



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ «ABBES LAGHROUR» DE KHENCHELA
FACULTÉ DES SCIENCES ET DE TECHNOLOGIE



Département des Sciences de la Matière

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Filière : Physique

Spécialité : Physique des Matériaux

**Dislocation intergranulaire: Calcul de la matrice
de transformation dans une macle
rhomboédrique de Al_2O_3**

Réalisé par :

-Aoues Achraf Eddine

-Melloule Abdallah

Présenté le :/ juillet /2018

Membres de jury :

Dirigé par :

- Moulahem Shehrazed

2017-2018

Remerciements

Remerciements

Nous remercions Allah le tout puissant, qui nous a donné la foi, la force et la patience pour aller jusqu'au bout de ce travail

*Nous tenons à remercier **Melle. Moulahem** pour avoir acceptée de diriger notre travail, pour son aide précieuse, ses encouragements et pour ses conseils tout le long de ce travail.*

Nous remercions également les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer et de juger ce modeste travail.

Nous remercions également tous les membres du personnel de notre classe 2^{ème} années master.

Enfin, nous tenons à remercier tous les membres de notre famille pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Table des matières

Table des matières

Introduction général	1
Chapitre I : Connaissance de base.	
I.1 Dislocation.....	3
I.1.1 Définition de la dislocation.....	3
I.1.2 Principe de dislocation.....	3
I.1.3 Vecteur de Burgers.....	4
I.1.4 Dislocation intrinsèque ou structurales.....	5
I.1.7 Définition d'une dislocation extrinsèque.....	6
I.2 joint de grain.....	8
Introduction.....	8
I.2.1 Approche géométrique et concept de la coïncidence.....	8
I.2.2 Description des joints de grains par des dislocations intrinsèques.....	15
I.2.3 Modèle S.U/G.B.D.....	15
I.2.4 Interaction dislocation-joint de grains.....	15
I.2.5 la macle.....	16
I.2.6 Disconnection.....	17
I.2.7 Circuit de mapping.....	19
Chapitre II : Technique et matériaux.	
II.1 La Microscopie Electronique.....	20
II.1.1 Microscopie électronique en transmission.....	20
II.1.2 Microscopie électronique conventionnel.....	21
II.1.3 Microscopie électronique à haute résolution.....	23
II.2 Alumine.....	25
II.2.1 Bref historique.....	25
II.2.2 Structure cristallographique de l'alumine α	25
II.2.3 Systèmes de référence.....	27
II.4 Notation de Frank.....	29
II.5 La macle rhomboédrique.....	30

Table des matières

Chapitre III : Calcul des vecteurs des burgers.

III-1 Introduction.....	32
III-2 Elaboration des bicristaux.....	33
III-3 Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique.....	34
III-3 Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique.....	36
III-4.1 Calcul de la matrice de transformation T dans le cas d'une macle.....	39
III-5 Caractérisation des disconnections de la macle.....	42
III-5.1 Disconnection 'a'.....	42
III-5.2 Disconnection 'b'.....	45
III-5.2 Disconnection 'c'.....	47
III-5.2 Disconnection 'd'.....	49
III-6 Structure après déformation à l'échelle microscopique.....	51
III-7 Effet de la déformation à l'échelle atomique.....	53
III-7.1 Dislocation de matrice.....	53
III-7.2 Disconnections.....	54
Conclusions	57

Bibliographique

INTRODUCTION

GENERALE :

Introduction générale

Les interactions élastiques entre les défauts cristallins sont à l'origine de la plupart des propriétés des matériaux. Les interactions entre défauts ponctuels et dislocations et entre dislocations ont donné lieu à un grand nombre d'investigations, théoriques et expérimentales.

L'alumine 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, et utilisé pour sa dureté. En général $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ est employé pour ses bonnes propriétés mécaniques à haute température; ces propriétés mécaniques sont fortement modifiées par l'ajout de dopants. Les dislocations dans les joints de grains jouent un rôle très important lors de la déformation à haute température, elles sont dues soit à l'interaction avec les dislocations de la matrice soit créées directement dans le joint de grains.

