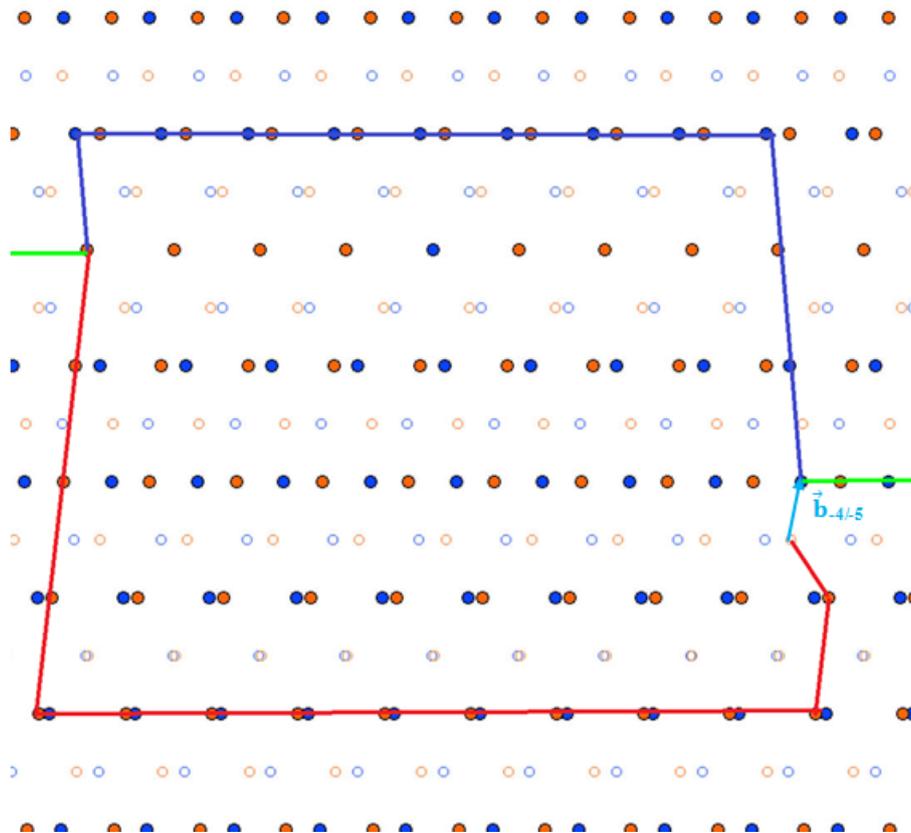


Figure 5-5 : Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ , les cercles en orange au cristal μ . Le circuit autour de la disconnection « a » est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers de disconnection est $\vec{b}_{-4/5}$

Le report du circuit dans le réseau dichromatique révèle que la dislocation a une composante le long de l'axe de projection. On a vu dans le bicristal non dopé que deux dislocations contigües avaient une composante vis de signes opposés [Lart-08], évitant ainsi la présence de contraintes à grande distance. Pour calculer le vecteur de Burgers, on choisit de considérer les vecteurs de translation dans le plan du réseau dichromatique. Le vecteur final est alors obtenu en ajoutant ou en retranchant $1/6[2\bar{1}\bar{1}0]$

Les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ sont définis sur la figure 5-6. On note que le vecteur $1/3[10\bar{1}1]$ a une composante hors plan (il va de $z=0$ vers $z=1/2$), il pointe vers le haut dans le cristal λ et vers le bas dans le cristal μ .

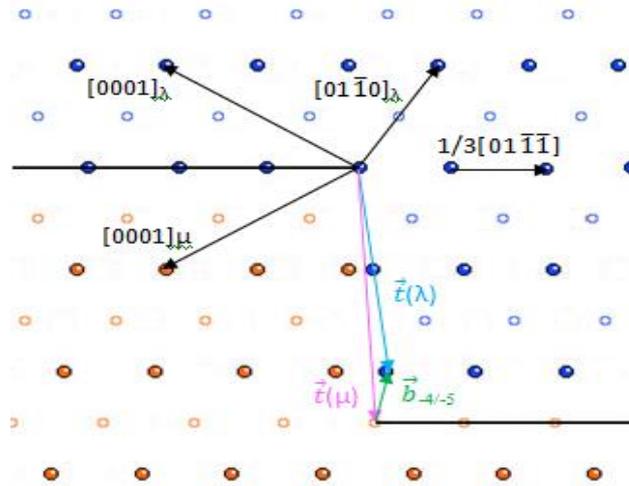


Figure 5-6 : Schéma illustrant les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ autour de la marche dans chaque cristal. Les symboles en bleu correspondent aux nœuds du cristal λ , en orange à ceux du cristal μ .

- Détermination du vecteur de Burgers :

$$\vec{b} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu)$$

Les vecteurs de translation sont:

$$\vec{t}(\lambda) = -2 * \frac{1}{3}[02\bar{2}1] = \frac{2}{3}[0\bar{2}2\bar{1}]$$

$$\vec{t}(\mu) = 2 * \frac{1}{3}[02\bar{2}1] + \frac{1}{2} * \frac{1}{3}[02\bar{2}1] = \frac{1}{6}[0\ 11\ \bar{1}\ 4]$$

$$Q\vec{t}(\mu) = \frac{1}{3(\lambda^2+2)} \begin{pmatrix} -(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2+2) & 0 \\ 2(\lambda^2+2) & 4-\lambda^2 & 2(\lambda^2-1) & -6\lambda \\ 2(\lambda^2+2) & 2(\lambda^2-1) & 4-\lambda^2 & 6\lambda \\ 0 & -6\lambda & 6\lambda & 3(\lambda^2-2) \end{pmatrix} * \frac{1}{6} \begin{pmatrix} 0 \\ 11 \\ -11 \\ 4\lambda \end{pmatrix}$$

$$Q\vec{t}(\mu) = \frac{1}{6(\lambda^2+2)} \begin{pmatrix} 0 \\ -19\lambda^2+22 \\ 19\lambda^2-22 \\ -52\lambda+4\lambda^2 \end{pmatrix}$$

$$\vec{b}_{\text{projeté}} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu) = \frac{1}{3} \begin{pmatrix} 0 \\ -4 \\ 4 \\ -2 \end{pmatrix} - \frac{1}{6(\lambda^2+2)} \begin{pmatrix} 0 \\ -19\lambda^2 \\ +22 \\ 19\lambda^2+22 \\ 0 \end{pmatrix}$$

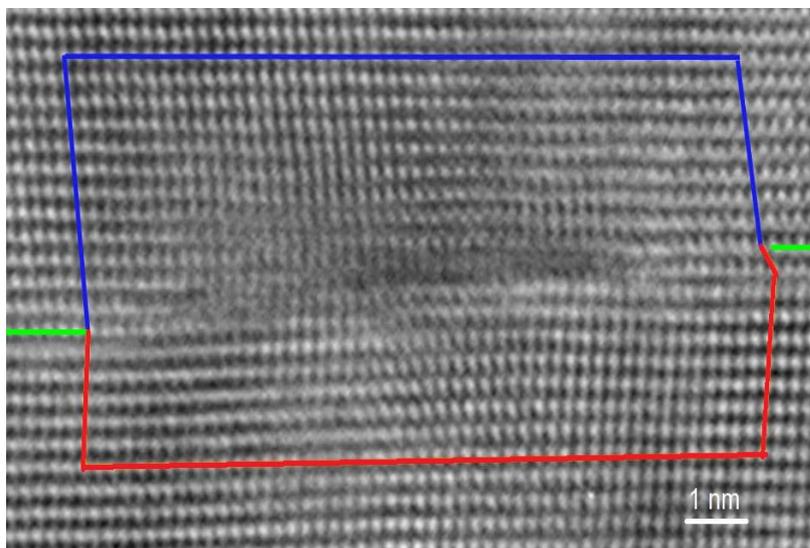
Le vecteur de Burgers final est obtenu en ajoutant ou en retranchant $1/6[2-1-10]$. Une analyse en microscopie conventionnelle a permis de déterminer le sens de la composante vis:

$$\vec{b}_{-4/5} = \frac{1}{3(\lambda^2+2)} [-\lambda^2-2, 6\lambda^2-18, 5\lambda^2-20, -4\lambda^2+22]$$

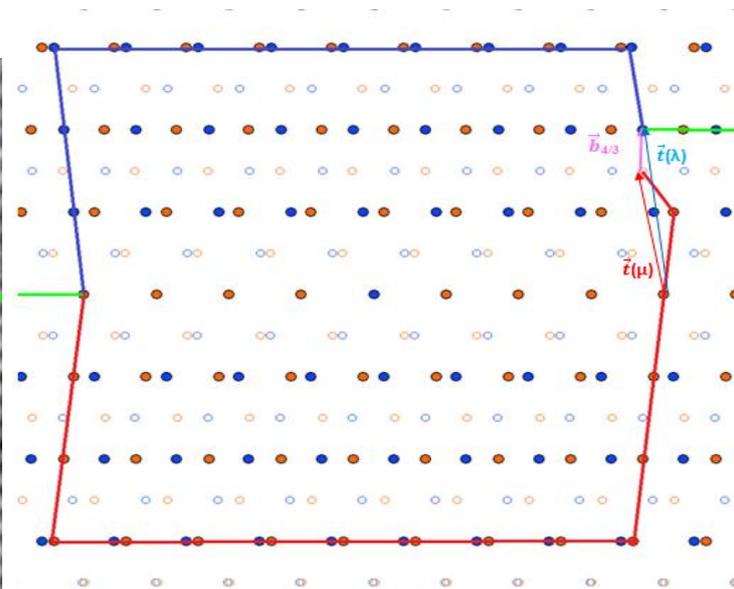
Avec $\lambda = (2/3)^{1/2}(c/a)$

$$\vec{b}_{-4/5} = [0.33, 0.56, -0.23, 0.10], |\vec{b}_{-4/5}| = 0.422 \text{ nm}$$

- Disconnection « b »



(a)



(b)

Figure 5-7 : (a): Micrographie METHR de la disconnection « b », le circuit autour du défaut est tracé en bleu dans le cristal λ et en rouge dans le cristal μ . (b): Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique ainsi que les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$. Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{4/3}$

Les vecteurs de translation sont :

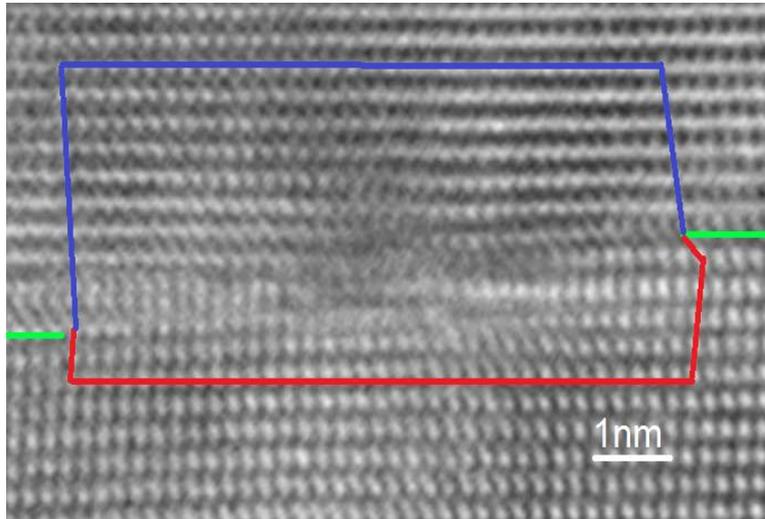
$$\vec{t}(\lambda) = 2/3[02\bar{2}1]$$

$$\vec{t}(\mu) = -1/2[01\bar{1}0] - 1/3[02\bar{2}1] = 1/6[0\bar{7}7\bar{2}]$$

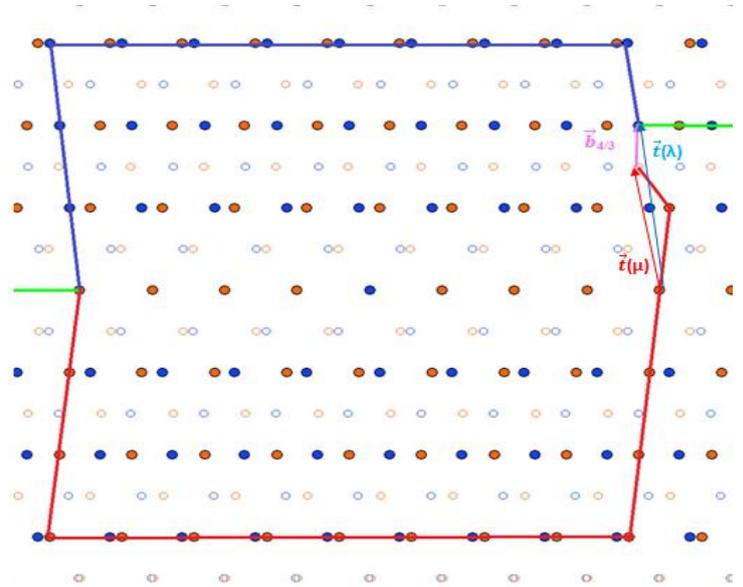
Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{4/3} = \frac{1}{3(\lambda^2+2)} [\lambda^2+2, -2\lambda^2+14, \lambda^2-16, 3\lambda^2+12]$

$$\vec{b}_{4/3} = [0.33, 0.193, -0.52, 0.139], |\vec{b}_{4/3}| = 0.420 \text{ nm}$$

- **Disconnection « c »**



(b)

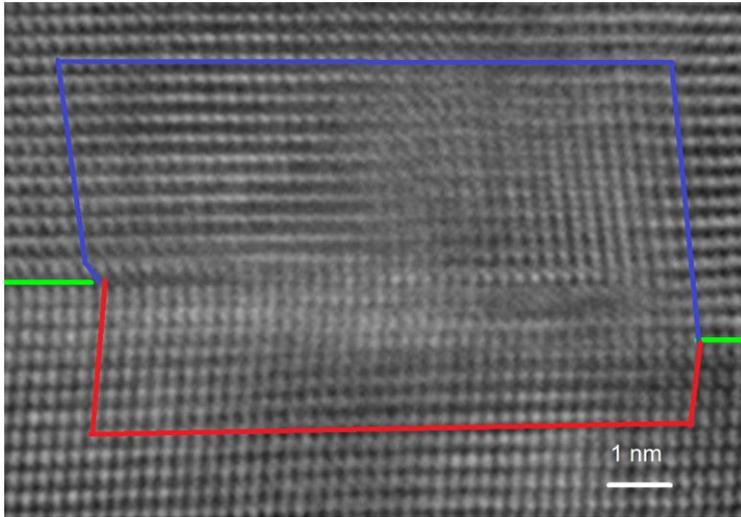


(b)

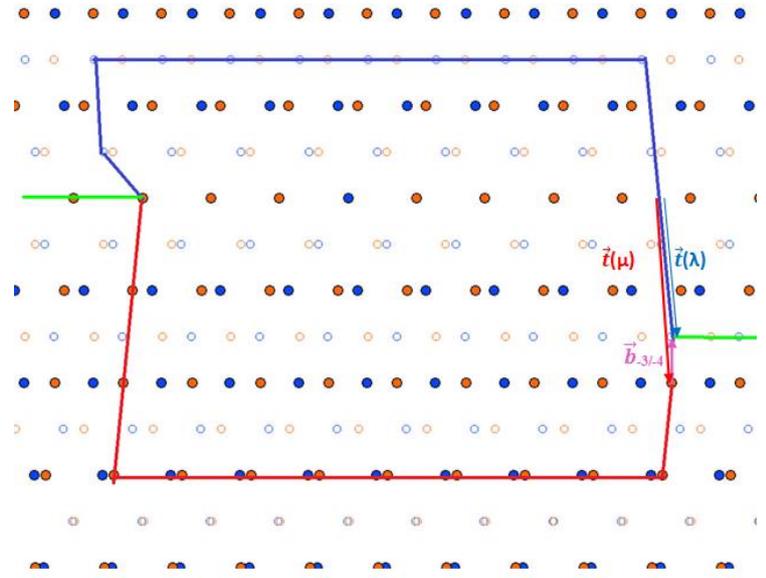
Figure 5-8 : (a) Micrographie METHR de la disconnection « c », le circuit autour du défaut est tracé en bleu dans le cristal λ et en rouge dans le cristal μ . (b) : Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique, et les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$. Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{4/3}$

La disconnection « c » possède le même vecteur de Burgers $\vec{b}_{4/3}$ que la disconnection « b ».

- **Disconnection « d »**



(a)



(b)

Figure 5-9 : (a) Micrographie METHR de la disconnection « d », le circuit autour du défaut est tracé en bleu dans le cristal λ et en rouge dans le cristal μ . (b) Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique, avec les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$, $\vec{t}(\mu)$. Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-3/4}$

$$\vec{t}(\lambda) = -1/3[02\bar{2}1] + 1/2*(-)1/3[02\bar{2}1] = 1/2[0\bar{2}2\bar{1}]$$

$$\vec{t}(\mu) = 2*1/31/3[02\bar{2}1] + 1/6[0\ 1\ \bar{1}\ \bar{1}] = 1/2[0\ 3\ \bar{3}\ 1]$$

$$\text{Le vecteur de Burgers : } \vec{b}_{-3/4} = \frac{1}{3(\lambda^2+2)} [\lambda^2+2, 4\lambda^2-16, -5\lambda^2+14, -3\lambda^2+18]$$

$$\vec{b}_{-3/4} = [0.33, 0.19, -0.52, 0.15], |\vec{b}_{-3/4}| = 0.423 \text{ nm}$$

Cette distribution locale de disconnections correspond à une structure hors d'équilibre, comparativement à la structure intergranulaire du bicristal non dopé [Lart-08].

c- Structure interfaciale après déformation à l'échelle microscopique

L'analyse en microscopie électronique conventionnelle de la structure de grains après déformation, révèle la présence de dislocations isolées de type basal, des dipôles et des séries de boucles de dislocations; confirmant une déformation des grains par glissement basal [Moul-11] (figure 5-10). La densité des dislocations est plus importante au voisinage du joint de grains mais aucun empilement n'a été observé.

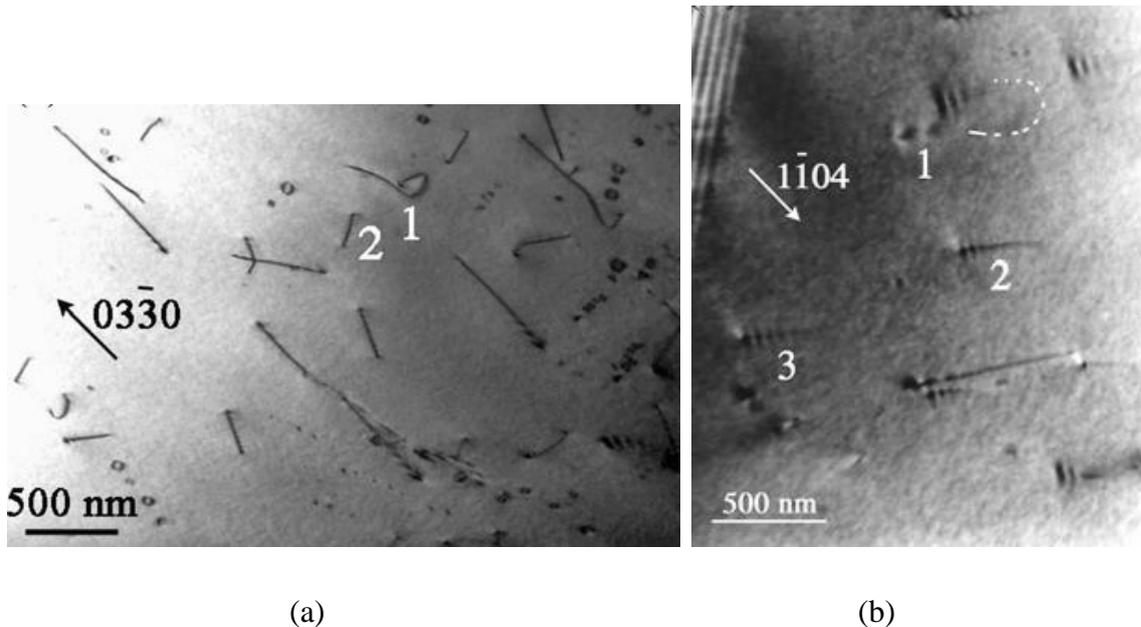


Figure 5-10 : Micrographie de dislocations de matrice proches du joints de grains : **(a)** en champ clair, des dislocations de type basal et des boucles sont observées au voisinage du joint de grains. **(b)** en champ sombre, la partie courbe de la dislocation '1' est hors contraste (tirets blancs), alors que sa partie rectiligne possède un contraste symétrique. Les dislocations 2 et 3 présentent un fort contraste symétrique.

Deux systèmes de glissement basal ont été activés dans chaque cristal. Dans la figure 5-10, la dislocation 1 courbe possède un contraste symétrique dans ses parties rectilignes (figure 5-10(a)), correspondant à une condition ($\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$), sa partie courbe est hors contraste. Les dislocations 2 et 3 présentent un fort contraste symétrique (figure 5-10(b)).

- dislocation « 1 » : $\vec{b} = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ ($\vec{g} = [03\bar{3}0]$, $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$)

- dislocation « 2 » et « 3 » : $\vec{b} = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ ($\vec{g} = [1\bar{1}04]$, $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$)

La figure 5-11, montre l'interaction entre une dislocation de matrice et le joint de grains. La structure du joint de grains présente un fin réseau périodique de dislocations intrinsèques. Des dislocations extrinsèques sont également observées.

La déviation de flexion par rapport à l'orientation de la macle parfaite après déformation est de 4.4° , ce qui traduit une augmentation de l'écart de 3.6° par rapport à l'orientation du joint initial.