L'objectif de notre travail est d'étudier par microscopie électronique en transmission, les dislocations intergranulaire pour des bicristaux d'alumine $\Sigma 7$, d'un joint de macle. Ces joints sont non dopés ou dopés.

Les processus d'accommodations des dislocations de matrice dissociées dans le joint de grains et leur relation avec la chimie du bicristal sont mis en évidence. Nous nous intéressons au système de glissement basal $(0001) \frac{1}{3}\langle 2-1-10 \rangle$. Les dislocations de type basal sont créées par fluage. Les orientations des bicristaux ont été choisies afin de bloquer les autres systèmes de glissement lors de la déformation et favoriser le glissement intergranulaire.

Le travail est articulé autour de trois chapitres :

- **Le premier chapitre** : présente la synthèse bibliographique concernant
 - Les différents modèles de descriptions des joints de grains, ainsi qu'une présentation des dislocations.
 - Un bref exposé sur la structure cristallographique de l'alumine- α , ainsi que sur les défauts interfaciaux.
- **Le deuxième chapitre** porte sur :
 - Les techniques d'analyse utilisées: la microscopie électronique en transmission, conventionnelle et à haute résolution.

Introduction générale

• **Le troisième chapitre** « Résultats de Microscopie Electronique» est consacré aux résultats obtenus pour les microstructures de déformation observées par la microscopie électronique en transmission conventionnelle à haute résolution.

- Microstructures
- Détermination des vecteurs de Burgers par « circuit mapping »

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

CHAPITRE I :

I.1 Dislocation

I.1.1 Définition de la dislocation :

Les défauts linéaires sont appelés « dislocations ». Ce sont des défauts de dimension 1, c'est-à-dire que la largeur des défauts est très petite devant les dimensions du cristal. Ces défauts permettent la déformation élastique. Les dislocations sont obtenues par le glissement \vec{b} d'une partie du cristal le long d'un plan. La ligne de dislocation proprement dite correspond à la ligne du plan de glissement séparant la partie du cristal qui a glissé de celle qui est restée immobile. Le vecteur de glissement \vec{b} est appelé vecteur de Burgers de la dislocation.

I.1.2 Principe de dislocation :

Pour illustrer cette construction considérons un réseau cubique simple non déformé. Coupons ce réseau suivant un plan en s'appuyant sur la ligne AA (Figure I.1) et déplaçons les atomes situés d'un côté du plan de coupe parallèlement à ce plan d'une distance égale à un intervalle atomique. Puis relient les atomes de part et d'autre de la coupure. Le nouveau réseau obtenu est déformé seulement au voisinage de la ligne AA qui est la ligne de dislocation, le volume cylindrique qui entoure le voisinage de la ligne de dislocation est le cœur de la dislocation. Selon l'orientation du déplacement par rapport à la ligne de dislocation, on crée une dislocation coin, vis ou mixte [1].

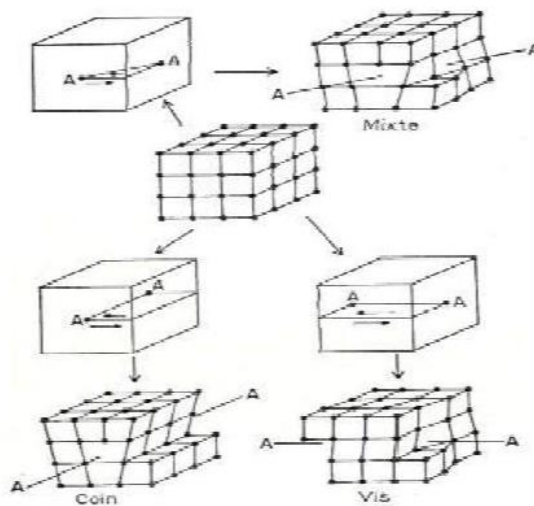


Figure I.1 : Représentation du réseau de dislocation

Chapitre I

I.1.3 Vecteur de Burgers :

Le vecteur de Burgers d'une dislocation correspond au vecteur de glissement \vec{b} appliqué pour former celle-ci. Il est possible de déterminer le vecteur de Burgers d'une dislocation en comparant les circuits de Burgers construits autour de la dislocation et dans la partie du cristal exempte de défauts. La méthode est la suivante (Figure I. 2) :

- Choix d'une orientation de la ligne de dislocation \vec{L} .
- Construction d'un circuit fermé autour de la dislocation, orienté suivant la règle du tire bouchon. Le circuit commençant au nœud D (pour « départ ») et finit au nœud F (pour « fin »). Les nœuds D et F sont confondus.
- Le vecteur de Burgers correspond au défaut de fermeture du circuit (DF) dans le cristal parfait :

$$\vec{b} = FD.$$

Remarque : L'orientation choisie pour la dislocation \vec{L} est arbitraire, mais conditionne le sens du vecteur de Burgers.

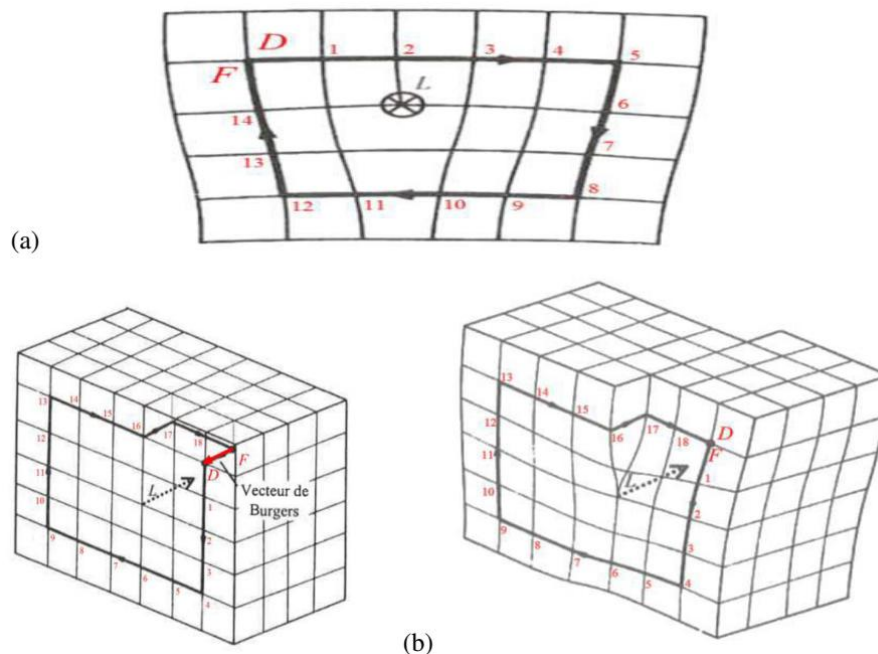


Figure I.2 : Détermination du vecteur de Burgers d'une dislocation coin (a) et d'une dislocation vis (b).