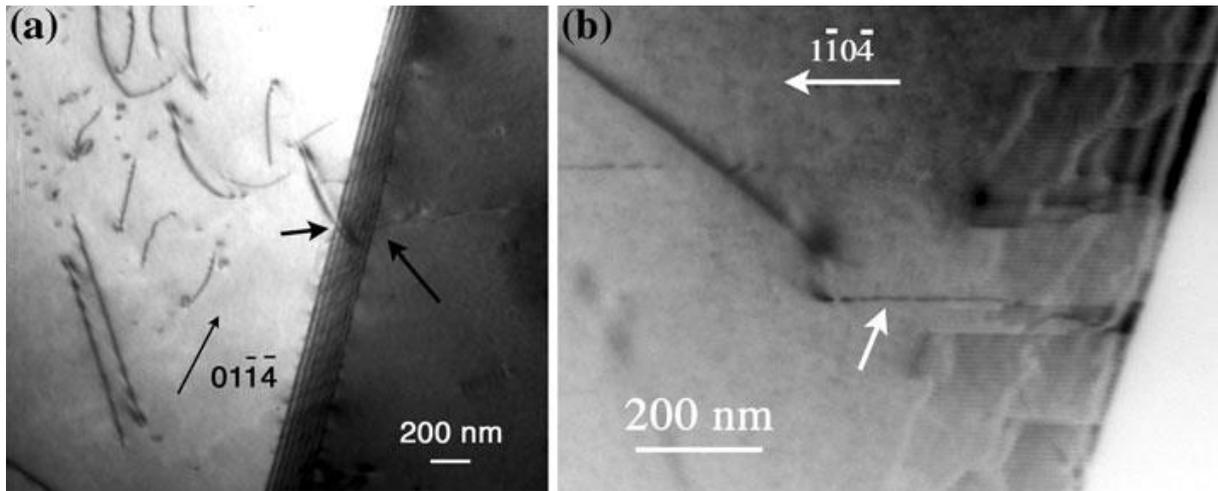


Figure 5-11 : (a) : Micrographie en champ clair, le cristal de gauche contient des dipôles de dislocations et des chaînes de boucles. La dislocation qui s'accroche au joint de grains est indiquée par une flèche. (b) : Micrographie en champ sombre montrant une interaction entre une dislocation de matrice et le joint de grains. Le réseau de dislocations intrinsèques est visible, ainsi que les défauts extrinsèques.

d- Structure interfaciale après déformation à l'échelle atomique

- Dislocations de matrice

La figure 5-12 est une micrographie en haute résolution d'une dislocation de matrice à proximité du joint de grains. La dislocation ne semble pas dissociée. Quand une dislocation de type basal est bloquée lors de son déplacement par glissement, elle se dissocie par montée, processus contrôlé par la diffusion [Mitic-76, Naka-02]. Nos résultats peuvent s'interpréter par la diminution de diffusivité des cations, ou l'augmentation de l'énergie de faute d'empilement en présence de magnésium [Plet-82].

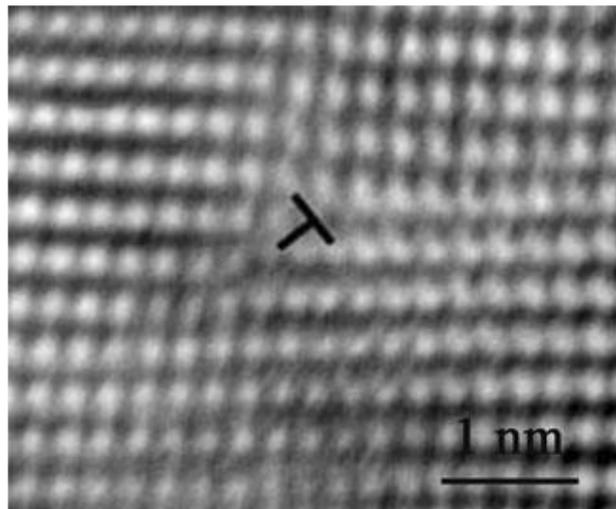


Figure 5-12 : Micrographie METHR d'une dislocation de matrice proche du joint de grains

- Dislocations intergranulaires

Des investigations en METHR confirment que la distance entre les dislocations a beaucoup diminué après déformation, elles sont restes parallèles à l'axe de projection. La majorité des dislocations possèdent un vecteur de Burgers $\vec{b}_{+1/-1}$ perpendiculaire au joint de grains avec un module de 696 pm, sans marche associée. Elles forment un sous-joint presque parfait superposé à la macle rhomboédrique. Plusieurs vecteurs de Burgers $\vec{b}_{0/-2}$ ont été trouvés. La distance moyenne entre les disconnections est proche de 9nm, en accord avec l'angle de déviation de 4.4° mesuré. Une région du joint a été analysée en détail et montre la succession des défauts suivants:

$$\vec{b}_{0/-2}, \vec{b}_{+1/-1}, \vec{b}_{+1/-1}, \vec{b}_{+1/-1}, \vec{b}_{+1/-1}, \vec{b}_{-2/-5}, \vec{b}_{-1/-3}, \vec{b}_{0/-2}, \vec{b}_{+1/-1}, \vec{b}_{0/-2},$$

Cinq d'entre eux sont montrés sur la figure 5-13. Ils sont largement dissociés.

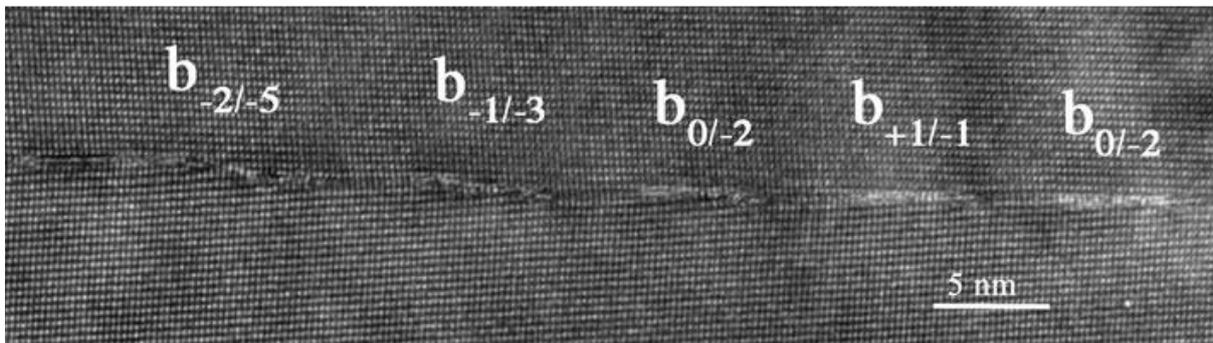


Figure 5-13 : Micrographie METHR du bicristal déformé par fluage, on note la présence de quatre disconnections et une dislocation $\vec{b}_{+1/-1}$ avec différents vecteurs de Burgers.

Ces vecteurs sont reportés dans le réseau dichromatique (figure 5-14).

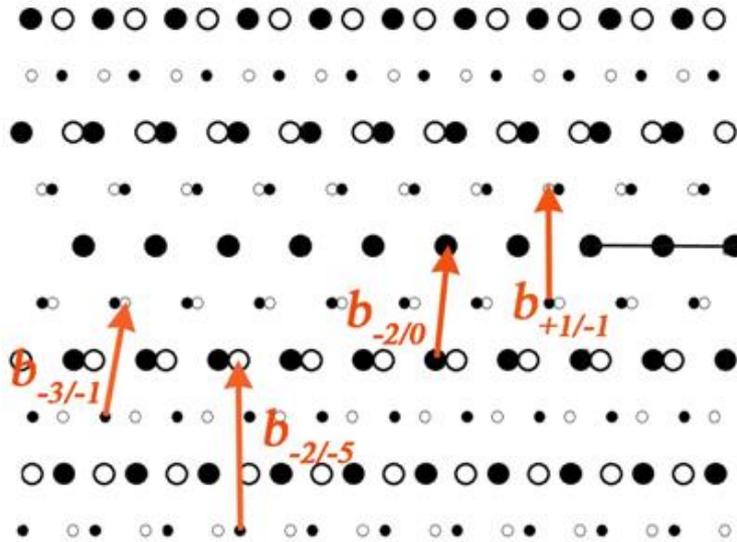
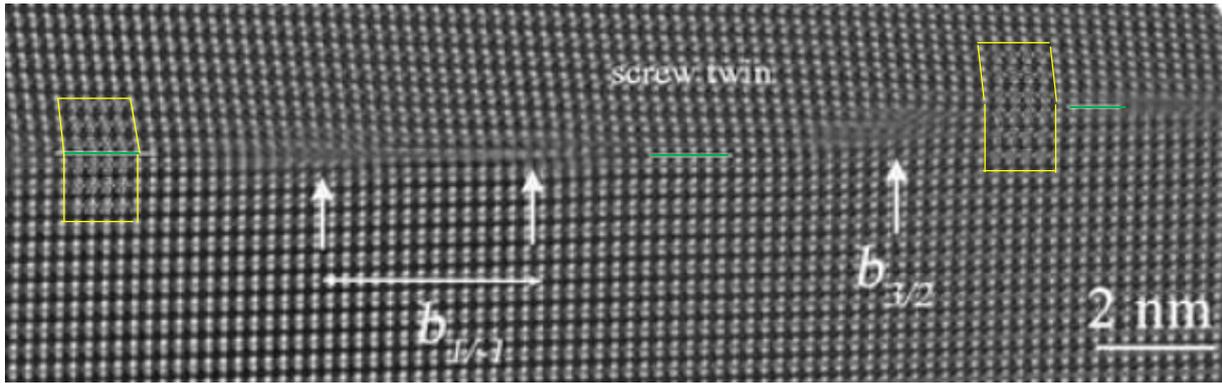


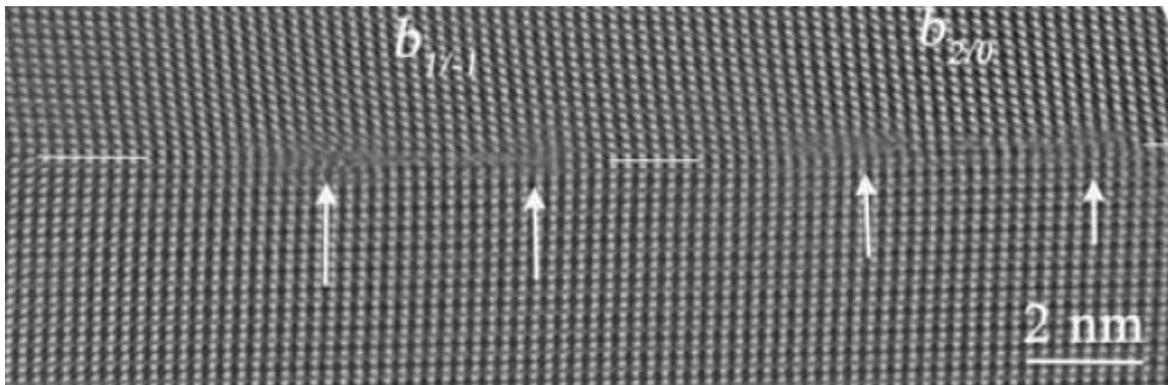
Figure 5-14 : Réseau dichromatique d'une macle rhomboédrique, les cercles en blanc correspondent aux nœuds du réseau du cristal λ , les cercles en noir correspondent à ceux du cristal μ . Les petits symboles correspondent à la position $z=1/2$. Les vecteurs de Burgers des disconnections de la figure 5-13 sont reportés.

La dislocation $\vec{b}_{1/-1}$ et la disconnection $\vec{b}_{0/2}$ sont largement dissociées, la largeur de la dissociation peut atteindre 3 nm.

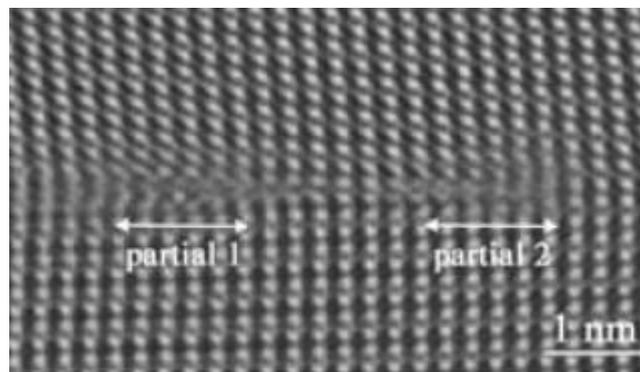
Les images de la figure 5-15 montrent plusieurs défauts observés par METHR (TITAN FEI avec correcteur d'aberration sphérique (Cs)).



(a)



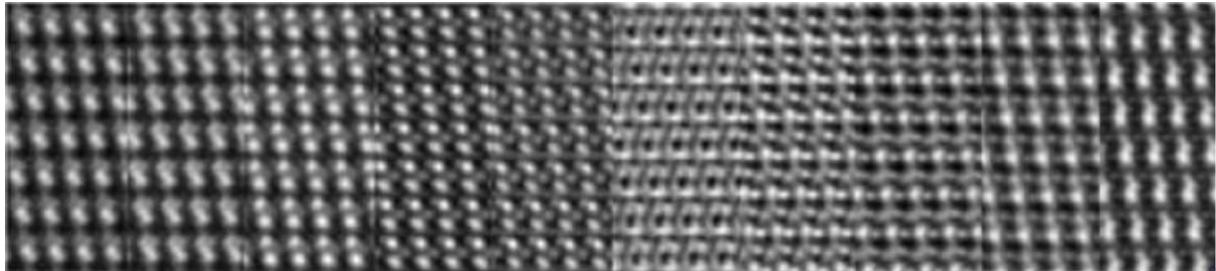
(b)



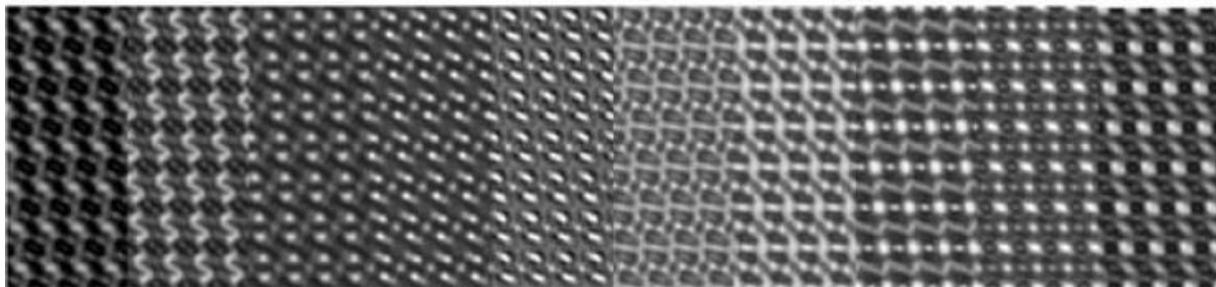
(c)

Figure 5-15 : Micrographies METHR (TITAN avec correcteur de Cs) des défauts d'un bicristal déformé. **(a):** la dislocation $\vec{b}_{1/2}$ est dissociée, la structure du défaut s'étend sur 3nm. Les dislocations partielles sont indiquées par des flèches. Le cœur de la disconnection $\vec{b}_{3/2}$ est plus étroit. La position du plan parfait de la macle est tracée et l'image simulée du joint (encadré en jaune) est superposée dans la partie droite de l'image. **(b):** les défauts $\vec{b}_{1/2}$ et $\vec{b}_{2/0}$ sont largement dissociés. **(c) :** un agrandissement de la figure 5-15(a), montre la structure du défaut et des dislocations partielles dans le cas du défaut $\vec{b}_{1/2}$

La figure 5-16 montre une comparaison entre images observées et images simulées pour des valeurs de la défocalisation variant de 9,5 à -19 nm. Le meilleur accord est obtenu pour la défocalisation -1 nm



(a)



(b)

Figure 5-16: Comparaison entre une image (a) expérimentale, (b) simulée, en METHR pour une épaisseur de la lame mince de 9nm. Valeurs de défocalisation de 9.5nm à -19nm.

La figure 5-17 montre la superposition du modèle structural de l'alumine et de l'image simulée sur l'image du cristal supérieur. La plus petite distance entre les colonnes d'aluminium et d'oxygène est de 85pm. Cette résolution est atteinte dans l'image expérimentale. Les points blancs intenses correspondent aux colonnes d'aluminium et les points moins intenses aux colonnes d'oxygène. Dans la partie supérieure de l'image, la résolution est moins bonne. Ceci provient probablement d'une petite composante supplémentaire de torsion de la déviation à l'orientation de macle.

La figure 5-15 montre trois défauts, la dislocation $\vec{b}_{1/-1}$, les disconnections $\vec{b}_{0/2}$ et $\vec{b}_{3/2}$. Les défauts $\vec{b}_{1/-1}$ et $\vec{b}_{0/2}$ possèdent un grand vecteur de Burgers (0,696nm et 0,7 nm) Six plans supplémentaires d'oxygènes (01 $\bar{1}$ 2), sont donc insérés au cœur des défauts, et se terminent sur un même plan (01 $\bar{1}$ 2). Une configuration non dissociée est donc peu probable car la dissociation permettant de diminuer l'énergie des défauts. Ceci nécessite

une monté des partielles séparées par une structure fautée, c'est à dire une autre structure de la macle (Figure 5-15(c)).

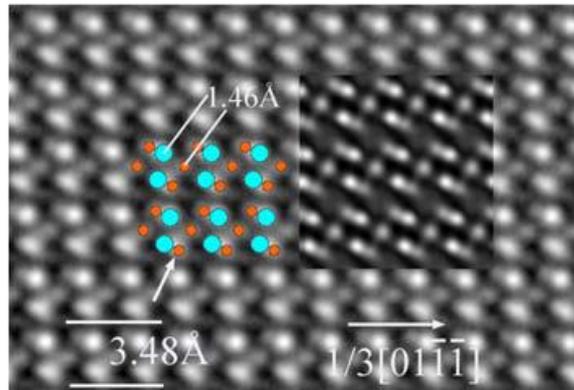


Figure 5-17 : Micrographie METHR (TITAN) du cristal supérieur, superposition de l'image simulée sur l'image expérimentale (defocalisation -1 nm, épaisseur 9 nm). La plus petite distance entre un ion d'oxygène (orange) et un ion d'aluminium (bleu) est de 85 pm

- Analyse de la structure fautée entre les dislocations partielles

Des simulations de différentes structures de macle ont été réalisées en collaboration avec O. Hardouin Duparc (LSI, Ecole Polytechnique), avec deux approches, en *ab-initio* et en utilisant deux modélisations phénoménologiques. Ces approches sont précisées dans la référence [Lart-13]

Des considérations purement géométriques montrent que la structure fautée devrait être centrée sur les ions oxygènes plutôt que sur les sites non occupés de la structure de l'alumine. On rappelle que la structure de la macle parfaite présente un axe d'ordre deux avec glissement et est appelée S(V) dans [Mari-00]. La structure centrée sur les oxygènes (G(O) dans [Mari-00]) est instable. Une autre configuration possible implique que les partielles possèdent une composante vis parallèle à l'axe de projection. Cette structure correspond à une symétrie miroir et est d'énergie élevée (M(O) dans [Mari-00]). La structure de plus faible énergie centrée sur les ions oxygènes, G(O), implique que les partielles ont une composante coin parallèle au joint qui n'est pas observée. Finalement, les modèles centrés sur les ions oxygènes ne correspondent pas à l'image expérimentale (figure 5-18 (a)).

Deux modèles atomiques de la structure intergranulaire peuvent être proposés, ils présentent un bon accord avec l'image expérimentale.

- Une structure est obtenue en considérant que le plan du joint est situé juste en dessous du plan de symétrie et passe par les sites vacants du sous réseau de l'aluminium. Cette structure est très proche de la structure G(V) qui est une macle avec un plan miroir avec glissement; elle implique une translation supplémentaire de 0,036nm d'un des cristaux parallèlement au plan du joint de grains. Sur la figure 5-18 (b) on voit que l'accord est assez bon entre l'image expérimentale et l'image simulée de la structure G(V). La translation de 0.036 nm peut expliquer le léger déplacement observé expérimentalement entre les colonnes et les taches claires à quelque distance du joint de grains.

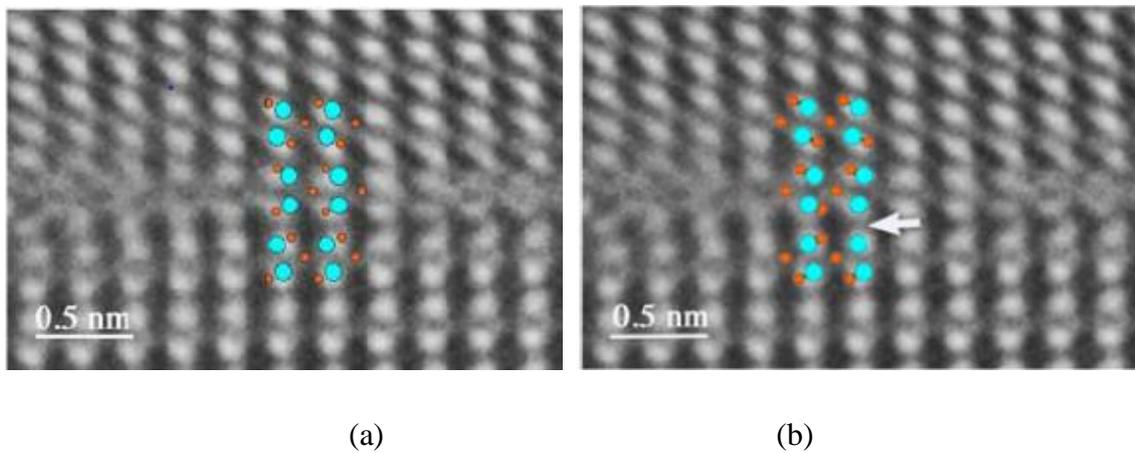


Figure 5-18: Micrographie METHR (TITAN) de l'interface entre les dislocations partielles. (a) : Modèle centré sur l'oxygène. (b) : Superposition de la structure G(V) sur l'image expérimentale

- Une autre structure montre un accord encore meilleur avec l'image expérimentale. Elle est ici appelée S2*(V), et contient deux interfaces proches de la structure S(V), structure de la macle parfaite de plus faible énergie [Mari-00] (figure 5-19).

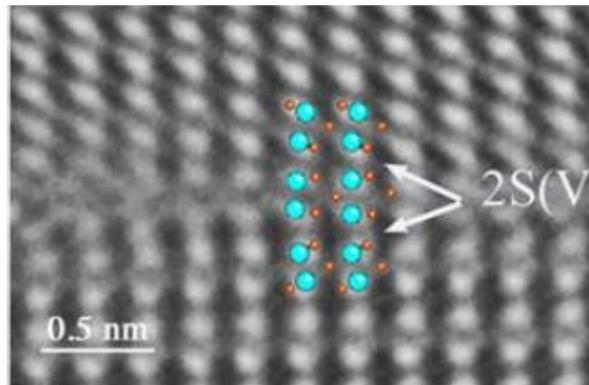


Figure 5-19 : Micrographie METHR (TITAN) de l'interface entre les dislocations partielles. Superposition de l'image simulée de la structure sur l'image expérimentale. Modèle centré sur les ions d'oxygène avec deux interfaces proches centrés sur les sites vacants indiqués par des flèches.

Les deux structures calculées sont instables par elles mêmes. Elles ne peuvent exister en tant qu'interfaces étendues mais elles peuvent être stabilisées localement dans un état contraint par la présence des dislocations partielles. Des calculs *ab initio* incluant ces contraintes à grande distance ne sont pas envisageables à l'heure actuelle.

L'énergie de la structure $S2^*(V)$ peut être réduite en considérant que des atomes sont manquants dans certaines colonnes. On ne peut également exclure une possible ségrégation intergranulaire du magnésium, mise en évidence dans des joints de grains de polycristaux dans des études antérieures. La limite de solubilité du magnésium a été estimée à 132 ppm à 1600 °C [Gavr-99]. Pour des échantillons soumis à un refroidissement lent vers la température ambiante leur limite de solubilité devrait être plus basse. Dans une macle rhomboédrique parfaite aucune ségrégation n'a été détectée [Gemm-03], quelle que soit la composition des échantillons. [Lart-11, Gemm-03]. Le magnésium pourrait cependant être ségrégué au cœur des dislocations partielles.

- Interaction entre disconnexions intergranulaires et dislocations de matrice

On suppose que les deux cristaux se déforment d'une manière symétrique par rapport au plan du joint (figure 5-20). Dans ce cas la compression de l'échantillon s'interprète par le déplacement d'une dislocation dans chaque grain vers le joint de grains. Selon un autre scénario une dislocation traverse le joint de grains. Dans les deux cas la déformation finale homogène du bicristal conduit à un mur de dislocations coin ajoutées à la structure initiale du joint de grains [Bacm-82](figure 5-20(b)).

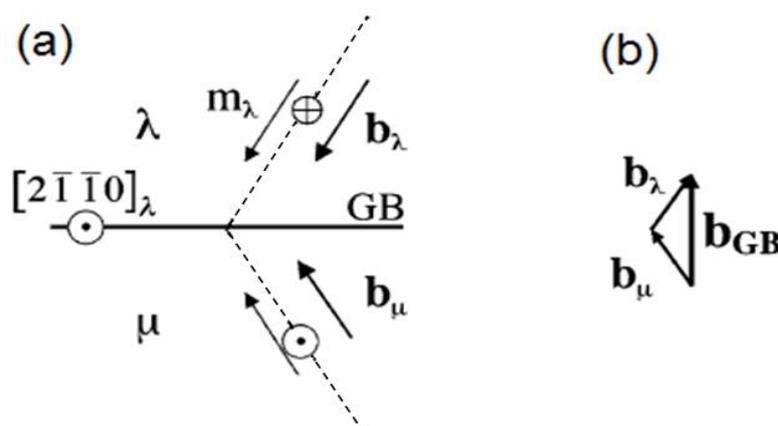


Figure 5-20 : Schéma d'un glissement symétrique dans un bicristal. (a) : mouvement symétrique des dislocations. Les directions de glissement dans le plan basal sont inverses. Les vecteurs de Burgers sont inclinés de $\pm 30^{\circ}$ sur la normale au plan du joint de grains. ($\vec{b}_{\lambda} = 1/3[11\bar{2}0]$ en haut ou $\vec{b}_{\lambda} = 1/3[\bar{1}\bar{2}10]$ en bas, $\vec{b}_{\mu} = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ en haut ou $\vec{b}_{\mu} = 1/3[1\bar{2}10]$ en bas). (b) : Composantes du vecteur de Burgers de la dislocation intergranulaire.

L'activation des deux systèmes de glissement rend la situation plus compliquée. Les deux séries de dislocations pour chaque configuration sont les suivantes (figure 5-14) :

$$\vec{b}_\lambda = \frac{1}{3} [11\bar{2}0]_{(\text{en haut})}, \vec{b}_\mu = \frac{1}{3} [1\bar{2}10]_{(\text{en bas})},$$

$$\vec{b}_\lambda = \frac{1}{3} [\bar{1}2\bar{1}0]_{(\text{en bas})}, \vec{b}_\mu = \frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}20]_{(\text{en haut})},$$

Les caractères « en haut » et « en bas » correspondent au sens du vecteur de Burgers le long de l'axe $[2\bar{1}\bar{1}0]_\lambda$. La somme des deux vecteurs de Burgers de la matrice \vec{b}_λ et \vec{b}_μ donne le vecteur de Burgers du joint de grains $\vec{b}_{+1/-1}$.

- Mécanismes possibles de l'interaction

a- Interaction entre dislocation de la matrice et disconnection intergranulaire :

l'exemple de l'interaction entre $\vec{b}_{-3/4}$ et $\vec{b}_\lambda = \frac{1}{3} [\bar{1}2\bar{1}0]$ est analysé. Dans le réseau dichromatique de la figure 5-21, la réaction qui donne le vecteur de Burgers $\vec{b}_{-2/-4}$ implique une décomposition de la dislocation de matrice en trois. Les défauts résultants ont les vecteurs de Burgers : $\vec{b}_{0/-2}$ qui est observé et deux glissiles $\vec{b}_{-1/-1}$ (vecteur de cisaillement de la macle, de longueur 70 pm). Le vecteur $\vec{b}_{0/-2}$ peut alors se décomposer en deux vecteurs de Burgers $\vec{b}_{+1/-1}$ et $\vec{b}_{-1/-1}$. Le vecteur $\vec{b}_{-2/-5}$ peut résulter de l'interaction entre le vecteur $\vec{b}_{-3/4}$ et deux dislocations de chaque cristal. Ceci implique que les deux systèmes de glissement dans les deux grains se correspondent, et par conséquent que les dislocations de chaque grain arrivent dans la même zone du joint de grains [Lage-94].

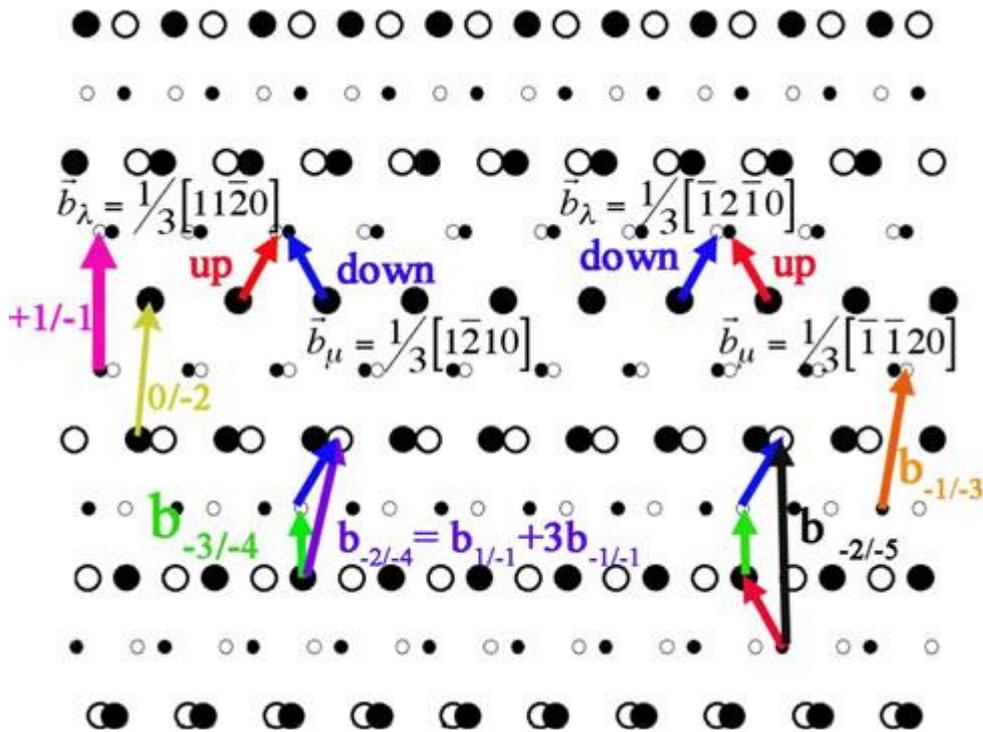


Figure 5-21 : Réseau dichromatique d'une macle rhomboédrique, les cercles en blancs correspondent aux nœuds du réseau du cristal λ , les cercles en noirs correspondent à ceux du cristal μ . Les petits symboles correspondent à la position $z=1/2$. Les vecteurs de Burgers des disconnections de la figure 5-14 sont reportés. Les couples de vecteurs de Burgers des dislocations de matrice possibles sont indiqués en rouge et bleu. L'interaction entre $\vec{b}_{-3/-4}$ et $\vec{b}_{\lambda}=1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$ donne le vecteur de Burgers $\vec{b}_{-2/-4}$, qui se décompose en dislocations glissiles et $\vec{b}_{+1/-1}$. La dislocation $\vec{b}_{-2/-5}$ résulte de l'interaction entre $\vec{b}_{-3/-4}$ et deux dislocations parfaites des cristaux λ et μ .

- b- Décomposition d'une dislocation de matrice en disconnections intergranulaires : la figure 5-22 montre une possibilité de décomposition d'une dislocation de matrice en disconnection intergranulaire : la dislocation $\vec{b}_{\mu} = \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$ peut se décomposer en une disconnection de vecteur $\vec{b}_{-3/-4}$ et trois disconnections de vecteurs de Burgers $\vec{b}_{-1/-1}$. Les produits $\vec{b}_{-1/-1}$ et $\vec{b}_{1/1}$ correspondent à des disconnections glissiles et qui peuvent s'annihiler. Les vecteurs de Burgers $\vec{b}_{-3/-4}$ et $\vec{b}_{3/4}$ sont choisis car ce sont les vecteurs de Burgers les plus petits de la macle rhomboédrique avec une composante qui n'est pas dans le plan du joint de grains. Leurs composantes vis possèdent des signes opposés. Ils peuvent interagir par montée, le résultat de l'interaction est alors le vecteur $\vec{b}_{+1/-1}$

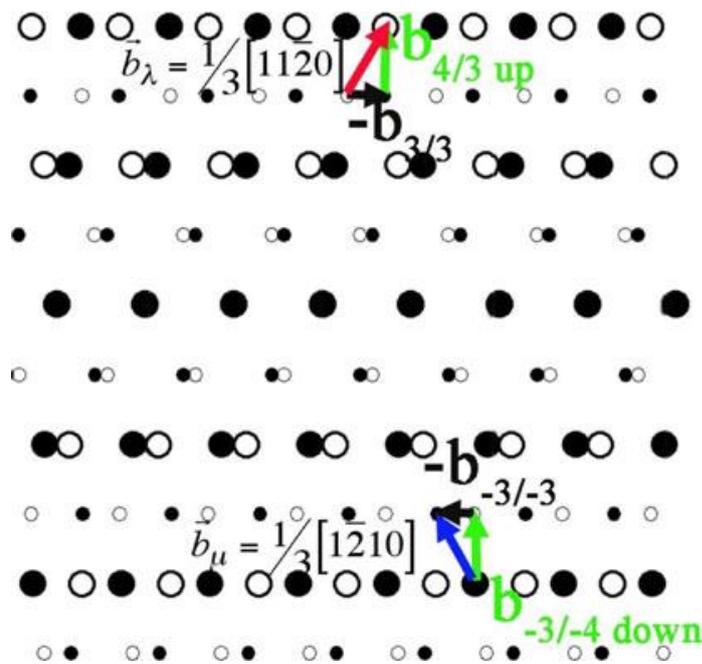


Figure 5-22 : Réseau dichromatique. Décompositions possibles de dislocations de matrice parfaites (rouge et bleu) en disconnexions glissiles avec $\vec{b}_{4/3}$ ou $\vec{b}_{-3/4}$ (vert et noir)

La transmission directe par glissement à travers le joint de grains est peu probable car la $\vec{b}_{+1/-1}$ étant très large. Elle nécessite une contrainte très élevée pour opérer [Thib-90, Prie-02]. Une transmission indirecte peut se produire. Elle implique une absorption des dislocations de matrice d'un cristal suivie d'une réaction dans le joint de grains et la possibilité de l'émission d'une dislocation de matrice dans l'autre cristal. L'efficacité du processus de transmission dépend de la mobilité des disconnexions intergranulaires. Cependant, la présence de nombreuses dislocations dans les deux grains et au voisinage des joints de grains, indique que le joint de grains joue probablement un rôle d'obstacle pour les dislocations entrantes.

Si l'orientation des bicristaux est telle que le glissement est favorisé dans l'un des cristaux, le nombre de disconnexions glissiles devrait être plus élevé dans un sens et favoriser le glissement intergranulaire. Dans le zinc le glissement intergranulaire est effectivement favorisé par l'interaction entre des dislocations de matrice et le joint de grains [Vali-83]. Le glissement intergranulaire à l'échelle microscopique est interprété par la décomposition des dislocations de matrice en dislocations sessiles avec une hauteur de marche nulle et une dislocation glissile avec une hauteur de marche minimale [Shei-97].

5.2.3 Bicristal en orientation de macle rhomboédrique dopé à l'yttrium

a- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique

La structure du bicristal dopé à l'yttrium à l'échelle microscopique est présentée figure 5-23.

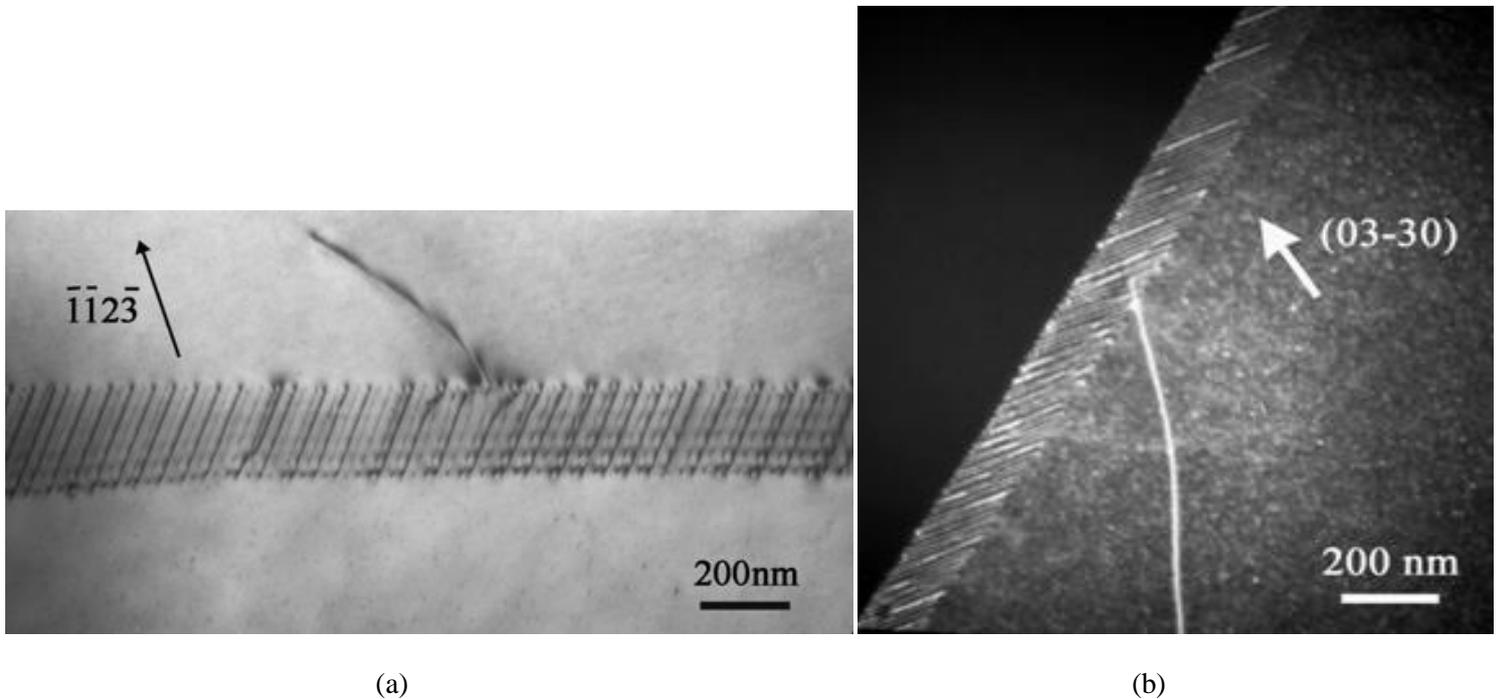


Figure 5-23 : Micrographie d'une macle rhomboédrique dans un bicristal dopé à l'yttrium. Le joint de grains est constitué de paires de dislocations parallèles. On observe l'interaction entre dislocation de matrice et joint de grains. (a): en Champ clair, (b) : en champ sombre

Des interactions entre des dislocations de matrice et le joint de grains sont aussi observées (figure 5-23). Les interactions possibles ont été analysées dans la partie du chapitre dédié au bicristal dopé au magnésium (cf 5.2.2).

La distribution des défauts est similaire à celle du bicristal non dopé. Cependant de nombreuses dislocations extrinsèques sont présentes, conférant à ce joint dopé un caractère hors d'équilibre. Les études antérieures sur ce même joint de grains ont mis en évidence une ségrégation préférentielle de l'yttrium au cœur des disconnections [Bouc-06, Lart-11], (cfc 1.5.8.b). L'yttrium forme un composé ordonné qui peut correspondre à $YAlO_3$ et peut ainsi diminuer la mobilité des disconnections, en accord avec une diminution de la vitesse de fluage [Cho-99, Naka-07, Lart-11]

b- Structure interfaciale après déformation à l'échelle microscopique

Après déformation, les joints de grains présentent la même distribution des défauts que celle observée avant déformation, avec une distance moyenne similaire de 27 nm entre les défauts (figure 5-24). Une dislocation de matrice en interaction avec le joint est visible dans la partie gauche de l'image.

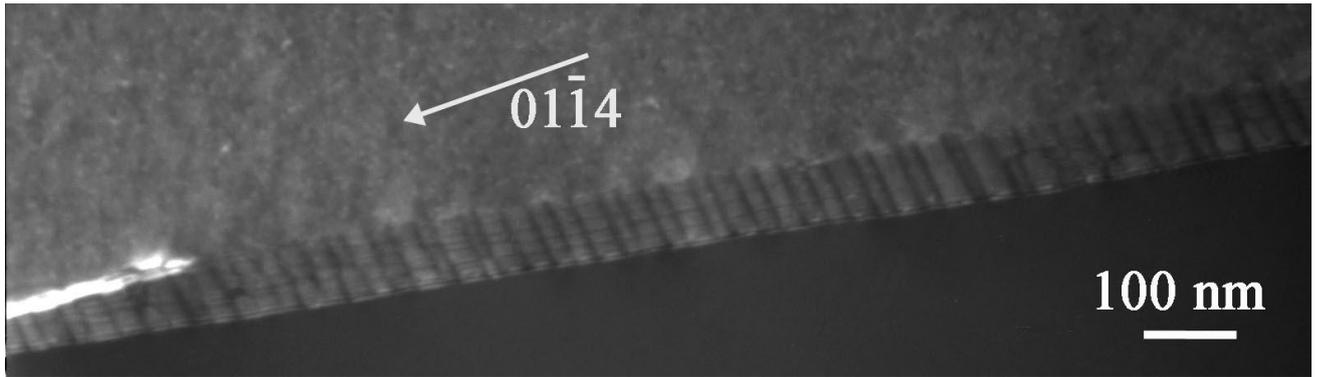


Figure 5-24 : Micrographie en champ sombre d'une macle rhomboédrique dans un bicristal dopé à l'yttrium après déformation.

Des dislocations sont présentes dans les grains (figure 5-25). Elles sont situées dans des plans de glissement basal, mais sont moins nombreuses que dans le bicristal dopé au magnésium. Il semble donc que la déformation n'ait pas été suffisante pour induire des interactions nombreuses avec le joint et donc un changement significatif de sa distribution de défauts.