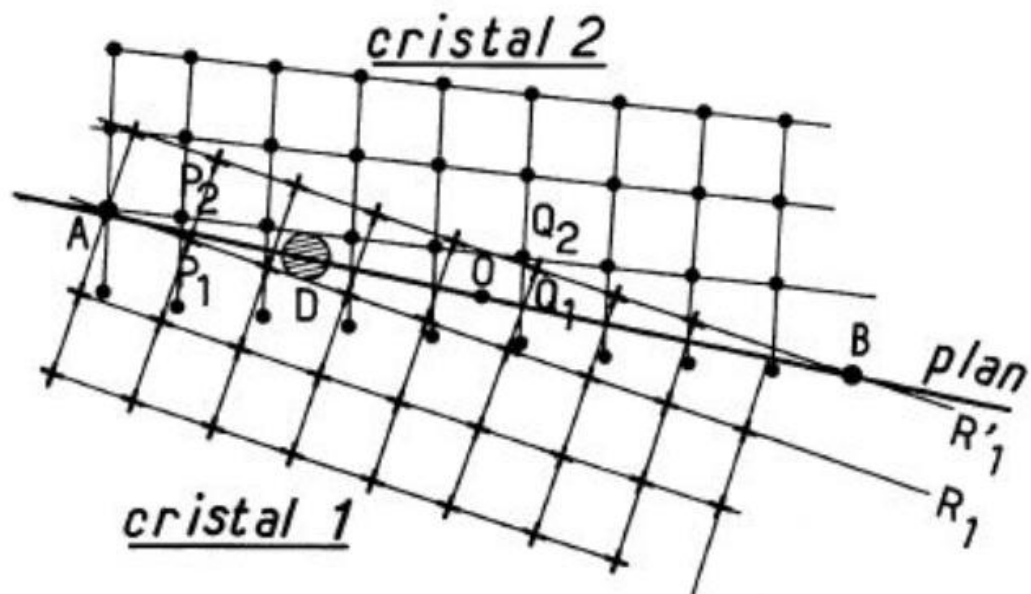
I.1.4 Dislocation intrinsèque ou structurales :

Le terme *intrinsèque*, qui provient du latin *intrinsecus* signifiant « de l'intérieur », indique que ces dislocations sont inhérentes à la structure du joint. Ce dernier n'existe pas en leur absence, ce sont des dislocations « structurales » [2].

On a deux types de dislocation intrinsèque :

a-Dislocation intrinsèque primaire :

Dans le cas des joints à faible désorientation, il est relativement aisé de concevoir que le plan de joint passe autant que possible par les sites du réseau $\ll O \gg$; les zones de mauvais raccordement des deux cristaux A et B situées entre les sites $\ll O \gg$ constituent les cœurs d'un réseau de dislocations primaires qui rendent compte totalement de la désorientation entre les grains. (Figure I.3)



A, B, O : sites du réseau O

Q1, Q2, P1, P2 : ponts homologues assimilée à un seul site

D : zone de mauvais accord

Figure I.3: définition des dislocations primaires grâce au réseau $\ll O \gg$

b- Dislocation secondaire :

À la recherche d'un invariant autre que le monocristal, Bollmann postule que le joint de grains adopte autant que possible la structure du joint de coïncidence voisin moyennant des relaxations sous forme des dislocations intrinsèques secondaires.

Les dislocations secondaires sont localisées dans les régions de plus mauvais accord entre deux réseaux DSC du joint de coïncidence θC tournés l'un par rapport à l'autre de l'écart angulaire entre le joint réel et le joint de coïncidence.

Le terme *secondaire* provient du fait que ces dislocations sont considérées comme des défauts qui brisent la périodicité des dislocations primaires.

I.1.5 Dislocation extrinsèque :

Du latin *extrinsecus* signifiant «de l'extérieur», ce terme appliqué à une dislocation intergranulaire peut être interprété de deux manières:

– Soit l'accent est mis sur l'origine de la dislocation : il signifie que la dislocation provient de l'extérieur du joint, le plus souvent d'un des cristaux avoisinants, le joint jouant un rôle de puits pour les dislocations de matrice. Dans certains matériaux où la contrainte de Peierls en matrice est élevée (par exemple l'alumine), des sources intergranulaires peuvent être activées directement– Soit l'accent est mis sur la structure fautée du joint : extrinsèque signifie alors en dehors de la structure d'équilibre du joint de grains, quelle que soit l'origine de la dislocation. En termes élastiques, une dislocation extrinsèque détruit la périodicité de l'arrangement des dislocations intrinsèques (Figure I.4 a, b) et induit un champ de contraintes élastiques à longue distance.

En termes de cœur, une dislocation extrinsèque correspond à une rupture de périodicité de l'arrangement des unités structurales, provoquée par un manque ou un surplus d'une (ou plusieurs) de ces unités. La (Figure I.4 a) précise le lien étroit entre la description d'une dislocation extrinsèque par référence au réseau de dislocations intrinsèques et sa description en termes d'unités structurales; un exemple en est donné pour le joint $\Sigma = 11 \{332\}$ du nickel (figure I.5 c).

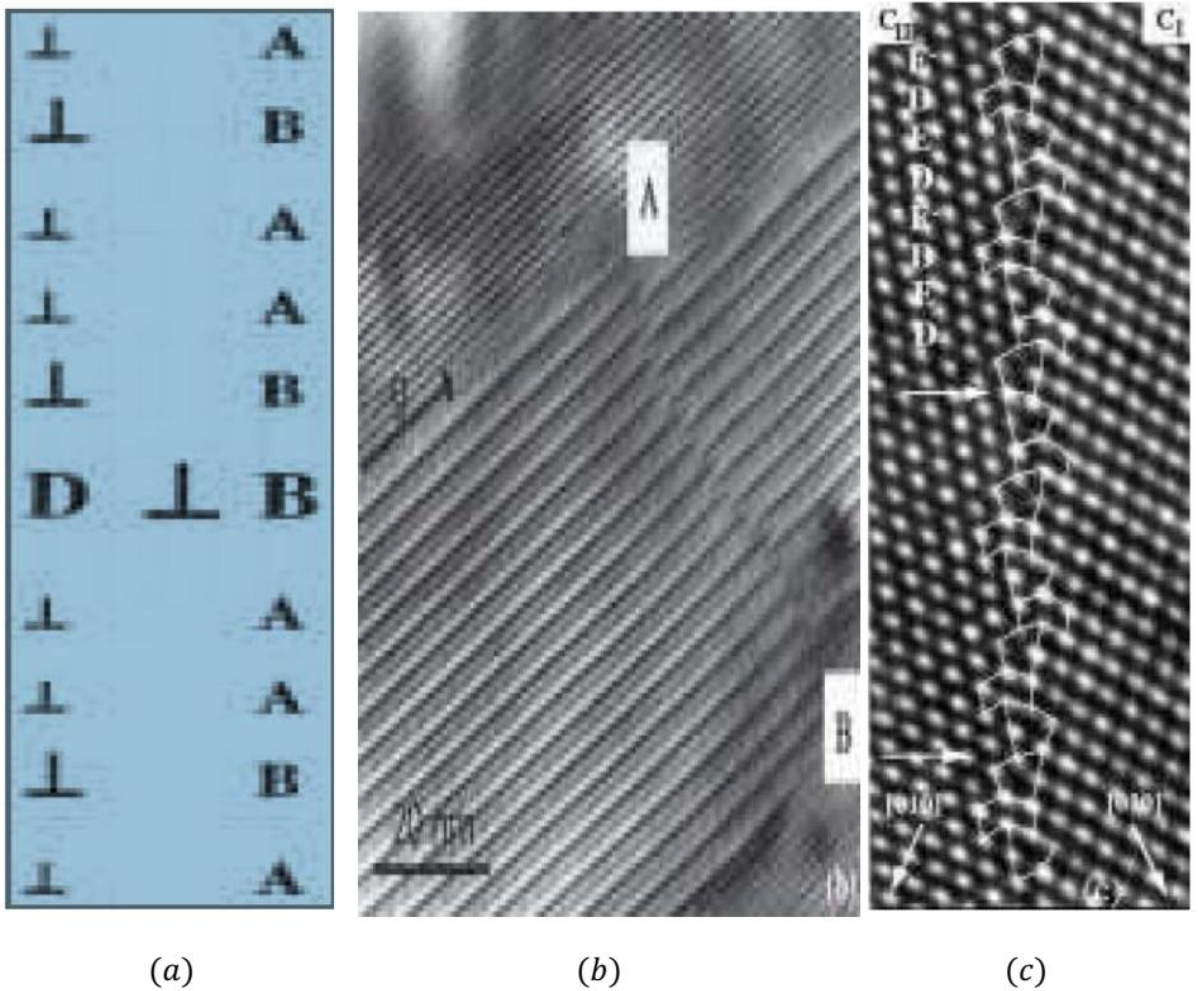


Figure I.4 : (a) Une dislocation extrinsèque D introduit une rupture de périodicité dans la structure d'un joint de grains décrite en termes de dislocations intrinsèques primaires (\perp) et secondaires (\perp) ou en termes d'unités structurales A et B, la dislocation D correspond à une unité B (ou A) en plus (ou moins); (b) une dislocation extrinsèque AB provoque un déplacement n et du réseau intrinsèque de dislocations primaires parallèles à $g = \langle 110 \rangle$ dans un joint de torsion $[001]$ de faible angle dans l'or; (c) structure atomique du joint de grains $\Sigma = 11 \{332\}$ du nickel : sa période est constituée de deux unités D du joint $\Sigma = 3 \{111\}$ et de deux unités E du joint $\Sigma = 9 \{221\}$. Le manque d'une unité D à deux endroits dans cette portion du joint (voir flèches) indique la présence d'une dislocation extrinsèque de vecteur de Burgers égal à un vecteur du réseau DSC du joint $\Sigma = 11$.