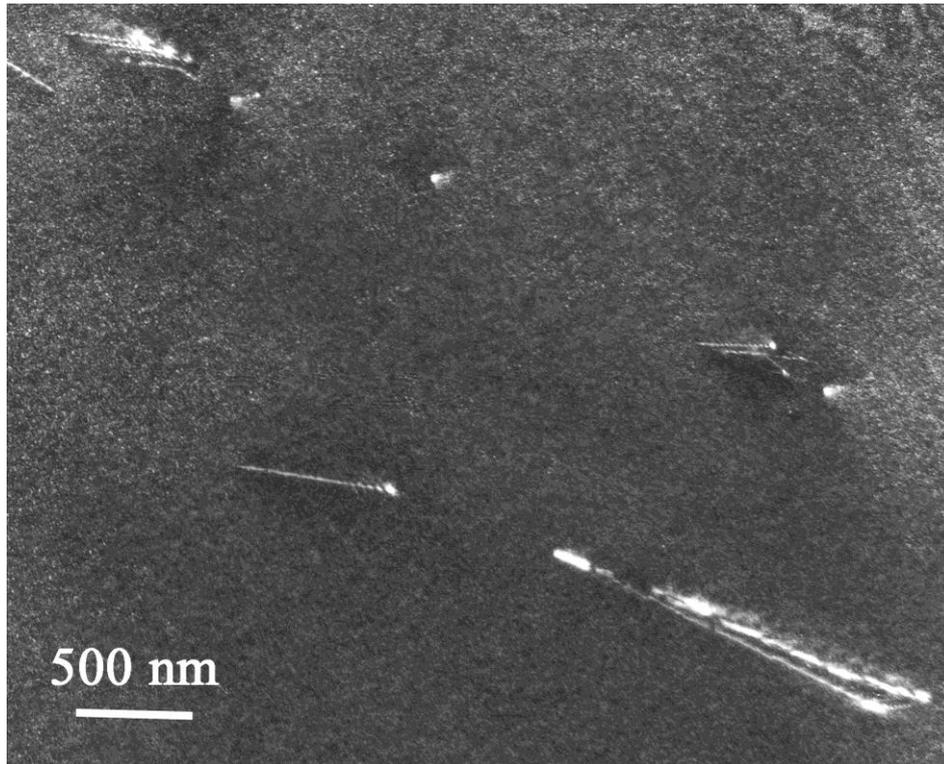


Figure 5-25 : Micrographie en champ sombre d'un bicristal dopé à l'yttrium après déformation. Présence de peu de dislocations dans le grain suite à la déformation.

c- Structure interfaciale après déformation à l'échelle atomique

Une région du joint de grains a été analysée à l'échelle atomique, elle présente une succession de disconnections, **a** à **j**, selon la distribution suivante (Figure 5-26).

a: $\vec{b}_{-3/4}$ **b:** $\vec{b}_{-3/4}$ **c:** $\vec{b}_{4/3}$ **d:** $\vec{b}_{4/3}$ **e:** $\vec{b}_{4/3}$ **f:** $\vec{b}_{-3/4}$ **g:** $\vec{b}_{-3/4}$ **h:** $\vec{b}_{2/1}$ **i:** $\vec{b}_{3/2}$ **j:** $\vec{b}_{-2/3}$

Les vecteurs de Burgers des disconnections de type $\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/4}$ correspondent à l'un des plus petits vecteurs de translation de la macle (0.42nm et 0.423nm respectivement), caractérisant une déviation à la coïncidence. Leur distribution traduit une orientation moyenne « macroscopique » du plan du joint plus proche de l'orientation de macle, en comparaison avec celle du bicristal non dopé. En revanche, on s'attend à ce que les disconnections h, i et j se décomposent en disconnections de type $\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/4}$ afin de diminuer leur énergie. Le caractère hors d'équilibre de la distribution des défauts est donc confirmé à l'échelle atomique.

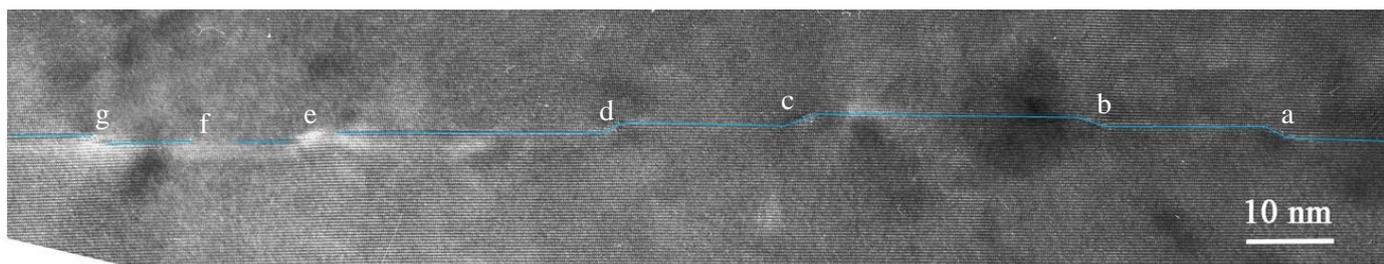


Figure 5-26 : Micrographie en METHHR du joint dopé yttrium après déformation. 7 défauts sont visibles, avec des marches montantes ou descendantes.

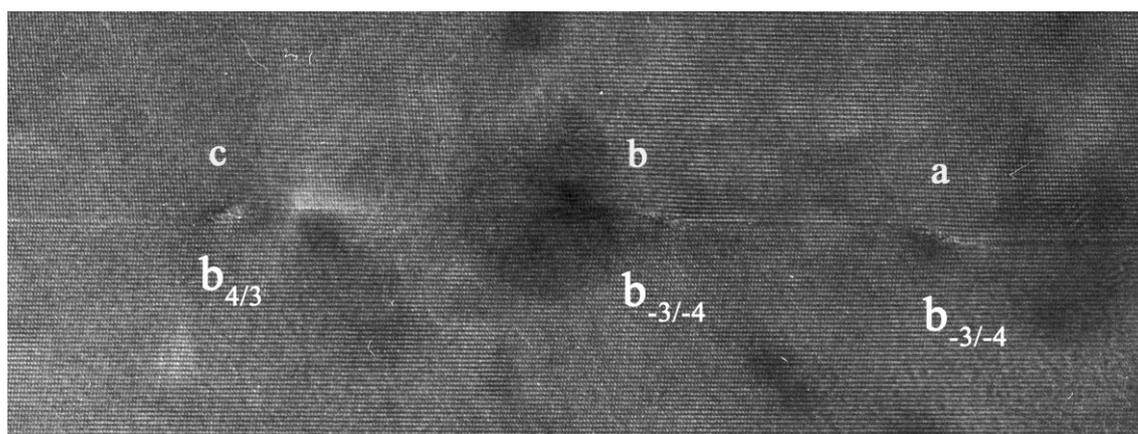


Figure 5-27 : Micrographie en METHHR du joint dopé yttrium après déformation. Les disconnexions a et b ont des marches descendantes, la disconnection c a une marche ascendante.

La figure 5-28 représente la superposition d'une micrographie en METHHR et un modèle de la macle (en bleu), seuls les nœuds du réseau sont pris en compte, permettant de visualiser la position du plan du joint.

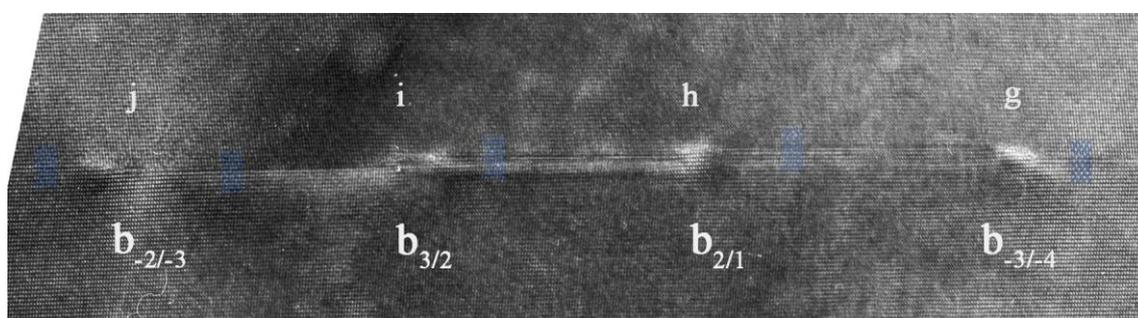


Figure 5-28: Micrographie en METHHR du joint dopé à l'yttrium après déformation. Les disconnexions j et g ont des marches descendantes, les disconnexions i et h ont des marches ascendantes. Un modèle de macle, en bleu, est superposé pour la détermination de la position du plan du joint.

Une étude des défauts a été réalisée avec un microscope équipé d'un correcteur d'aberration sphérique (TITAN FEI, Marseille, travaillant sous tension de 300KV, avec une résolution proche de 0.1nm)

Deux exemples de disconnections sont montrés en figure 5-29. Les points blancs sur l'image correspondent aux colonnes atomiques de l'aluminium, elles sont visibles dans la partie encadrée de la figure 5-29 (a). On note une forte variation du contraste le long de l'interface et dans les grains. Celle ci résulte du champ de déformation dû aux défauts. De plus on ne peut exclure la présence d'une composante de torsion de la déviation à l'orientation de macle.

Les deux disconnections, bien que présentant un vecteur de Burgers similaire, égal à $\vec{b}_{4/3}$ ($|\vec{b}_{4/3}|=0.420$ nm), sont différentes. La largeur de l'un des défauts atteint 10 nm et l'autre 5nm. La structure de cœur des disconnections est complexe. Les caractéristiques des défauts sont vraisemblablement comparables à celles observées en contraste de numéro atomique obtenues en STEM sur le bicristal avant déformation [Lart-11]

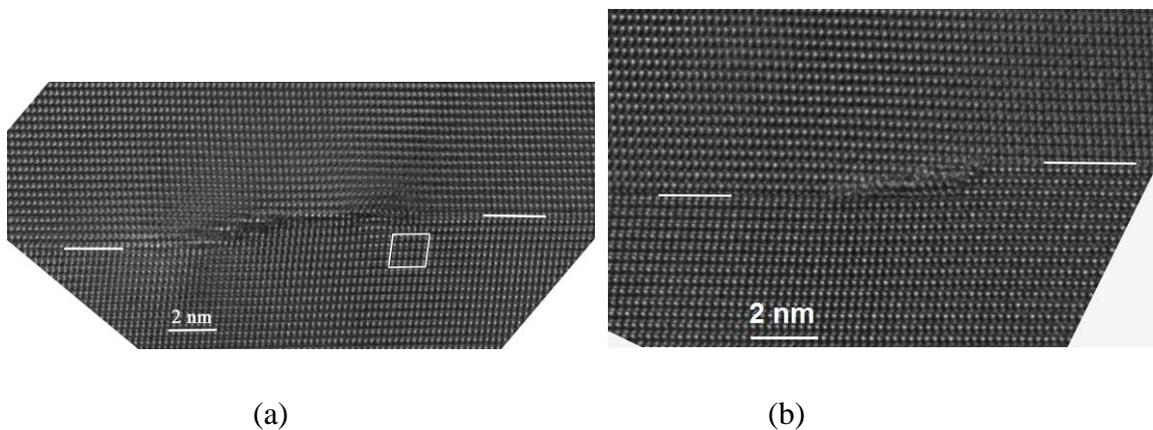


Figure 5-29 : Micrographies METHR (TITAN avec correcteur de Cs) des disconnections $\vec{b}_{4/3}$ du bicristal dopé Y et déformé. Le plan du joint de grains se situe dans la région sombre. **(a)** La largeur du défaut est 10 nm. **(b)** La largeur du défaut est 5 nm

5.2 Joint de macle avec un plan $(01\bar{1}5)$

5.2.1 Calcul de la matrice de transformation T dans le cas d'un plan de joint $(01\bar{1}5)$

La figure 5-30 représente le réseau dichromatique, ou réseau bicolore, du joint $(01\bar{1}5)$ en projection selon la direction $[2\bar{1}\bar{1}0]$, qui est la direction parallèle au faisceau d'électrons dans les images en haute résolution.

La direction perpendiculaire au plan $(01\bar{1}5)$ est $[01\bar{1}5/\lambda]$, avec $\lambda=4.969$. La direction commune aux deux cristaux et contenue dans ce plan est la direction $[055\bar{2}]$. Le troisième vecteur de la base (e_1, e_2, e_3) est la direction parallèle au faisceau d'électrons $[2\bar{1}\bar{1}0]$.

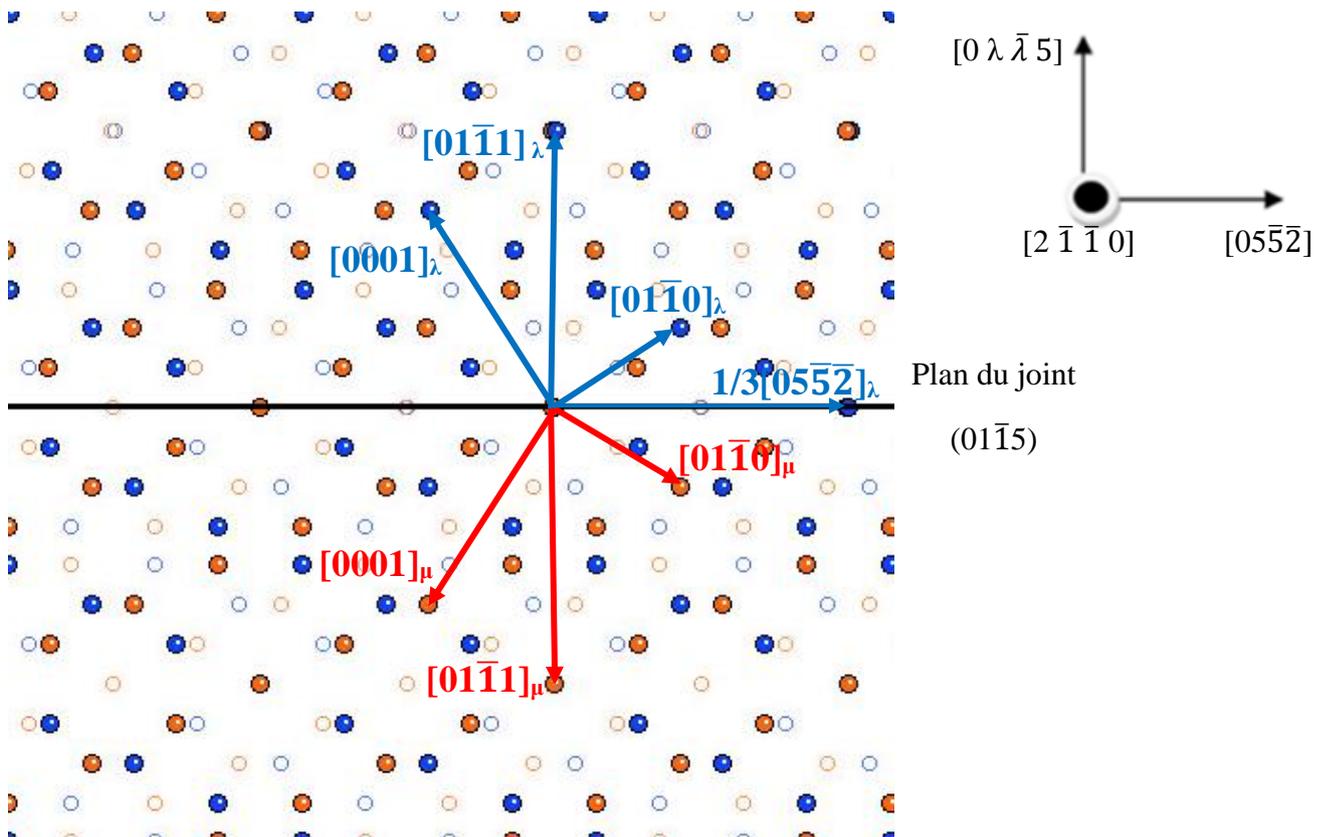


Figure 5-30 : Réseau dichromatique de la macle rhomboédrique avec un plan du joint $(01\bar{1}5)$. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ , les cercles en orange au cristal μ . Les cercles vides sont à la hauteur $z=1/2$.

Pour le joint avec un plan $(01\bar{1}5)$:

La matrice de rotation R est :

$$R = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La matrice T est :

$$T = \begin{pmatrix} 2 & 0 & 0 & 1 \\ \bar{1} & \lambda & 5 & 1 \\ \bar{1} & \bar{\lambda} & \bar{5} & 1 \\ 0 & 5 & -2\lambda & 0 \end{pmatrix}$$

Normalisation de la base

$$T = \frac{1}{\sqrt{6}\sqrt{(2\lambda^2+25)}} \begin{pmatrix} 2(2\lambda^2+25) & 0 & 0 & \sqrt{2}(2\lambda^2+25) \\ -(2\lambda^2+25) & \lambda\sqrt{6} & 5\sqrt{3} & -6\sqrt{2}(2\lambda^2+25) \\ -(2\lambda^2+25) & -\lambda\sqrt{6} & -5\sqrt{3} & 6\sqrt{2}(2\lambda^2+25) \\ 0 & -\sqrt{6} & -2\lambda\sqrt{3} & 0 \end{pmatrix}$$

Avec $\lambda = (2/3)^{1/2}(c/a)$ et $\lambda^2 = 4.969$

En posant $\beta = \sqrt{(2\lambda^2+25)}$

$$T^{-1} = \frac{1}{\sqrt{6}\beta} \begin{pmatrix} 2\beta & -\beta & -\beta & 0 \\ 0 & \lambda\sqrt{6} & -\lambda\sqrt{6} & 5\sqrt{6} \\ 0 & 5\sqrt{3} & -5\sqrt{3} & -2\sqrt{3}\lambda \\ \sqrt{2}\beta & \sqrt{2}\beta & -2\lambda\sqrt{3} & 0 \end{pmatrix}$$

La matrice de transformation Q

$$Q = \frac{1}{\beta^2} \begin{pmatrix} -\beta^2 & 2\beta^2 & 2\beta^2 & 0 \\ 2\beta^2 & 2(25 - \lambda^2) & 4\lambda^2 - 25 & -30\lambda \\ 2\beta^2 & 4\lambda^2 - 25 & 2(25 - \lambda^2) & 30\lambda \\ 0 & -30\lambda & 30\lambda & 3(2\lambda^2 - 25) \end{pmatrix}$$

5.2.2 Bicristal en orientation de macle, plan du joint (01 $\bar{1}$ 5), non dopé

a- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique

Les joints de grains du bicristal en orientation de macle avec un plan du joint (01 $\bar{1}$ 5) non dopé (parfois appelé dans notre étude joint général) possèdent une désorientation d'angle $\theta = 85.90^\circ$ autour de l'axe $\vec{R} = [2\ 0\ \bar{2}\ 1]$.

La macle analysée en microscopie conventionnelle, (Figure 5-31), contient plusieurs réseaux de dislocations, un réseau de dislocations parallèles au faisceau d'électron et un réseau serré de dislocations parallèles au plan de la lame. La structure de ce joint à cette échelle est donc plus complexe que celle de la macle rhomboédrique. La distance entre les dislocations perpendiculaires au plan de la lame est de 137nm.

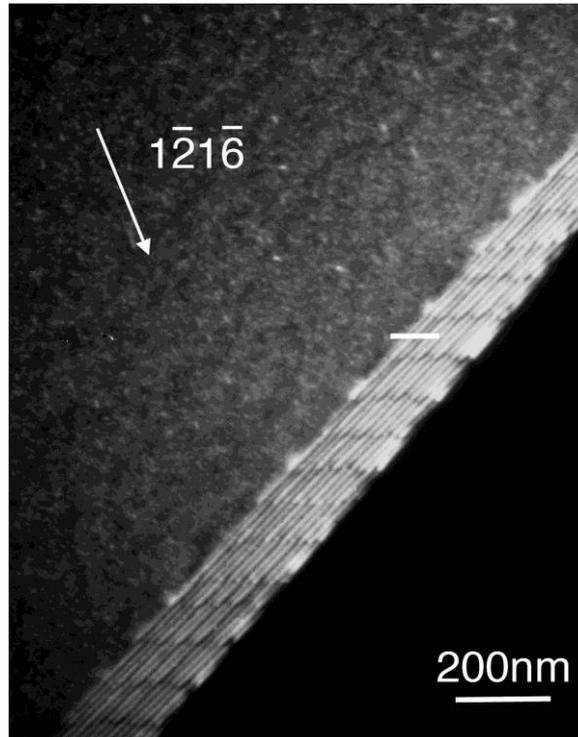


Figure 5-31 : Micrographie en champs sombre du bicristal non dopé de plan du joint ($01\bar{1}5$). Deux réseaux de dislocations sont observés: un réseau serré de dislocations parallèles au plan de la lame et un réseau de dislocations presque perpendiculaires au plan de la lame

L'écart à la désorientation est mesuré en utilisant les lignes de Kikuchi [Dela-83], il est de $\Delta\theta = 0.23^\circ$.

b- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle atomique

La structure des défauts périodiques n'a pas pu être déterminée, les dislocations parallèles au plan de la lame sont parallèles à l'axe de projection et donc ne peuvent être observées, les autres dislocations sont trop espacées. Cependant nous avons pu proposer un modèle pour la structure du joint de grains et identifier deux défauts.

- **Structure du joint de grains**

La structure du joint a pu être déterminée par comparaison entre des structures calculées et les images en haute résolution, réalisées sur plusieurs microscopes. Une structure de joint correspondant à la meilleure minimisation de l'énergie totale du système a été déterminée en utilisant les algorithmes de minimisation proposés dans le logiciel "General Utility Lattice Package" (GULP) de Gale [Gale-96]. Ce logiciel utilise des modélisations des interactions interatomiques de type semi-phénoménologique, ce qui permet de simuler de nombreux systèmes de grande taille. Pour l'alumine la

modélisation de Streitz et Mintmire (SM) a été choisie [Stre-96]. Elle inclut une optimisation des charges atomiques locales basée sur l'environnement de chaque atome pour les interactions électrostatiques couplée à une modélisation de type EAM (Embedded Atom Modelling) pour les interactions non électrostatiques (métalliques-semicovalentes). Les calculs ont été réalisés par O. Hardouin Duparc (LSI, Ecole Polytechnique).

Il s'agit en un premier temps de déterminer la structure atomique de cette macule, à savoir si elle est de type miroir ou d'axe d'ordre 2, et déterminer la valeur des déplacements rigides parallèlement à la macule et l'expansion perpendiculaire. Il faut pour cela minimiser par calcul des centaines de modèles à plusieurs centaines d'atomes chacun, pour déterminer le modèle d'énergie la plus basse, en fonction d'une modélisation adaptée des interactions.

Le plan du joint étant orienté selon les directions x et z, la périodicité en x est de 1,621nm, et comprend deux unités structurales décalées d'une demi période selon z.

Pour les calculs avec GULP, les conditions périodiques habituelles sont appliquées en x et en z. Selon y, des bords (murs) d'épaisseur environ 1,05nm sont 'gelés' de part et d'autre du plan du joint, au-delà d'une zone d'épaisseur de 4nm au sein de laquelle les atomes bougent en fonction de l'algorithme de minimisation choisi dans GULP (par gradients conjugués ou par une des méthodes de Newton-Raphson disponibles). Les positions des bords externes fixes contrôlent donc le vecteur dit de translation rigide que l'on peut surajouter à chacun des quatre modèles. Chaque boîte traitée par GULP contient 560 atomes. Les pas de calcul sont $dx=0.01\text{nm}$, $dy=0.005\text{nm}$, $dz=0.01\text{nm}$.

La structure trouvée de plus basse énergie en Streitz et Mintmire est une structure proche d'un miroir et présente des translations du cristal supérieur selon les trois directions de l'espace de $dx=0.01\text{nm}$, $dy=0.03\text{nm}$ (décalage du cristal supérieur vers le haut) et $dz=0.01\text{nm}$. C'est donc une configuration complexe, associée à une énergie élevée en comparaison avec la macule rhomboédrique.

La simulation d'image montre une correspondance correcte entre les images et la structure simulée. Le modèle retenu est comparé avec plusieurs images expérimentales.

La figure 5-32 montre la comparaison entre une image réalisée avec le MET 2010 de l'ESPCI (200kV, Cs=1,2mm) et la simulation pour une épaisseur de 6nm et une défocalisation de -43nm, proche de la défocalisation de Scherzer.

Les points rouges sont les positions des pics les plus intenses. On voit que pour chaque colonne, il y a en fait deux pics, car les colonnes sont allongées. Dans le cristal supérieur, les pics les plus intenses dans la double colonne (en image) sont inversés par rapport à la simulation.

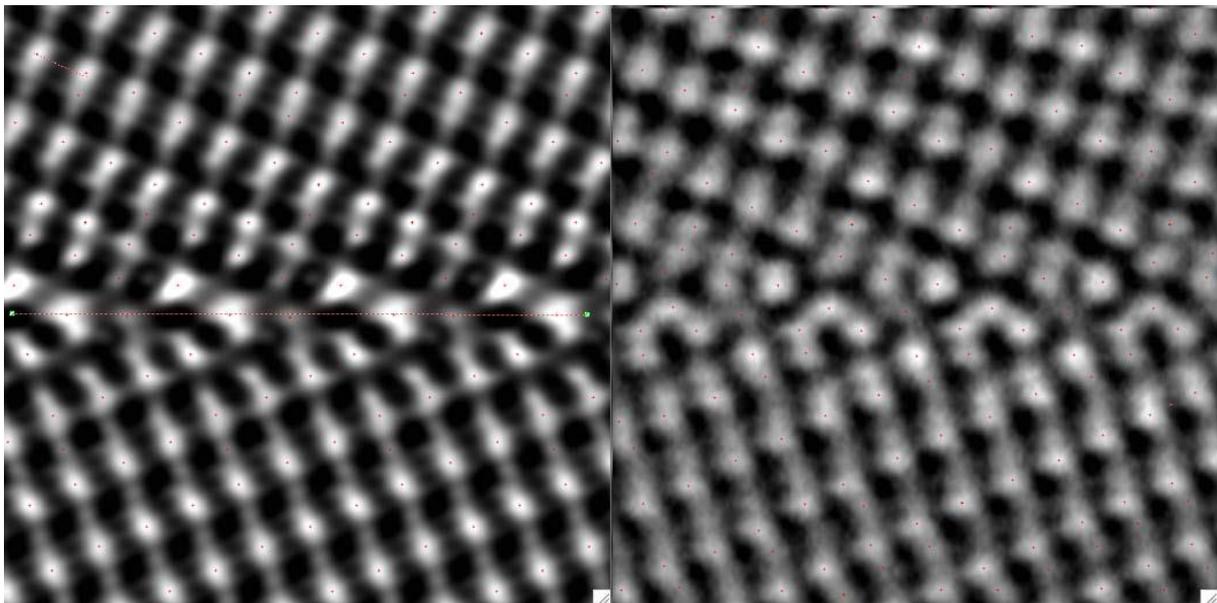


Figure 5-32 : Micrographie en METHR du joint de grain $(01\bar{1}5)$ non dopé dans l'alumine. Comparaison entre une observation en METHR et la simulation correspondante (défocalisation à -42nm ; et 6.5nm d'épaisseur).

La figure 5-33 montre la superposition des zones d'intensité maximale dans l'image et dans la simulation. Tous les "double pics" n'apparaissent pas. Les flèches bleues indiquent les positions où deux pics apparaissent pour une même colonne, soit dans l'image, soit dans la simulation. On peut conclure que l'accord entre l'image et la simulation est satisfaisant.

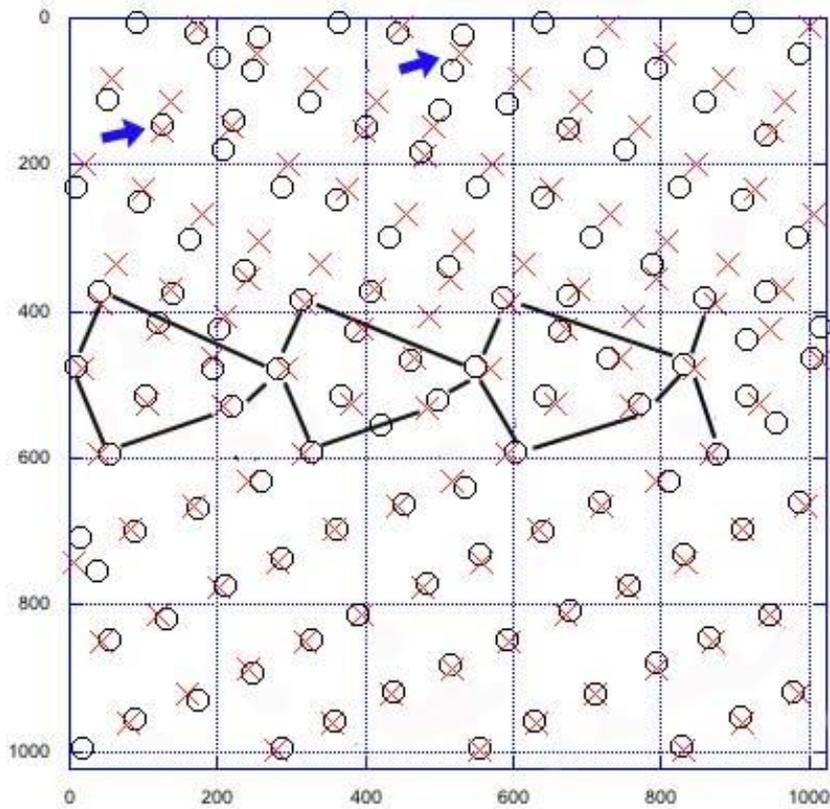


Figure 5-33 : Schéma de superposition des images expérimentale et simulée des zones d'intensité maximale. (croix: image simulée, ronds: image expérimentale).

Les configurations possibles de l'accord entre l'image simulée et l'image expérimentale sont analysées (figure 5-34):

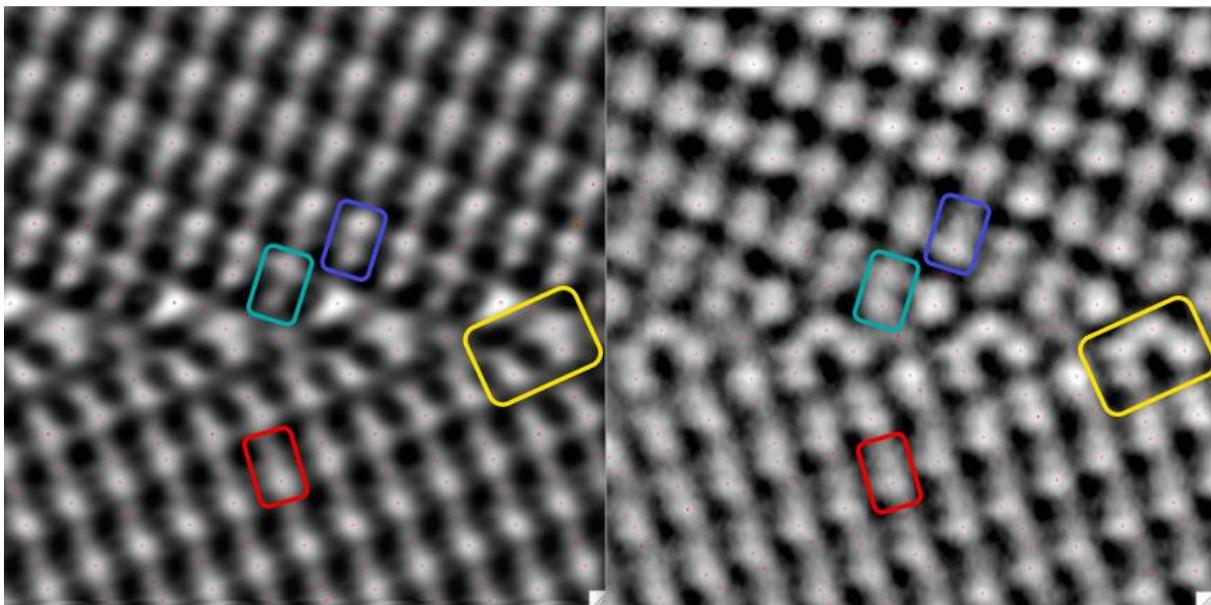
Rectangle rouge : les points sont allongés, et deux pics pour une « colonne ». Le pic le plus intense est en dessous. On a un bon accord entre la simulation et l'image.
Conditions : défocalisation $f = -42$ nm, épaisseur $t = 5$ nm

Rectangle bleu : les pics les plus intenses sont inversés entre l'image et la simulation. Cet effet est dû à une petite rotation de torsion supplémentaire pour le cristal supérieur ou à une rotation autour d'un axe contenu dans le plan de l'image.

Rectangle vert proche du joint : le pic inférieur est moins intense dans la simulation que les pics du dessous loin du joint (par ex rectangle bleu) Cela se traduit par une égale intensité pour les deux pics dans l'image. On a donc une modification des intensités au joint.

Ce qui est important, c'est que les positions des pics sont les mêmes dans les images simulée et observée (figure 5-34). Les points rouges sont les pics détectés par Peak Analysis dans 'mac Tempas'. L'accord est parfait pour le cristal inférieur; pour le cristal supérieur, deux pics de l'image simulée encadrent souvent un pic de l'image observée.

Le rectangle jaune englobe 4 pics; le pic en haut à gauche est peu marqué dans la simulation. Mais c'est aussi le cas pour la double colonne juste à gauche du rectangle jaune, de manière moins marquée, car elle est un peu plus loin du joint.



(a)

(b)

Figure 5-34 : Comparaison des pics METHR entre une simulation (a) et l'observation correspondante (b). Défocalisation à -42nm et épaisseur 6.5nm.

Une autre image a été obtenue sur le microscope OAM (300kV) à Berkeley (Figure 5-35). L'accord entre l'image et la simulation est excellent. ($f = -46\text{nm}$ $t = 10\text{nm}$). Le plan du joint semble passer par les ions d'aluminium.

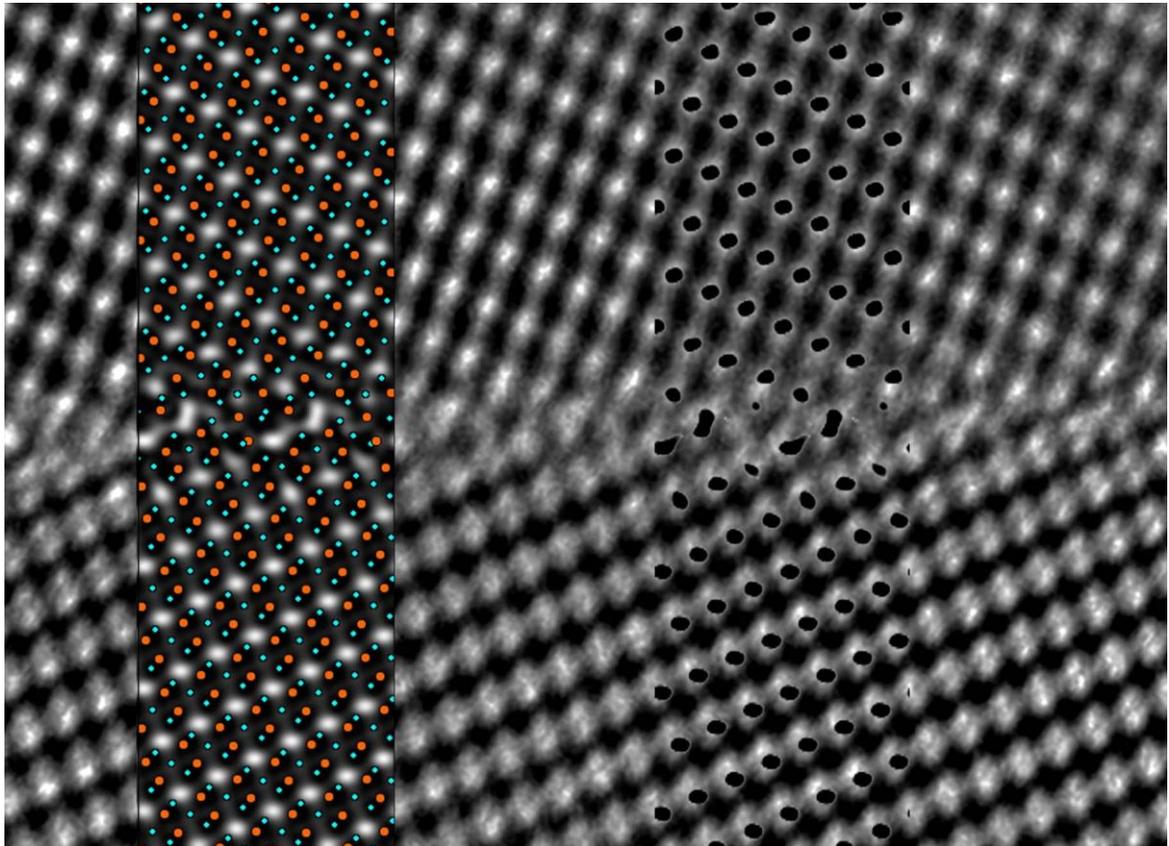


Figure 5-35 : Micrographie METHR (OAM-Berkeley) du joint de grains $(01\bar{1}5)$ non dopé dans l'alumine. L'image simulée est superposée à l'image expérimentale à -46nm de défocalisation et 10nm d'épaisseur. Les cercles en bleu correspondent aux ions d'oxygène, les cercles en orange correspondent aux ions d'aluminium.

- **Analyse d'une facette**

La figure 5-36 représente une facette, ce défaut $\vec{b}_{-7/-7}$ ne possède qu'une composante sur x , $b_x = 0.004 \text{ nm}$. La facette est parallèle au plan le plus dense de l'alumine $(01\bar{1}2)$ dans le cristal supérieur. Un facetage selon les plans denses est souvent observé dans les joints de grains de longue période (Gemm-03). Le défaut est très petit, les nœuds à l'extrémité droite de la facette sont quasi superposés, c'est donc une configuration favorable d'un point de vue énergétique.

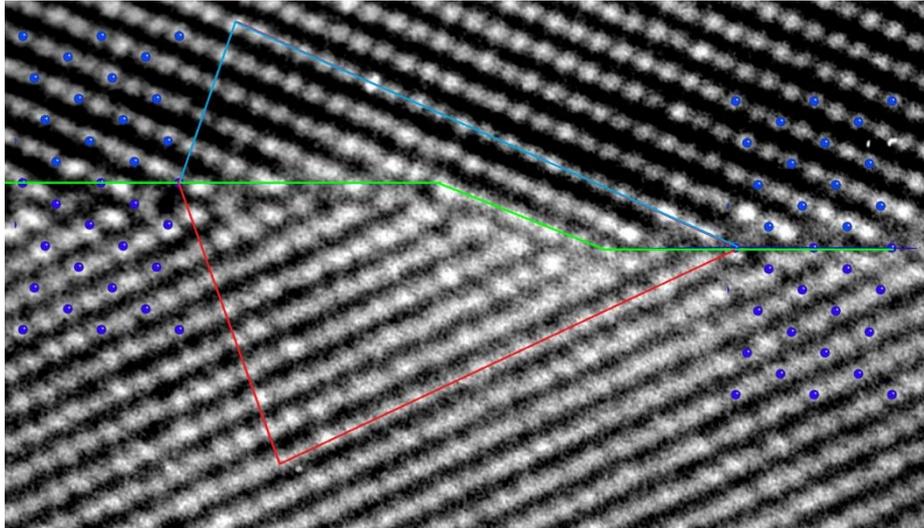


Figure 5-36 : Micrographie METHR d'une facette dans le bicristal de macle $(01\bar{1}5)$ non dopé. Le circuit est tracé en bleu dans le cristal λ et en rouge dans le cristal μ .

Le circuit est tracé autour du défaut, « facette », et reporté sur le réseau dichromatique du joint avec un plan de joint $(01\bar{1}5)$ figure 5-37.

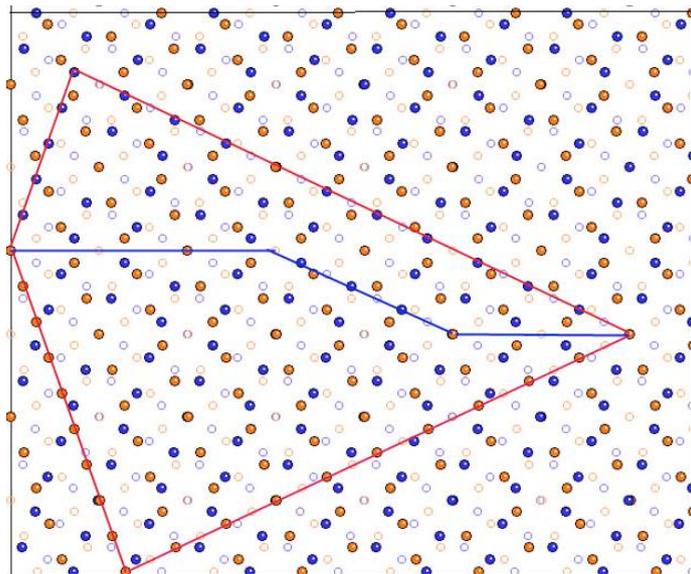


Figure 5-37 : Réseau dichromatique du bicristal de macle $(01\bar{1}5)$ non dopé. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange au cristal μ . Le circuit autour de la facette est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . $b_x = 0.004$ nm

- Analyse d'une marche

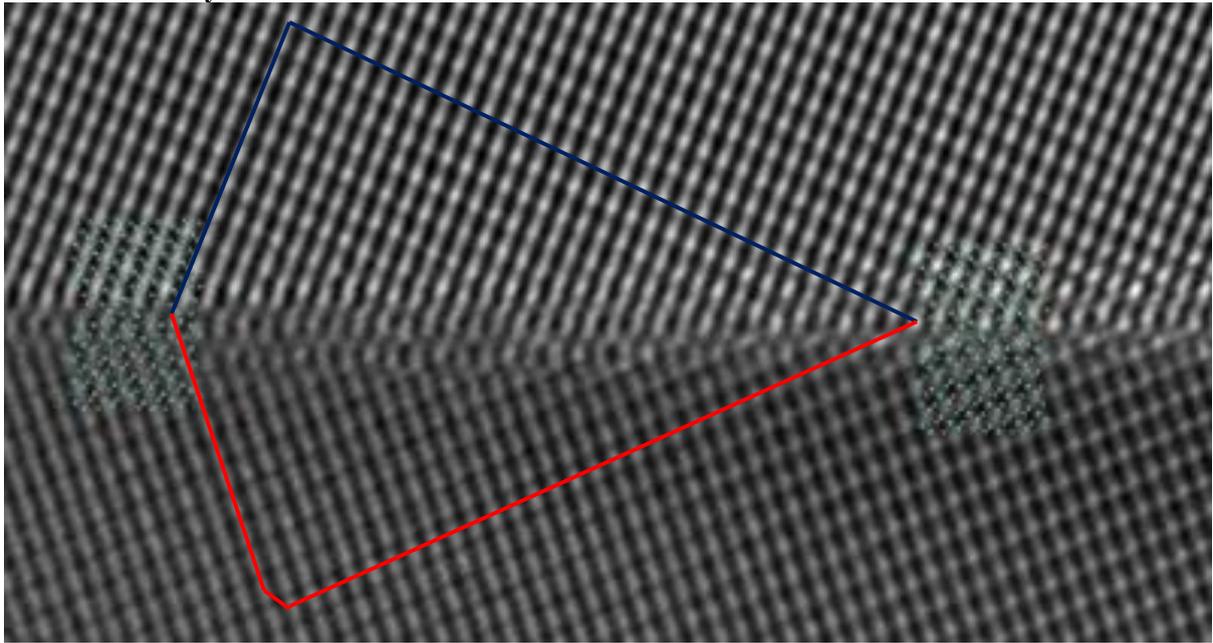


Figure 5-38 : Micrographie METHR d'une marche dans un bicristal en orientation de maclage $(01\bar{1}5)$ non dopé