I.2 Les joints de grains :

Introduction :

Dans ce paragraphe, sont présentés les outils permettant de décrire cristallographiquement un joint de grains séparant deux grains de phase identique. Cette interface est tout d'abord décrite par la relation cristallographique existant entre les deux cristaux qu'elle sépare (rotation autour d'un axe cristallographique) puis par l'orientation et la position du plan du joint lui-même. Sur la base de cette description, les joints de grains peuvent être séparés en catégories selon leur désorientation cristallographique [2].

Un joint de grain est caractérisé par :

- L'axe de rotation
- La translation R
- Le plan d'interface

I.2.1 Approche géométrique et concept de la coïncidence :

La connaissance d'une interface nécessite de définir ses caractéristiques cristallographiques puis de rechercher les opérations de symétrie du bicristal composé par les deux réseaux et le joint de grains. Une approche basée sur le réseau cristallin est suffisante dans le cadre de cette étude. Elle nécessite l'introduction de divers réseaux propres au cristal.

a- Paramètres géométriques :

Deux cristaux de même nature reliés l'un à l'autre par une opération d'interface (rotation, déformation ou opération plus complexe) forment un bicristal. Un joint de grains est obtenu en introduisant un plan dans le bicristal et en rejetant les atomes de chacun des cristaux de part et d'autre de ce plan (Figure I.5).