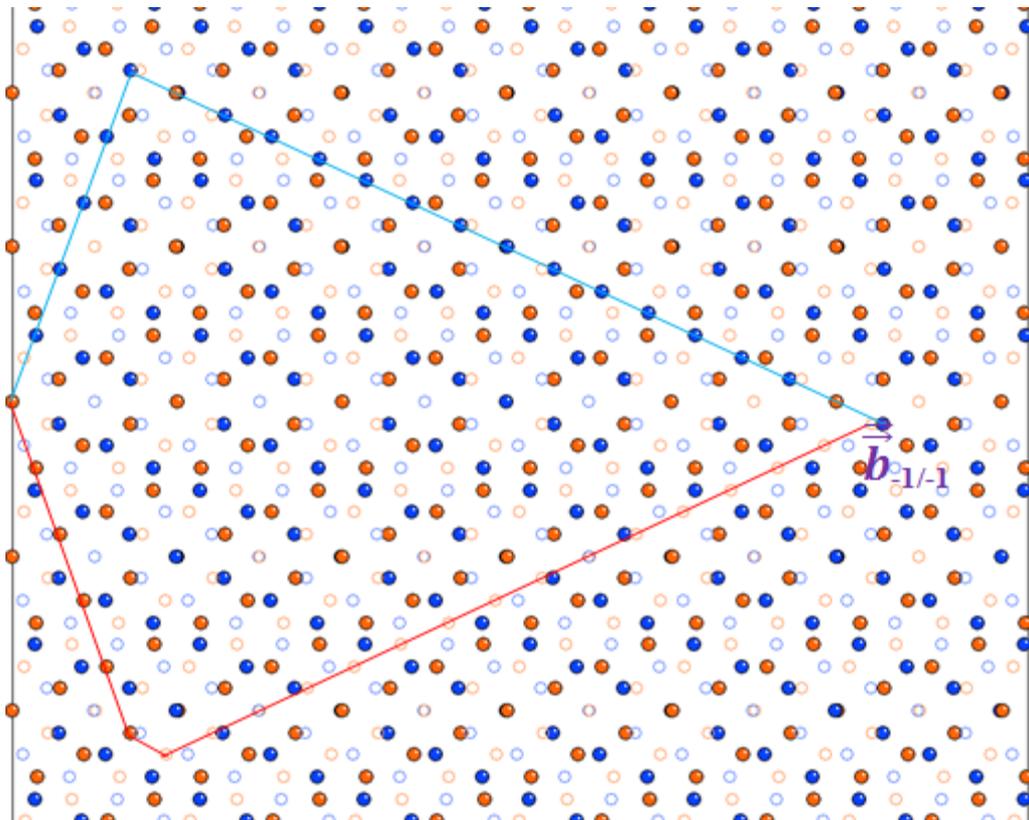


Figure 5-39 : Réseau dichromatique de la marche pour le bicristal en orientation de maclage $(01\bar{1}5)$. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange au cristal μ . Le circuit autour de la facette est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-1/-1}$

- Détermination du vecteur de Burgers $\vec{b}_{-1/-1}$

$\vec{b} = \vec{t}(\lambda) - Q \vec{t}(\mu)$, les vecteurs de translation sont indiqués sur la figure 5-40

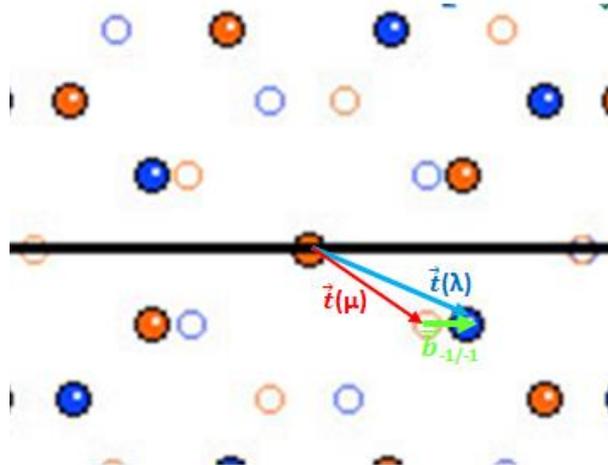


Figure 5-40 : Réseau dichromatique du bicristal général, tracé du vecteur $\vec{b}_{-1/-1}$ et ses vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$

$$\vec{t}(\lambda) = 1/2 * 1/3 * [05\bar{5}\bar{2}] + (-1/2) [01\bar{1}0] = 1/6 [02\bar{2}\bar{2}] = 1/3 [01\bar{1}\bar{1}]$$

$$\vec{t}(\mu) = t(\mu) = 1/2 [01\bar{1}0]$$

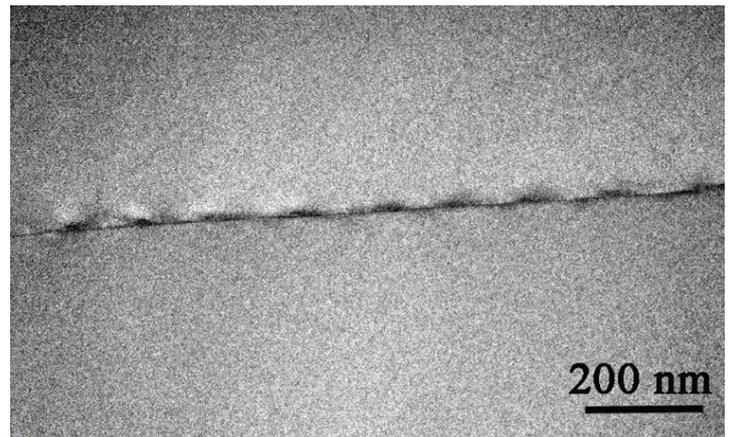
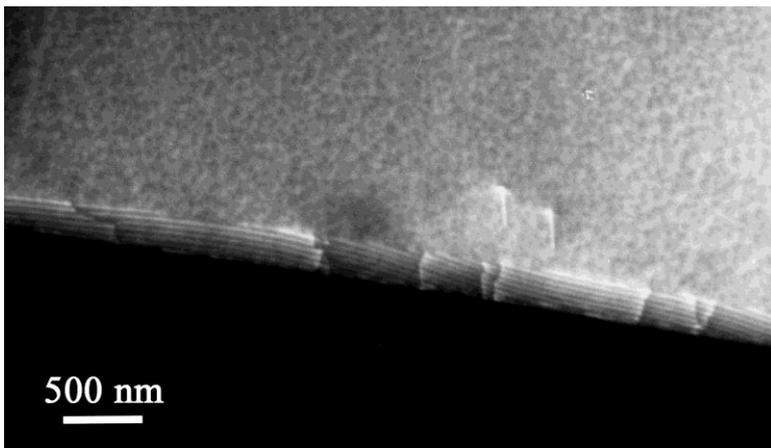
$$\vec{b}_{-1/-1} = \frac{1}{6(2\lambda^2 + 25)} [2(2\lambda^2 + 25), (8\lambda^2 + 50), -12\lambda^2, (10 - 4\lambda^2)]$$

$$\vec{b}_{-1/-1} = [0.333, -0.0488, -0.2844, -0.0471]$$

$$\|\vec{b}_{-1/-1}\| = 0.264 \text{ nm}$$

c- Structure interfaciale après déformation à l'échelle microscopique

Le bicristal déformé montre la présence d'une faible densité de dislocations dans la matrice et des dislocations extrinsèques largement espacées dans le joint de macle. Le réseau fin de dislocations intrinsèques parallèles au plan de la lame est également visible (figure 5-41(a)). La figure 5-41(b), montre le réseau de dislocations de même périodicité et espacées de 137 nm, le joint de macle est parallèle au faisceau d'électrons.



(a)

Figure 5-41 : (a): Micrographie en champs sombre du bicristal non dopé de plan du joint $(01\bar{1}5)$ après déformation. Une faible densité de dislocation de matrice et de dislocation extrinsèque du joint sont observées. (b): Micrographie en mode STEM, le plan du joint est parallèle au faisceau d'électrons. Un réseau périodique de dislocations intergranulaires espacées de 137 nm est observé.

5.2.3 Bicristal en orientation de macle, plan du joint $(01\bar{1}5)$ dopé au Lanthane

a- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique

Une analyse des dislocations intergranulaires a été réalisée en microscopie conventionnelle. Un réseau de dislocations est aussi présent en matrice à proximité du joint de grains.

Le réseau dans le cristal inférieur (2) comprend deux types de dislocations basales (Figure 5-42). Une interaction entre les deux types de dislocations est aussi visible. $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$, $\vec{b}_2 = 1/3[\bar{2}110]$. Les trois dislocations sont contenues dans un plan proche de $(11\bar{2}0)$, qui ne contient pas les vecteurs de Burgers. Il s'agit donc ici d'une configuration de montée.

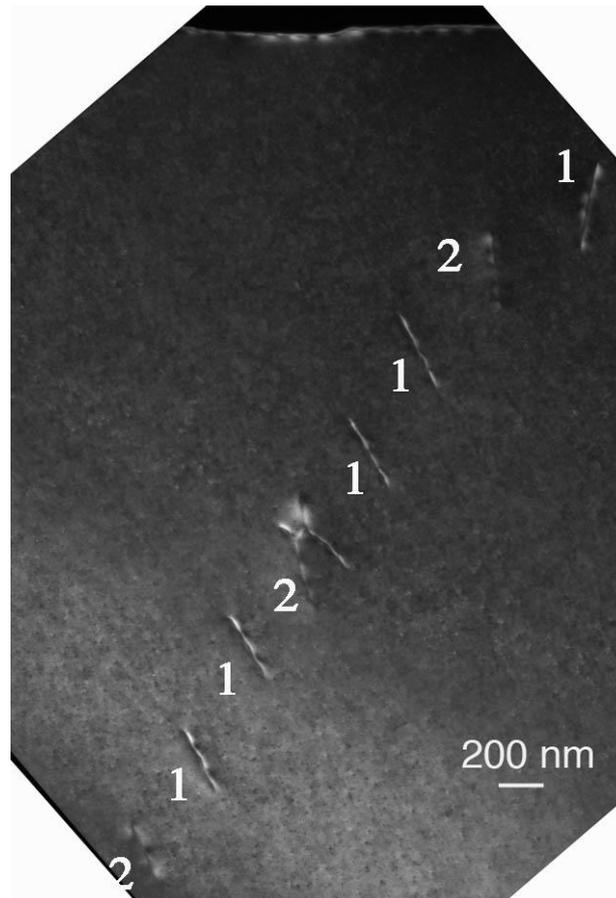


Figure 5-42 : Micrographie en champ sombre, deux types de dislocations basales de matrice.

L'écart à la l'orientation de macle parfaite a été déterminé à partir de l'analyse des lignes de Kikuchi en amenant trois axes communs aux deux cristaux $[2\bar{1}\bar{1}0]$, $[\bar{5}50\bar{1}]$ et $[50\bar{5}1]$, parallèles au faisceau d'électrons. L'écart à la déviation mesuré est de $0,24^\circ$.

Le joint de macle contient un réseau de dislocations (figure 5-43). Leur ligne est proche (à 10° près) de la direction $[50\bar{5}2]$ dans le cristal 1 et $[50\bar{5}\bar{2}]$ dans le cristal 2. Les lignes sont donc parallèles au plan de la lame, leur observation en METHR n'est donc pas possible.

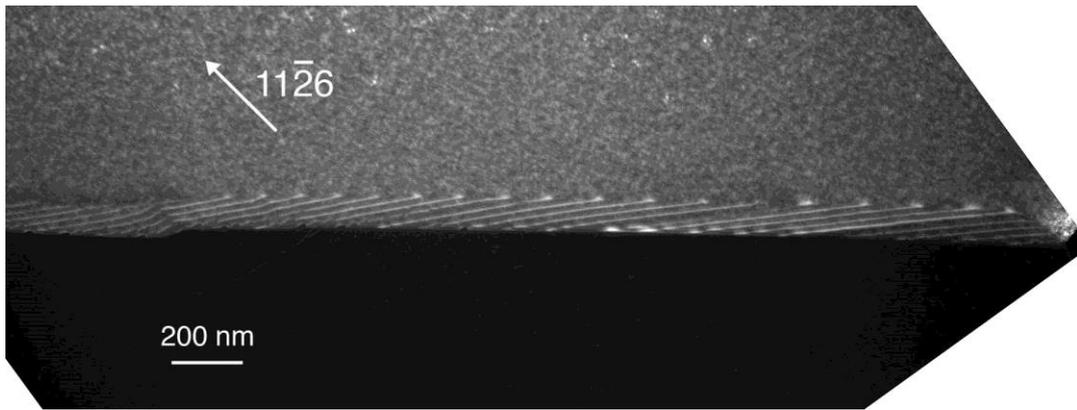


Figure 5-43 : Micrographie en champ sombre du bicristal de macle (01 $\bar{1}5$) dopé au La avant déformation. Un réseau de dislocations intergranulaires est observé

Une majorité d'entre elles présente un contraste similaire. Quelques dislocations ont un contraste différent (figure 5-44). Une analyse soignée des contrastes (symétrie et conditions d'extinction) a été réalisée en condition de deux ondes pour un cristal ou en condition de deux ondes simultanées (12 conditions en tout). Quelques exemples sont donnés ci après.

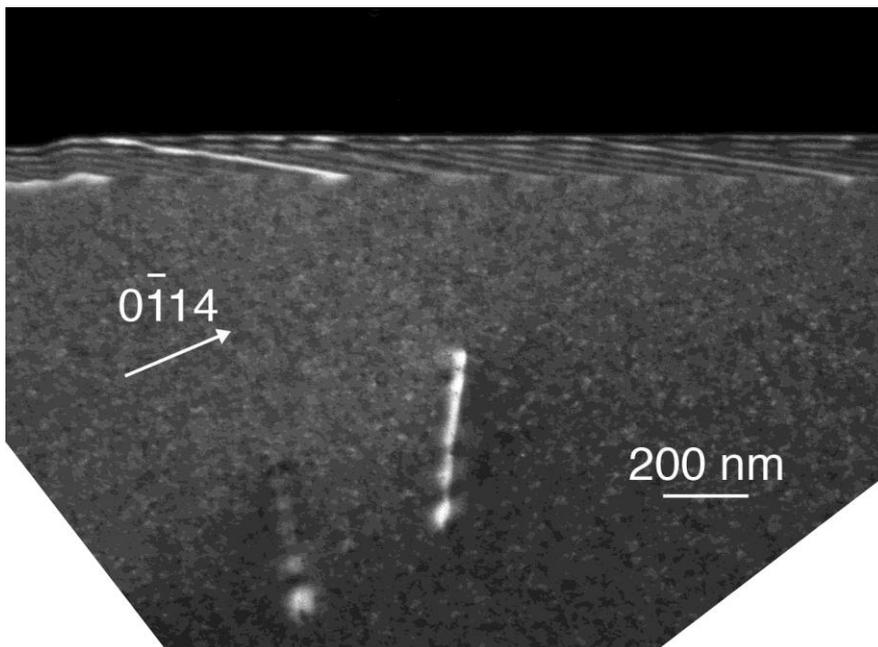


Figure 5-44 : Micrographie en champ sombre du bicristal de macle (01 $\bar{1}5$) dopé au La avant déformation. Condition en deux ondes. Des dislocations intergranulaires présentent différents contrastes

Pour la majorité des dislocations, l'analyse du contraste conduit à un vecteur de Burgers parallèle ou proche de la direction $[\bar{1}011]_1$. Sur la figure 5-45, seule une dislocation présente un contraste fort, les autres sont éteintes.

Le vecteur de Burgers de la dislocation en contraste figure 5-45 est proche de la direction $[\bar{1}2\bar{1}0]$. Son contraste est faible figure 5-46, où $(\vec{g} \cdot \vec{b}) \wedge \vec{u}$ est proche de zéro.

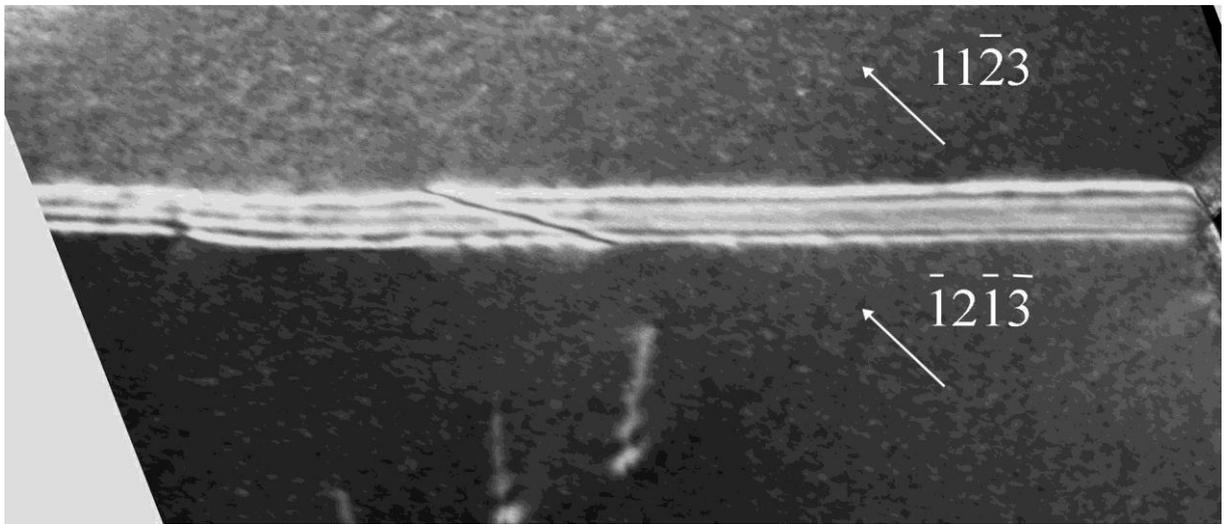


Figure 5-45 : Micrographie en champ clair du bicristal de macle (01 $\bar{1}5$) dopé au La avant déformation. En condition de \vec{g} commun. Présence d'une seule dislocation avec un contraste fort

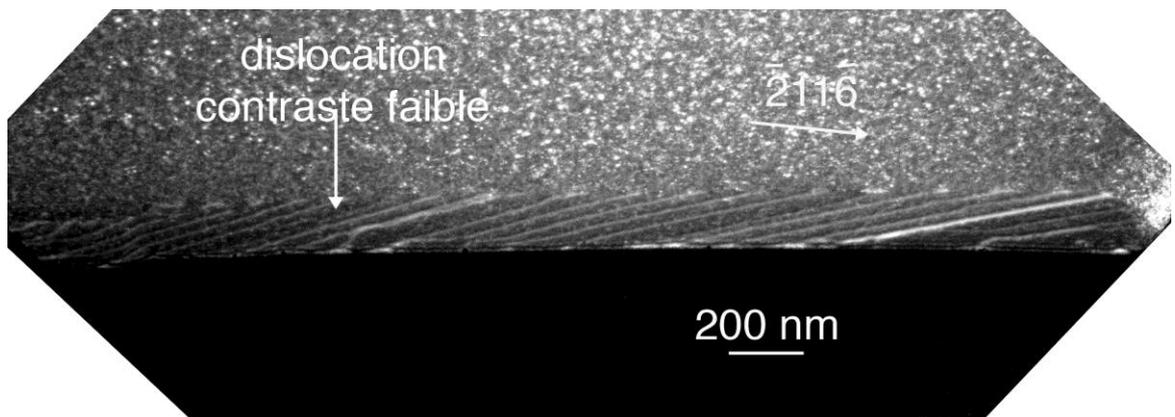


Figure 5-46 : Micrographie en champ sombre du bicristal de macle (01 $\bar{1}5$) dopé au La avant déformation. La même dislocation avec un contraste faible

Il est utile de rappeler ici les vecteurs possibles des dislocations intergranulaires, c'est à dire les plus petits vecteurs de translation du joint de grains. Ils sont reportés dans le réseau dichromatique figure 5-47.

$b_{4/3}$ est perpendiculaire au plan de macle (longueur 0.22 nm), $b_{2/2}$ est parallèle à ce plan (0.229nm), $b_{1/1}$ a une composante hors du plan de projection (0.264nm)

Les dislocations majoritaires peuvent donc correspondre à $b_{4/3}$. La ligne est perpendiculaire au vecteur de Burgers, Ce sont des dislocations coin, qui doivent rendre compte de l'écart en flexion à l'orientation de macle. La distance théorique entre dislocations est d'environ 50 nm. La distance mesurée est plus faible, elle est estimée à 40 nm. Cependant la distance est difficile à mesurer, et le vecteur de Burgers ne peut pas être plus petit. On a donc un accord correct entre la théorie et l'expérience.

Pour la seconde dislocation analysée, en contraste fort figure 5-45, le vecteur de Burgers peut correspondre à un vecteur du cristal, $1/3 [\bar{1}2\bar{1}0]$. La dislocation est très proche du réseau en matrice observé en figure 5-42. Il peut aussi correspondre au vecteur $\vec{b}_{1/1}$.

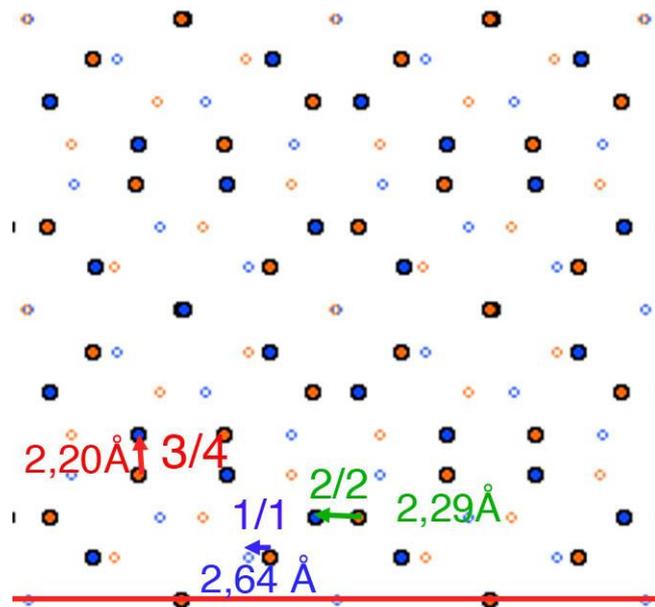


Figure 5-47 : Réseau dichromatique d'une macle (01 $\bar{1}$ 5), les cercles en bleu correspondent aux nœuds du réseau du cristal λ , les cercles en orange correspondent à ceux du cristal μ . Les petits symboles correspondent à la position $z=1/2$. Les vecteurs de Burgers des disconnexions $\vec{b}_{1/1}$, $\vec{b}_{2/2}$, et $\vec{b}_{3/4}$ sont schématisés.

b- Structure interfaciale avant déformation à l'échelle atomique

La figure 5-48 montre la structure du joint de grains dans le bicristal dopé au lanthane à l'échelle atomique. Le négatif de la simulation de la structure du joint est superposé à l'image (points noirs). Des unités structurales sont représentées sur la figure. On observe un accord satisfaisant entre l'image et la simulation. La structure du joint de macle dans le bicristal dopé est donc proche, à cette échelle, de celle du bicristal non dopé.