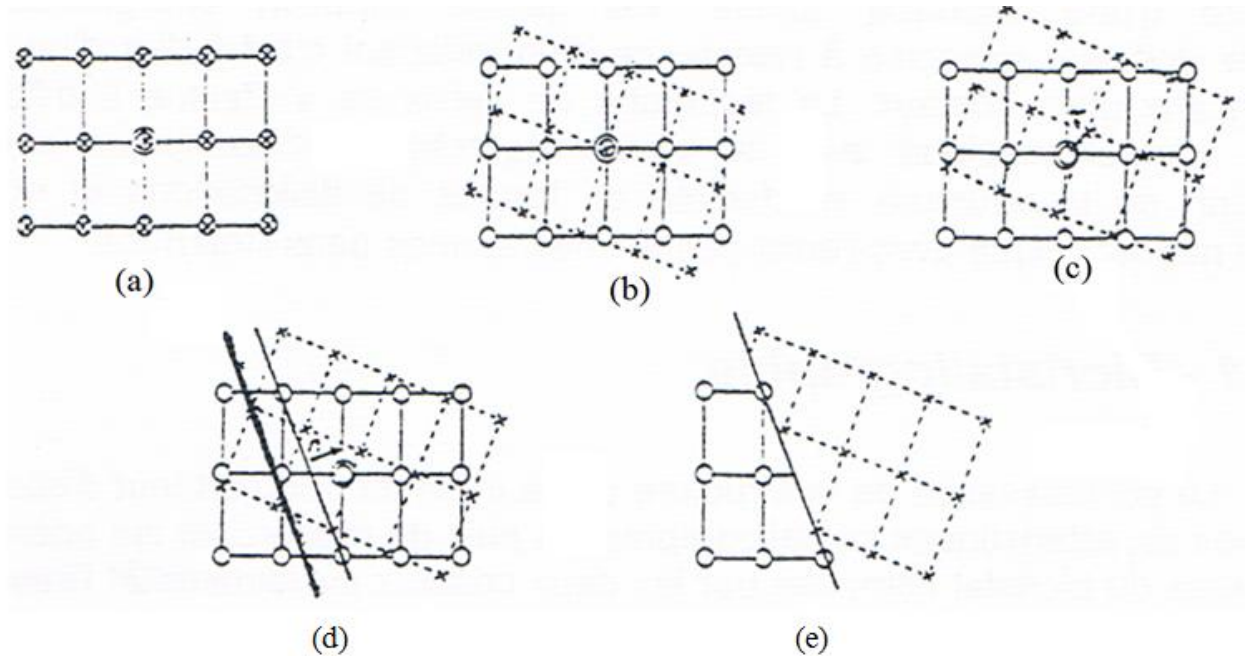


Figure 1.5: Schéma montrant les différentes opérations pour former un joint de grains : **(a)** cristal 1, **(b)** superposition de deux cristaux, **(c)** rotation et translation rigide d'un cristal par rapport à l'autre, **(d)** insertion d'un plan de joint : différentes positions possibles pour une même désorientation, **(e)** rejet des atomes du cristal 1 d'un cote et de ceux du cristal 2 de l'autre cote [3].

La caractérisation géométrique complète de l'interface nécessite un nombre minimum de paramètres géométriques, appelés degrés de liberté géométriques. Ils sont au nombre de 9 et sont classés en deux catégories : **paramètres macroscopiques** et **paramètres microscopiques**.

- **Les paramètres macroscopiques** sont au nombre de 5 et définissent :

la relation d'orientation intercrystalline, à une translation près (3 paramètres). Dans le cas d'un milieu monphasé cubique, cette relation peut être décrite par une rotation d'axe \vec{R} et d'angle θ .

l'orientation du plan du joint (normale \vec{n}), à une translation près, par rapport à l'un des deux cristaux (2 paramètres).

- **Les paramètres microscopiques**, au nombre de 4, définissent

la position relative des deux cristaux. Celle-ci est définie par la translation rigide $\vec{\tau}$ subie par l'un des deux cristaux par rapport à l'autre (3 paramètres), qui comprend l'expansion au joint, et la translation dans le plan du joint.

la position du plan du joint par rapport à l'origine dans le cas où les mailles primitives des cristaux ne sont pas monoatomiques (1 paramètre).

Les paramètres macroscopiques sont suffisants pour donner une description géométrique complète de l'interface, 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 une observation en microscopie électronique à haute résolution.

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 », dont les paramètres peuvent être connus 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.

Cette terminologie n'a pas une signification physique rigoureuse en raison de la multiplicité des descriptions.

a-1 Modèle géométrique :

Les modèles de coïncidence sont tous basés sur l'hypothèse fondamentale qu'une situation énergétique favorable est associée à l'existence d'un ordre commun aux deux cristaux.

Les étapes de la description de la symétrie d'un bicristal sont résumées comme suit :

Le complexe bicolore est formé par les cristaux 1 et 2 désorientés et interpénétrés (bicolore car les deux cristaux sont représentés par des symboles différents). Le complexe présente deux types d'éléments de symétrie : une symétrie dite « coïncidente » laissant les deux cristaux invariants, elle est obtenue par l'intersection des groupes d'espace des deux cristaux. Les éléments du second type de symétrie dite « antisymétrie » échangent les deux réseaux cristallins.