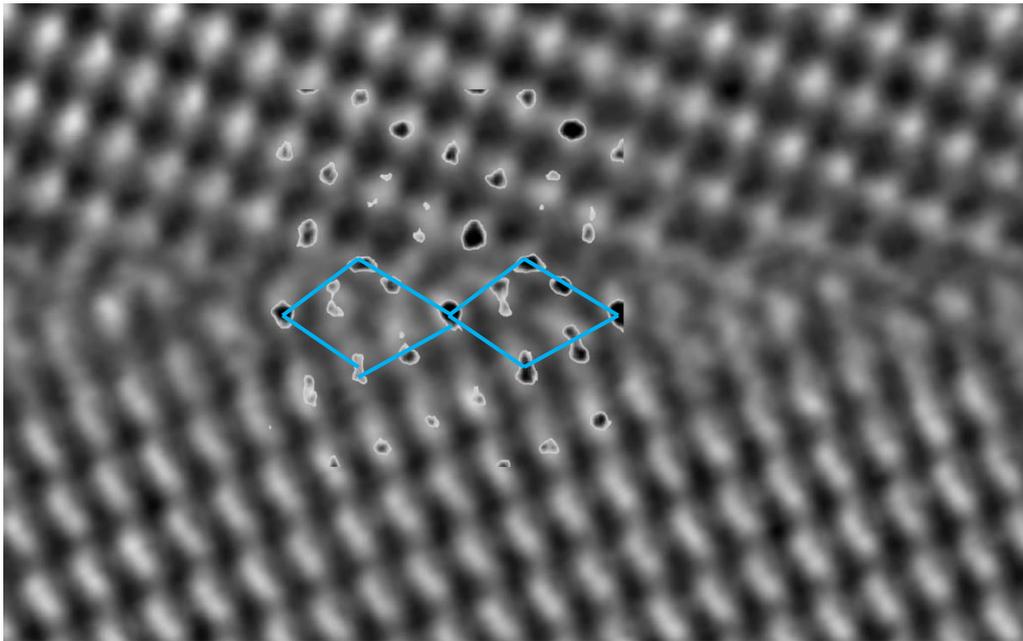


Figure 5-48 : Micrographie en METHR du joint de grains $(01\bar{1}5)$ dopé au La avec la superposition de l'image simulée (négatif) de la structure du joint de macle du bicristal non dopé.

Les seuls défauts présents sont des facettes, dont un exemple est donné en figure 5-49. On a vu que les dislocations intergranulaires étaient presque perpendiculaires à l'axe de projection, donc elles ne peuvent pas être observées. Les facettes sont parallèles alternativement aux plans denses $(01\bar{1}2)$ de chaque cristal. Sur l'image de la figure 5-49 un circuit est tracé autour du défaut et reporté sur le réseau dichromatique figure 5-50.

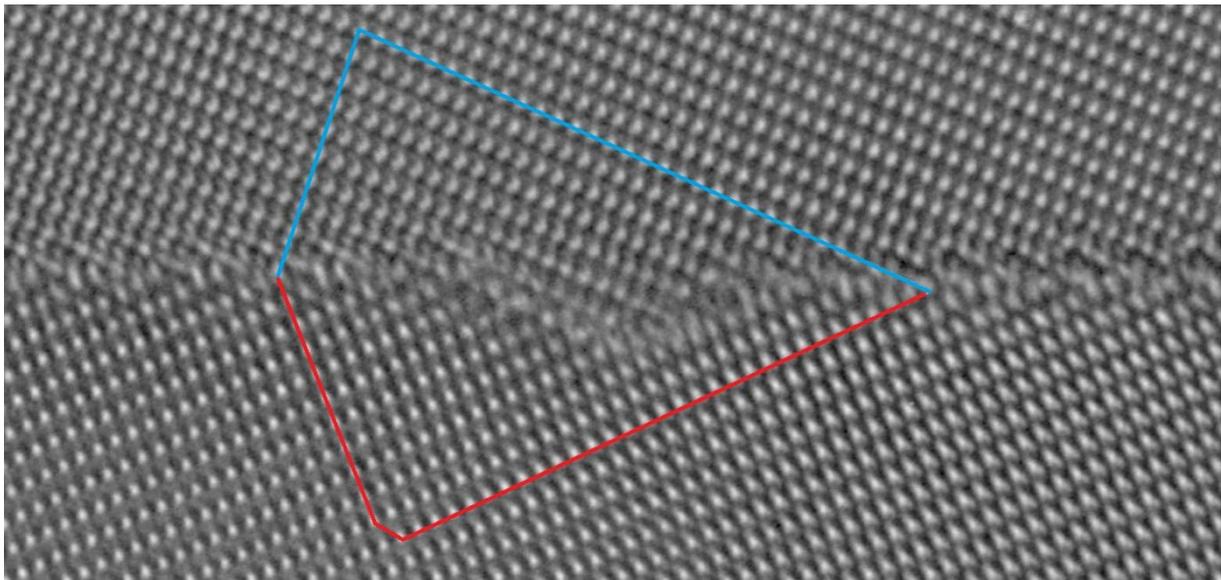


Figure 5-49 : Micrographie METHR d'une facette dans le bicristal de macle dopé au La avant déformation.

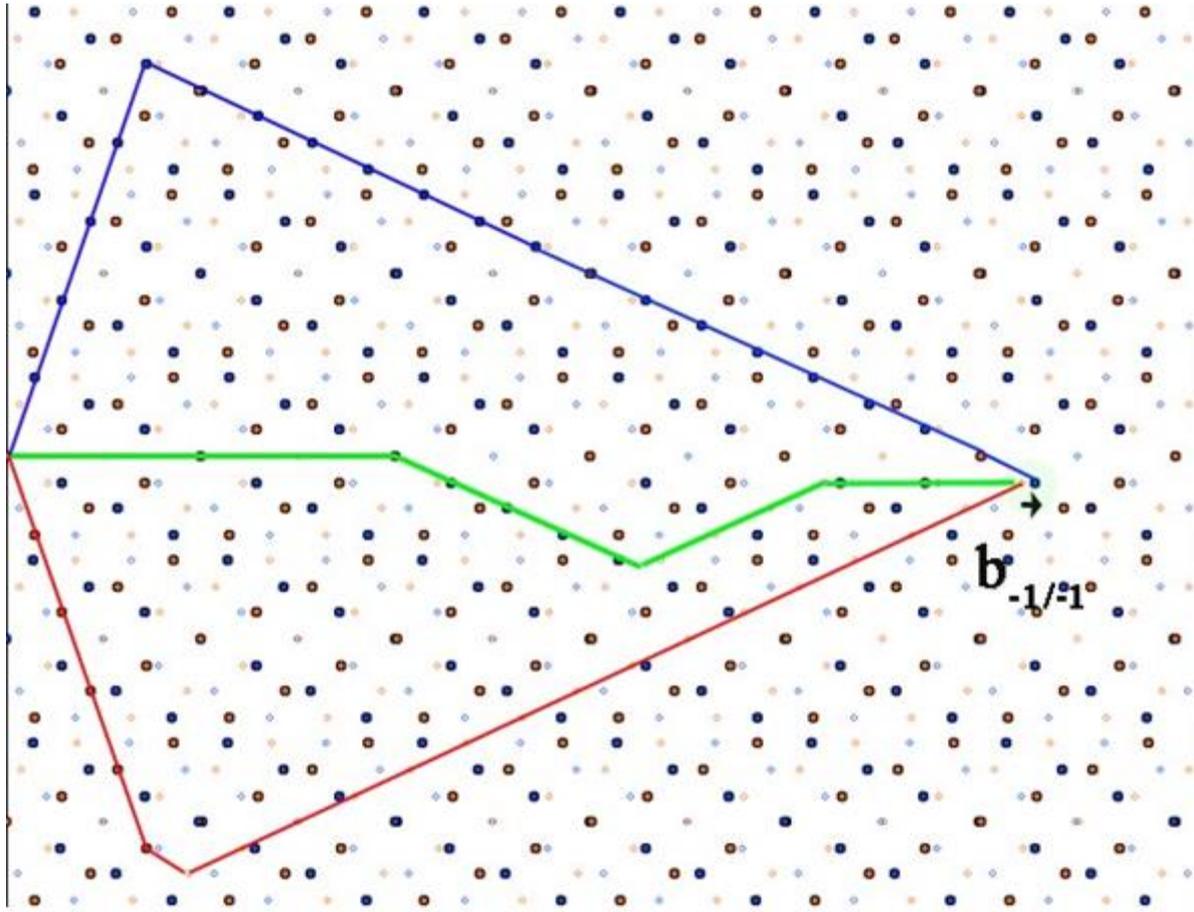


Figure 5-50 : Réseau dichromatique du bicristal dopé La. Les symboles correspondent aux nœuds des réseaux. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et les cercles en orange au cristal μ . Le circuit autour de la facette est reporté en bleu dans le cristal λ , et en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-1/-1}$. Le tracé du plan d'interface est en vert

Le vecteur de Burgers du défaut généré par la facette est identifié comme étant $\vec{b}_{-1/-1}$

$$\vec{b}_{-1/-1} = \frac{1}{6(2\lambda^2 + 25)} [2(2\lambda^2 + 25), (8\lambda^2 + 50), -12\lambda^2, (10 - 4\lambda^2)]$$

$$\vec{b}_{-1/-1} = [0.333, -0.0488, -0.2844, -0.0471]$$

$$b_{-1/-1} = 0.264 \text{ nm}$$

c- Structure interfaciale après déformation à l'échelle microscopique

L'analyse des joints de grains de macle (01 $\bar{1}$ 5) dopés au lanthane en microscopie électronique conventionnelle révèle la présence d'un réseau de dislocations intergranulaires (figure 5-51). La distribution des défauts est similaire à celle du joint avant déformation. Les grains ne sont pas suffisamment déformés pour créer des dislocations de matrice de type basal, qui pourraient réagir avec l'interface et modifier la structure intergranulaire.

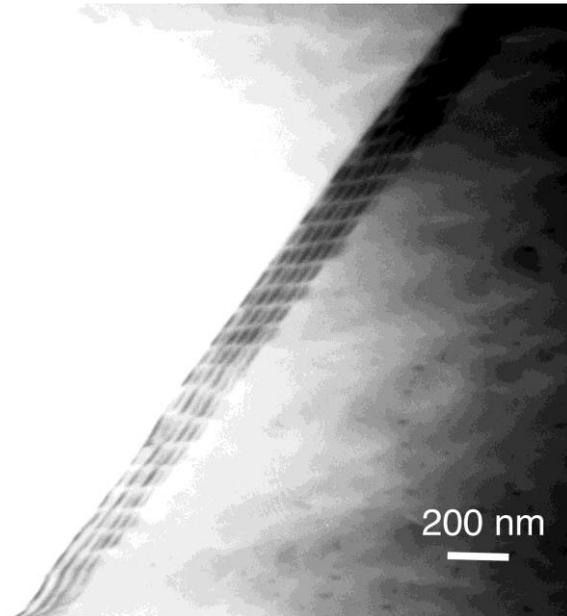


Figure 5-51 : Micrographie en champ clair du bicristal de macle (0115) dopé au La après déformation. Un réseau de dislocations intergranulaires est observé

La figure 5-52 montre la présence de précipités de différentes tailles

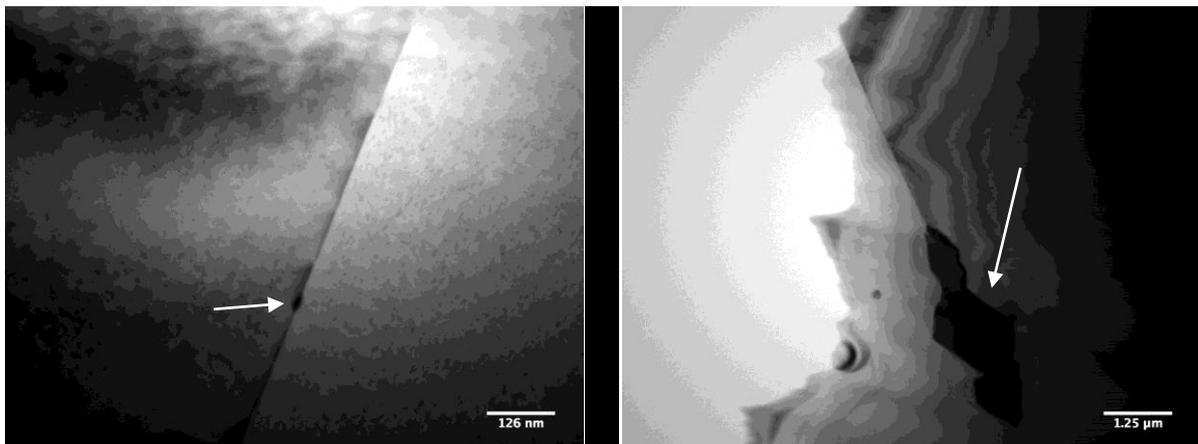


Figure 5-52 : Micrographie en microscopie électronique conventionnelle d'un joint de grains du bicristal dopé La. Les flèches indiquent des précipités observés.

Les analyses révèlent la présence de lanthane dans les précipités. Le lanthane n'est pas détecté aux joints, il peut être présent en quantité inférieure à la limite de détection de l'appareil. A cause du faible taux de solubilité du lanthane à l'intérieur des grains ([Thom- 97] cet élément va fortement avoir tendance à ségréger ou à précipiter aux joints de grains de l'alumine. Notons que pour des raisons cinétiques, il ne peut être engagé que dans les précipités si la structure de la macle est suffisamment dense. Ce qui pourrait expliquer qu'on ne l'ait pas détecté. Une analyse de l'un des précipités par diffraction révèle que c'est du $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$.

Conclusion

L'analyse des mécanismes élémentaires de déformation a été réalisée dans le bicristal dopé au magnésium, qui seul présente un changement notable de sa structure en termes intergranulaire en de distribution de défauts. Pour les autres bicristaux, la densité de dislocations dans les grains à proximité des joints est faible, quelques dislocations extrinsèques sont présentes, trop espacées pour affecter la structure du joint de grains. Tous les bicristaux ont subi une déformation au moins égale à 0,12%. Cette disparité de déformation plastique d'un joint à l'autre peut résulter d'une hétérogénéité de la déformation le long du joint à l'échelle macroscopique, comme en témoigne la distribution des traces de glissement observés en microscopie optique.

Par ailleurs, la macle (01 $\bar{1}$ 5) n'a pas été étudiée avant ce travail. Un modèle de sa structure a pu être proposé. Les défauts, facettes, marches et disconnexions ont été analysées en microscopie conventionnelle ou en haute résolution et interprétées en termes de vecteurs de translation de la macle.

Les résultats principaux obtenus sur les quatre bicristaux sont résumés ci dessous:

- Bicristaux en orientation de macle rhomboédrique.
- Bicristal dopés au Magnésium : Les dislocations de type basal qui interagissent avec le joint de grains entraînent une augmentation de 3.6° dans l'angle de déviation. La structure intergranulaire en termes de dislocations intrinsèques passe d'un réseau de paires de dislocations parallèles avec le plus petit vecteur Burgers ayant une composante normale au plan du joint et une large marche associée vers un réseau de dislocations coin parallèles avec un grand vecteur de Burgers et sans marche associée. La distribution finale des défauts peut s'interpréter soit par une réaction entre les disconnexions intergranulaires et les dislocations de matrice entrantes, soit par la décomposition des dislocations de matrice dans le joint. Dans les deux cas les disconnexions glissiles s'annihilent du fait de la symétrie des systèmes de glissement de chaque cristal. Les dislocations coins résultantes sont largement dissociées. Deux modèles atomiques pour la structure fautive entre les partielles sont proposés, une structure centrée sur les sites vacants avec une translation de 3.6 nm, ou une autre structure centrée sur les ions d'oxygène avec deux interfaces proche de la structure S(V). Ces

structures ne sont pas stables en elles-mêmes, mais peuvent probablement se stabiliser une fois incluses dans une macle rhomboédrique.

- Bicristal dopés à l'yttrium : la structure interfaciale du bicristal avant déformation présente une structure similaire à celle du bicristal dopé au magnésium. Après déformation, l'espacement des disconnections reste le même. Elles présentent différents vecteurs de Burgers, caractéristiques d'un état hors d'équilibre en comparaison avec le bicristal non dopé. En plus des disconnections relatives à la déviation à la coïncidence ($\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/-4}$), le joint contient d'autres disconnections ($\vec{b}_{-2/-3}$, $\vec{b}_{-2/1}$, $\vec{b}_{2/3}$), qui devraient se décomposer en produits d'équilibre $\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/-4}$ pour diminuer leur énergie. Les disconnections présentent une structure de cœur complexe, et sont probablement stabilisées par la présence de l'yttrium ségrégré.

- Bicristaux en orientation de macle (01 $\bar{1}$ 5) non dopés.

Une simulation de la structure du joint correspondant à la meilleure minimisation de l'énergie totale du système a été déterminée et donne lieu à un bon accord entre les images observées et la structure simulée. La structure de la macle est complexe et présente des translations d'un cristal par rapport à l'autre selon les trois directions de l'espace comprises entre 0,01 et 0,03 nm.

- Bicristal non dopé : la macle contient plusieurs réseaux de dislocations, un réseau de dislocations parallèles au faisceau d'électron espacées de 137 nm et un réseau de dislocations parallèles au plan de la lame. La configuration des dislocations n'a pas permis leur analyse à l'échelle atomique. D'autres défauts tels que des marches ou facettes parallèles à un plan dense de l'alumine ont été identifiés.
- Bicristal dopé au Lanthane : la structure du joint de macle correspond à celle du bicristal non dopé. Plusieurs réseaux de dislocations sont présents. L'analyse en microscopie conventionnelle montre que la majorité des dislocations quasi perpendiculaires à la lame peuvent correspondre à des disconnections du type $\vec{b}_{4/3}$ et sont de caractère coin. Elles rendent compte de la déviation de flexion mesurée par rapport à l'orientation de macle, comme en témoigne le bon accord entre leurs distances expérimentale et calculée. Les autres dislocations peuvent être des dislocations parfaites $1/3 [\bar{1}2\bar{1}0]$ ou des disconnections de vecteur $\vec{b}_{1/1}$.

Les seuls défauts identifiés à l'échelle atomique sont des facettes. Après déformation le joint de grains contient des dislocations extrinsèques isolées à proximité de dislocations de la matrice.

Bibliographie

[Bacm-82]: Bacmann J.J., Gay M.O., De Tournemine R., “ *On the Symmetrical Deformation of Tilt Bicrystals*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 16, 353-356, (1982).

[Blid-96]: Bilde-Sorensen J.B., Lawlor B.F., Geipel T., Pirouz T., Heuer A.H., Lagerlöf K.P.D., “*On Basal Slip and Basal Twinning in Sapphire (α -Al₂O₃) - I. Basal Slip Revisited*”, **Acta Materialia**, Vol 44 (5), 2145-2152, (1996).

[Brai-97]: Braisaz T., Ruterana R., Nouet G., Pond R.C., “*Investigation of {1012} Twins in Zn Using High-Resolution Electron Microscopy: Interfacial Defects and Interactions*”, **Philosophical Magazine A**, Vol 75(4), 1075-1095, (1997).

[Brul-99]: Bruley J., Cho J., Chan H.M., Harmer M.P., Rickman J.M., “*Scanning Electron Microscopy Analysis of Grain Boundaries in Creep-Resistant Yttrium and Lanthanum-Doped Alumina Micro-Structures*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 82, 2865-2870, (1999).

[Cho-99]: Cho J., Wang C.M., Chan H.M., Rickman J.M., Harmer M.P., “*Role of Segregating Dopants on the Improved Creep Resistance of Aluminum Oxide*”, **Acta Materialia**, Vol 47(15-16), 4197-4207, (1999).

[Dela-83] : Delavignette P., “*Grain Boundaries Structures in Hexagonal Crystal*”, **Journal de Microscopie et Spectroscopie Electronique**, Vol 8, 111-121, (1983).

[Fran-64]: Frank F.C., “*On Miller–Bravais Indices and Four-Dimensional Vectors*”, **Acta Crystallographica**, Vol 18(3), 862-866, (1964).

[Gale-96]: Gale J.D., “*Empirical Potential Derivation for Ionic Materials*”, **Philosophical Magazine B**, Vol 73(1), 3-19, (1996). Software available at <http://projects.ivec.org/gulp/>

[Galm-11]: Galmarini S., Aschauer U., Tewari A., Aman Y., Van Gestel C., Bowen P., “*Atomistic Modeling of Dopant Segregation in α -Alumina Ceramics: Coverage Dependent Energy of Segregation and Nominal Dopant Solubility*”, **Journal of the European Ceramic Society**, Vol 31(15), 2839-2852, (2011).

[Gavr-99]: Gavrilov K.L., Bennison S.J., Mikeska K.R., Chabala J.M., Levi-Setti R., “*Silica and Magnesia Dopant Distributions in Alumina by High-Resolution Scanning Secondary Ion Mass Spectrometry*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 82, 1001-1008, (1999).

[Gemm-03]: Gemming T., Nufer S., Kurtz W., Rühle M., “*Structure and Chemistry of Symmetrical Tilt Grain Boundaries in α -Al₂O₃: I, Bicrystals with “Clean” Interface*”, **Journal of American Ceramic Society**, Vol 86 (4), 581-589, (2003).

(b) [Heue-10]: Heuer A. H., Jia C.L., Lagerlöf K.P.D., “*The Core Structure of Basal Dislocations in Deformed Sapphire (α -Al₂O₃)*”, **Science**, Vol 330(6008), 1227–1231, (2010).

[Jhon-05]: Jhon M.H., Glaeser A.M. Chrzan D.C.,” *Computational study of stacking faults in sapphire using total energy methods*“, **Physical Review B**, Vol 71(21), 214101-214105, (2005).

(c) [Kres-93]: Kresse G., Hafner J., “*Ab-initio Molecular Dynamics for Liquid Metals*”, **Physical Review B**, Vol 47(1), 558-561, (1993).

[Kres-96]: Kresse G., Furthmüller J., “*Efficiency of ab-initio Total Energy Calculations for Metals and Semiconductors Using a Plane-Wave Basis Set*”, **Computational Materials Science**, Vol 6(1), 15-50, (1996).

[Lage-94]: Lagerlöf K.P.D., Heuer A.H., Castaing J., Rivière J.P. Mitchell T.E., “*Slip and Twinning in Sapphire (α -Al₂O₃)*”, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol 77, 385-397, (1994).

[Lart-08] : Lartigue K.S., Hagege S., Kisielowski C., Serra A., “*Disconnection Arrays in a Rhombohedral Twin in α -Alumina*”, **Philosophical Magazine**, Vol 88, 1569-1579, (2008).

[Lart-11]: Lartigue-Korinek S., Bouchet D., Bleloch A., Colliex A., “*HAADF Study of the Relationship Between Intergranular Defect Structure and Yttrium Segregation in an Alumina Grain Boundary*”, **Acta Materlia**, Vol 59 (9), 3519-3527, (2011).

[Lart-13]: Lartigue-Korineka S., Hardouin Duparc O., Lagerlöf K.P.D., Moulahem S., Hallil A., “*Analysis of Dissociated Dislocations in a Deformed Bicrystal Close to the Rhombohedral Twin Orientation in α -Alumina*”, **Philosophical Magazine**, Vol 93 (10-12), 1182-1196, (2013).

[Mari-00] : Marinopoulos A.G., Elsasser C., “*Microscopic Structure and Bonding at the Rhombohedral Twin Interface in α -Al₂O₃*”, **Acta Materialia**, Vol 48, 4375-4386, (2000).

[Mari-00]: Marinopoulos A.G., Elsasser C., “*Density-functional and shell-model calculations of the energetics of basal-plane stacking faults in sapphire*”, **Philosophical Magazine Letters**, Vol 81 (5), 329-338, (2000).

[Moul-11]: Moulahem S., Lartigue K.S., “*Plasticity of an Alumina Bicrystal Near the Rhombohedral Twin Orientation*”, **Journal of Materials Science**, Vol 46, 4420-4427, (2011).

[Mitt-76]: Mitchell T., Pletka B., Philips D., Heuer A., “*Climb Dissociation of Basal Dislocation in Sapphire (Al₂O₃)*”, **Philosophical Magazine**, Vol 34(3), 441-451, (1976).

[Naka-09]: Nakamura A., Yamamoto T., Ikuhara Y., “*Direct Observation of Basal Dislocation in Sapphire by HRTEM*”, **Acta Materialia**, Vol 50(1), 101–108, (2002).

[Naka-07]: Nakagawa T., Sakaguchi I., Shibata N., Matsunaga K., Mizoguchi T., Yamamoto T et al., “*Yttrium Doping Effect on Oxygen Grain Boundary Diffusion in Al₂O₃*”, **Acta Materialia**, Vol 55, 6627-6633, (2007).

[Pond-86]: Pond R.C., Clark W.A.T., Wagoner R.H., “*On the Crystallography of Slip Transmission in Hexagonal Metals*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 20, 1291-1295, (1986).

[Pond-87]: Pond R.C., McAuley N.A., Serra A., Clark W.A.T., “*Transformation Matrices for Hexagonal and Trigonal Crystals*”, **Scripta Metallurgica**, Vol 21, 197-202, (1987).

[Pond-89]: Pond R.C., “*In Dislocations in Solids*”, Edited by Nabarro F.R.N., **Elsevier, Amsterdam**, Vol 8, Chapter 3, 1-66, (1989).

[Plet-82]: Pletka B.J., Mitchell T.E., Heuer A.H., “*Dislocation Substructures in Doped Sapphire (α -Al₂O₃) Deformed by Basal Slip, (α -Al₂O₃)*”, **Acta Materialia**, Vol 30, 147-156, (1982).

[Stre-96]: Streitz F.H., Mintmire J.W., “*Electrostatic Potentials for Metal-Oxide Surfaces and Interfaces*”, **Physical Review B**, Vol 50, 11996-12003, (1994).

[Sun-06]: Sun j., Sturner T., Hagston W.E., Leyland E., Mathews A.,” *A Simple Transferable Interatomic Potential Model for Binary Oxides Applied to Bulk and the (0001) Surface*”, *Journal of Crystal Growth*, Vol 290(1), 235-240, (2006).

[Thom-97]: Thomposon A.M., Sonic K.K., Chan H.M., Harmer M.P., William D., Chabala J., Levis-Setti R., “*Dopant Distribution in Rare-Earth-Doped Alumina*”, **Journal Of the American Ceramic Society**, Vol 80(2), 373-376, (1997).

[Toch-08]: Tochigi E., Shibata N., Nakamura A., Yamamoto T., Ikuhara Y., “*Partial dislocation configurations in a low-angle boundary in α -Al₂O₃* ”, **Acta Materialia**, Vol 56 (9), 2015-2021, (2008).

[Tochi-10]: Tochigi E., Shibata N., Nakamura A., Mizogushi T., Yamamoto T., Ikuhara Y., “*Structures of dissociated $\langle 1 \bar{1} 0 0 \rangle$ dislocations and $\{1 \bar{1} 0 0\}$ stacking faults of alumina (α -Al₂O₃)*”, **Acta Materialia**, Vol 58 (1), 208-215, (2010).

Conclusion générale

Conclusion

L'étude réalisée sur bicristaux d'alumine avec deux orientations de macle, un joint de macle rhomboédrique avec un plan du joint $(01\bar{1}2)$ et un joint de macle dit "général" avec un plan de joint $(01\bar{1}5)$ avait deux objectifs: d'une part la détermination numérique de la force image due à l'interaction entre les dislocations de la matrice et le joint de grains, et d'autre part la détermination des mécanismes de déformation à haute température, et l'effet des dopants sur ces mécanismes. Les conclusions essentielles de ces études sont les suivantes :

- L'énergie d'interaction élastique entre des dislocations et des joints de grains des bicristaux d'alumine avec les deux orientations de macle (Rhomboédrique, et général) est calculée comme la différence entre l'énergie d'une dislocation située dans un monocristal (1) infini à une distance l du joint de grains et l'énergie de la même dislocation située dans le plan du joint du bicristal. Le calcul a nécessité de convertir les indices des rangées et des plans écrits dans une maille rhomboédrique vers une indexation hexagonale. Ainsi que la mise au point de programmes pour le tracé des projections stéréographiques et l'adaptation des programmes de calcul de la force image. Cette adaptation a porté sur la normalisation des différents indices, vecteurs de Burgers, lignes de dislocation, axes de rotation et sur les six constantes élastiques du système hexagonal au lieu de trois constantes pour les matériaux cubiques. Les résultats obtenus montrent que l'énergie d'interaction entre dislocation et joint de grains dans les bicristaux d'alumine ne dépend pas de l'angle de rotation pour un axe de désorientation donné. Elle est maximale pour le vecteur $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ dans le cas du joint de macle rhomboédrique, et pour le vecteur de Burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ dans le cas du joint général. Les cartes d'isoénergie ne présentent aucune symétrie. Le sens de la force image des dislocations vis et coin dépend de la configuration cristallographique. Pour l'énergie d'interaction minimale la force image a une portée minimale de 4.7 nm dans le joint de macle général, et de 3 nm dans le joint de macle rhomboédrique. Au-delà de cette distance la force image est plus faible que la force de friction du réseau.
- Afin de comprendre l'effet des dopants et de la structure intergranulaire sur les mécanismes de déformation, les bicristaux d'alumine ont été déformés par fluage

à 1400°C sous une contrainte de 45 MPa. Le dépôt de la contrainte se fait progressivement. L'orientation des bicristaux pour la déformation a été déterminée afin de bloquer le maclage et de solliciter le glissement basal. Les bicristaux ont subi des déformations avec des taux de 0.12 à 0.25%, le but étant la création d'un nombre de dislocations adapté pour une étude en microscopie électronique à haute résolution. Seul le bicristal dopé au magnésium présente une densité élevée de dislocations en matrice et un changement notable dans la structure du joint de grains après fluage en termes de dislocations intergranulaires, ce qui est attribué à une hétérogénéité du glissement. Des mécanismes d'interaction entre dislocations de matrice et joint de grains ont pu être proposés, ce qui n'avait jamais été réalisé avant ce travail. Les matrices de transformation ont été calculées pour les deux orientations de macle afin de déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations intergranulaires.

- L'analyse aux échelles microscopique et atomique en microscopie électronique à transmission (conventionnelle et haute résolution) conduit aux résultats essentiels suivants:
 - Pour les bicristaux en orientation de macle rhomboédrique dopés au magnésium la déformation induit une augmentation de l'angle de déviation de 3.6°, qui résulte de l'interaction des dislocations basales avec le joint de grains. La structure intergranulaire change en passant d'une rangée de paires de dislocations (disconnections car présentant une marche associée) parallèles avec un petit vecteur Burgers et une large marche vers une rangée de dislocations coin parallèles avec un grand vecteur de Burgers et sans marche associée. Ces résultats peuvent s'interpréter par la réaction entre les dislocations intergranulaires et les dislocations de matrice entrantes ou par la décomposition, des dislocations de matrice dans le joint et la réaction entre les produits de décomposition. Dans les deux cas les dislocations glissiles s'annihilent du fait la symétrie du bicristal vis à vis des systèmes de glissement de chaque cristal. Ces dislocations sont largement dissociées. Deux modèles atomiques pour la structure fautée entre les partielles sont proposés, une structure centrée sur les sites vacants avec une translation de 0.036 nm, et une autre structure centrée sur les ions d'oxygène avec deux interfaces proche de la structure S(V). Ces structures se stabilisent une fois incluses dans une macle rhomboédrique.

- Pour les bicristaux en orientation de macle rhomboédrique dopés à l'yttrium, les joints de grains présentent la même périodicité des dislocations intergranulaires que ceux des bicristaux dopés au Mg. En plus des disconnections de types ($\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/4}$), le joint contient d'autres disconnections ($\vec{b}_{-2/3}$ $\vec{b}_{-2/1}$ $\vec{b}_{2/3}$), qui devraient se décomposer en produits d'équilibre $\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/4}$ pour diminuer leur énergie. La configuration des défauts traduit donc une structure hors d'équilibre, en comparaison avec la structure du même bicristal non dopé étudié précédemment. Le cœur de ces disconnections présente une structure complexe, celles-ci se sont probablement stabilisées par la présence d'yttrium.
- Pour les bicristaux en orientation de macle (01 $\bar{1}$ 5) non dopés, la structure intergranulaire a été déterminée par simulation en tenant en compte de la meilleure minimisation de l'énergie totale du système. Un bon accord entre les images et la structure simulée a été trouvé. La structure de la macle (01 $\bar{1}$ 5) présente des translations d'un cristal par rapport à l'autre selon les trois directions de l'espace comprises entre 0,01 et 0,03 nm. Deux types de réseaux ont été observés en microscopie électronique conventionnelles: un réseau de dislocations parallèles au faisceau d'électron espacées de 137 nm, et un réseau de dislocations parallèles au plan de la lame, cette configuration des dislocations n'a pas permis leur analyse à l'échelle atomique. Des marches ou des facettes parallèles à un plan dense de l'alumine ont été identifiées.
- Pour les bicristaux en orientation de macle (01 $\bar{1}$ 5) dopés au Lanthane, le joint présente la même structure intergranulaire que le joint du bicristal non dopé. Plusieurs réseaux de dislocations sont présents. La majorité des dislocations du réseau quasi perpendiculaire à la lame sont des disconnections du type $\vec{b}_{4/3}$ possédant un caractère coin. Elles rendent compte de la déviation de flexion mesurée à l'orientation de macle. Les autres dislocations peuvent être des dislocations parfaites $1/3$ [$\bar{1}2\bar{1}0$] ou des disconnections de vecteur de Burgers $\vec{b}_{1/1}$. Des facettes ont été identifiées. Après déformation, le joint de grains contient des dislocations extrinsèques isolées, à proximité de dislocations de la matrice.
- Des analyses en contraste de numéro atomique (Z-contrast en STEM) permettraient de visualiser directement les colonnes atomiques contenant des éléments lourds. Elles permettraient de mieux comprendre la ségrégation du lanthane au sein des joints de grains. Elles nécessitent des microscopes dédiés qui n'existaient pas au

moment de l'étude. Pour les joints en orientation de macle $(01\bar{1}5)$ une découpe des bicristaux selon une orientation cristallographique différente permettrait une étude des dislocations intergranulaires à l'échelle atomique.

- D'autres tests de fluage peuvent être envisagés sur les bicristaux dopés à l'yttrium et les bicristaux de plan de macle $(01\bar{1}5)$, avec une contrainte plus élevée conduisant à une densité de dislocations plus importante et donc à des interactions entre les dislocations de matrice et les défauts intergranulaires. Ces expériences requièrent l'élaboration d'autres bicristaux.

التفاعل المرن بين الانخلاع و الحدود الحبيبية في ثنائيات بلورة أكسيد ألومنيوم

الملخص

إن التفاعل بين البلورة و عيوب المادة مصدرا لأغلبية الخصائص الميكانيكية، فهناك آليتان لعبور الإنخلاعات عبر حدود حبيبات المادة : انتقال الإنزلاقات و تكيف إنخلاعات المادة الذي يرافقه الإنتشار.

يتحكم أساسا في ميكانيزمات التكيف بنية حدود المادة و الشوائب، و قد أجريت الدراسة على ثنائيات بلورة أكسيد الألومنيوم موجهان حسب توأم معين مطعم ب **Mg** أو **Y**، و توأم يملك (5101) كمستوى لحدود حبيبات المادة غير مطعم و مطعم ب **La**.

- تهدف الدراسة لحساب طاقة التفاعل المرن بين الإنخلاعات من النوع القاعدي و حدود البلورة، في حالة اللاتماثل للأوساط المستمرة بتطبيق نظرية المرونة وتحديد ميكانيزمات التكيف الإنخلاعية أثناء التشويه، و ذلك حسب شروط تم تحديدها مسبقا لأجل الحصول على الإنزلاقات القاعدية.

- أظهرت نتائج الحسابات أن قوة الصورة غير متناظرة، القيمة الحدية العظمى مسجل من أجل شعاع برغر $\vec{b}_1 = 1/3 [1\bar{1}20]$ ، في حالة مستوي لحدود بلورة من النوع (0112) ، و من أجل شعاع برغر $\vec{b}_3 = 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0]$ في حالة مستوي حدود بلورة من نوع (5101)، و الإنخلاعات اللولبية والحافية تتعلق بالتكوين البلوري.

كما تم تحليل عيوب بنية حدود البلورة عن طريق المجهر الالكتروني النافذ.

تبين النتائج أن الانحراف عن حدود البلورة الصحيحة يعطي تطابق مقرب، يتم تعديله عن طريق صفين متوازنين من ثنائي أشعة برغر، فالتفاعل بين انخلاعات و حدود البلورة يرفع زاوية الانحراف ب 3.6° و يعطي صف من الإنخلاعات الحافية .

أما في ثنائيات التوأم المطعمة بال **Mg** فقد لوحظ أن توزيع جديد لانخلاعات حدود المادة قديكون، إما نتيجة لتفاعل إنخلاعات المادة و إنخلاعات حدود الحبيبات أو لانقسام إنخلاعات المادة، و قد تم محاكاة بنية ما بين الإنخلاعات الجزئية.

كما أن التطعيم بال **Y** أدى إلى وجود ما يسمى بال \vec{b} (Disconnections) $\vec{b}_{2/3}$, $\vec{b}_{-2/1}$, $\vec{b}_{-2/3}$ القابلة للانقسام إلى $\vec{b}_{4/3}$ و $\vec{b}_{-3/4}$ لتخفيض طاقتهم، و قد تم محاكاة حدود حبيبات ثنائيات التوأم (5101).

الكلمات المفتاحية: حدود حبيبات المادة- انخلاعات- قوة الصورة- المجهر الالكتروني النافذ- أكسيد ألومنيوم الفا-ثنائيات – تشويه الإنخلاعات – ميكانيزمات التكيف.

Elastic Interaction between Dislocations and Grains Boundaries for Alumina Bicrystals

Abstract

The interaction between matrix dislocations and grain boundaries is at the origin of many mechanical properties of polycrystals. Two types of stress transfer processes may occur: slip transmission and matrix dislocation accommodation in boundaries with diffusion. The accommodation mechanisms depend on intergranular structure and dopants. Our investigations done on the alumina-alpha bicrystals, which are in: the rhombohedral twin orientation and Y or Mg doped, and the twin orientation with (01 $\bar{1}$ 5) boundary plane and La doped or undoped. The purpose of this study is to calculate the image force due to dislocation-grain boundary interaction and to determine the accommodation process of matrix dislocation during a creep, the deformation conditions (Temperature, Stress, Orientations,) are determined so as to activate two basal slip systems in each grain.

* The elastic interaction energy between dislocation and grain boundary is calculated on the basis of the theory of the elasticity in anisotropic materials, and the image force is deduced. The interaction energies determined are represented by the draw iso-energy maps, the maps present no symmetry, the maximal extreme values of the image force is noted for Burgers vector $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ in the case of rhombohedral twin orientation and for Burgers vector $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ in the case of general grain boundaries. The effect of the result of the Peierls force and the image force depends on the crystallographic configuration.

* The investigation of intergranular defects by transmission electron microscopy reveals that: the bicrystals which are in the rhombohedral twin orientation contains two arrays of parallel disconnections before deformation. In Y doped the $\vec{b}_{-2/-3}$, $\vec{b}_{-2/1}$, $\vec{b}_{2/3}$ disconnections are observed. To reduce their energy, these disconnections should decompose into $\vec{b}_{4/3}$ and $\vec{b}_{-3/4}$. The core structure of disconnection is complex. For the bicrystals in the twin orientation with (01 $\bar{1}$ 5) the boundary plane, the intergranular structure is simulated. It has translations according to the three directions of space between 0.01 and 0.03 nm. In undoped crystal, the intergranular defects are identified (step and facets). In La doped bicrystal, the $\vec{b}_{4/3}$ type disconnections with edge character are observed. They account for the deviation measured at perfect twin orientation, the perfect dislocation $1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$, or $\vec{b}_{1/1}$ disconnection are the other defects which can exist. After deformation only the Mg doped bicrystal has a deformation microstructure, the tilt deviation increases by 3.6°, giving rise to an array of pure edge disconnections with no associated steps. They may be due to either interfacial defects which are interpreted by reactions between incoming dislocations and GB disconnections, or decompositions of dislocations into grain boundary disconnections. Two structural atomic models can be proposed for the interfacial faulted structure between the partial cores.

Key words: Alumina-Alpha, Bicrystals, Image Force, Deformation Grain Boundaries, Dislocations, Accommodation Mechanisms, Transmission Electron Microscopy.

INTERACTION DISLOCATION – JOINTS DE GRAINS DANS ALUMINE ALPHA

Résumé

La majorité des propriétés mécaniques des matériaux polycristallins impliquent l'interaction entre dislocations de matrice et joints de grains. Deux processus de transfert de la contrainte sont possibles : la transmission du glissement et l'accommodation des dislocations dans le joint qui fait intervenir la diffusion. Les mécanismes d'accommodation dépendent de la structure intergranulaire et des dopants. Notre étude effectuée sur des bicristaux d'alumine avec deux orientations, une macle rhomboédrique dopée au Mg et au Y, et une macle de plan (01 $\bar{1}$ 5) (joint dit "général") non dopée ou dopée au La, a pour objectif de calculer la force image subie par la dislocation, et de déterminer les mécanismes d'accommodation des dislocations lors de la déformation par fluage selon des conditions (Température- Contrainte-Orientation) qui ont été définies afin de déclencher uniquement le glissement basal.

L'énergie d'interaction élastique entre les dislocations de type basal et les joints de grains, a été calculée. L'interaction dislocation-joint de grains dans un matériau anisotrope induit une force image sur les dislocations; cette force peut être attractive ou répulsive selon les caractéristiques du matériau. Les résultats du calcul montrent que le comportement de la force image ne suit aucune symétrie, elle est maximale pour le vecteur $\vec{b}_3 = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ dans le cas du joint de macle rhomboédrique, et pour le vecteur de Burgers $\vec{b}_1 = 1/3[\bar{1}\bar{1}20]$ dans le cas du joint général. Les dislocations vis et coin peuvent être attirées ou repoussées selon la configuration cristallographique. L'intensité de la force image par rapport à la force de friction du réseau dépend de la structure cristallographique.

L'analyse en microscopie électronique en transmission des défauts intergranulaires révèle que: les bicristaux en orientation de macle rhomboédrique dopés au Mg ou Y présentent le même réseau de dislocations est ce avant la déformation. Le dopage en Y conduit à la présence d'autres disconnections ($\vec{b}_{-2/3}$ $\vec{b}_{-2/1}$ $\vec{b}_{2/3}$) qui devraient se décomposer en produits d'équilibre $\vec{b}_{4/3}$ et $\vec{b}_{-3/4}$ pour diminuer leur énergie. Les disconnections ont des structures de cœur complexes. La structure intergranulaire de la macle (01 $\bar{1}$ 5) a été simulée, elle présente des translations d'un cristal par rapport à l'autre selon les trois directions de l'espace comprises entre 0,01 et 0,03 nm. Dans le bicristal non dopé des marches et des facettes ont été identifiées. Pour le bicristal dopé au La des disconnections du type $\vec{b}_{4/3}$ caractère coin sont observées. Elles rendent compte de la déviation de flexion mesurée par rapport à l'orientation de macle, les autres dislocations peuvent être des dislocations parfaites $1/3 [\bar{1}2\bar{1}0]$ ou des disconnections de vecteur $\vec{b}_{1/1}$. A l'échelle atomique des facettes ont été identifiées. Après fluage, seul le bicristal dopé au Mg présente une microstructure de déformation, l'angle de déviation à la coïncidence exacte a augmenté de 3.6° et une nouvelle distribution des dislocations intergranulaires est observée. Elles peuvent être dues à la réaction entre les dislocations de matrice et les disconnections intergranulaires, ou à la décomposition des dislocations de matrice. Les dislocations intergranulaire extrinsèques sont dissociées, deux modèles atomiques pour la structure fautée entre les partielles ont été proposés.

- **Mots clés** : Alumine Alpha, Bicristaux, Force image, Déformation, Dislocation, Joint de grains, Mécanismes d'accommodation, Microscopie électronique en transmission.