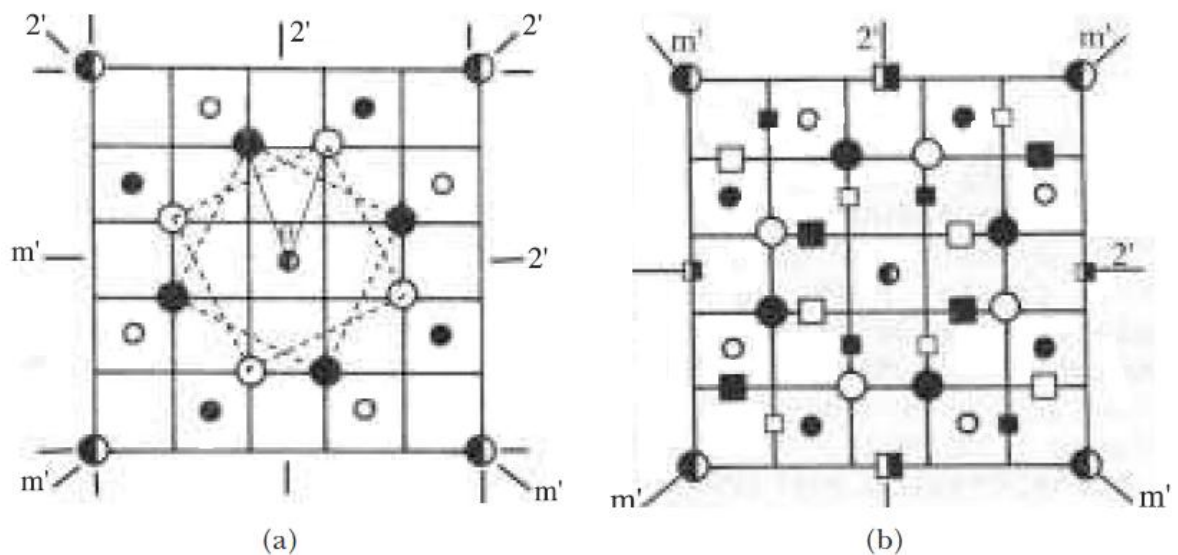


Figure I-6: Projection dans un plan $\{001\}$ du réseau et du complexe d'un joint de grains de désorientation $36^{\circ}9$ autour de $[001]$. Les éléments d'antisymétrie sont indiqués par le symbole ('). Les symboles \circ et \bullet correspondent à des nœuds des cristaux 1 et 2, respectivement. La différence de taille entre les symboles indique une différence de cote des nœuds correspondants. (a) Réseau CSL pour un matériau de structure CFC ; (b)

Complexe bicolore pour un matériau de structure cubique diamant (les symboles représentent des sites atomiques). Les traits fins indiquent le réseau DSC attaché à $\Sigma=5$

[4].

Chapitre I

-Réseau des sites de coïncidence (Coincidence Site Lattice **C.S.L**)[5] : il est formé par l'ensemble des nœuds communs aux deux réseaux. Ce réseau est périodique, il est défini par un indice de coïncidence Σ qui est le rapport du volume de la maille du réseau C.S.L à celui de la maille primitive du réseau cristallin. Le réseau CSL peut être défini comme le plus petit réseau dans les réseaux des deux cristaux, il n'y a aucun site commun entre les cristaux mais seulement des nœuds communs entre les deux réseaux de translation. L'indice Σ est caractéristique du biréseau à trois dimensions (3D). Il représente 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 I.7)

-Réseau D.S.C (Displacement Shift Complete) [5] 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. Elle est déterminée par des méthodes analytiques. Notons que la longueur de ces vecteurs diminue lorsque Σ augmente (Figure I.7).

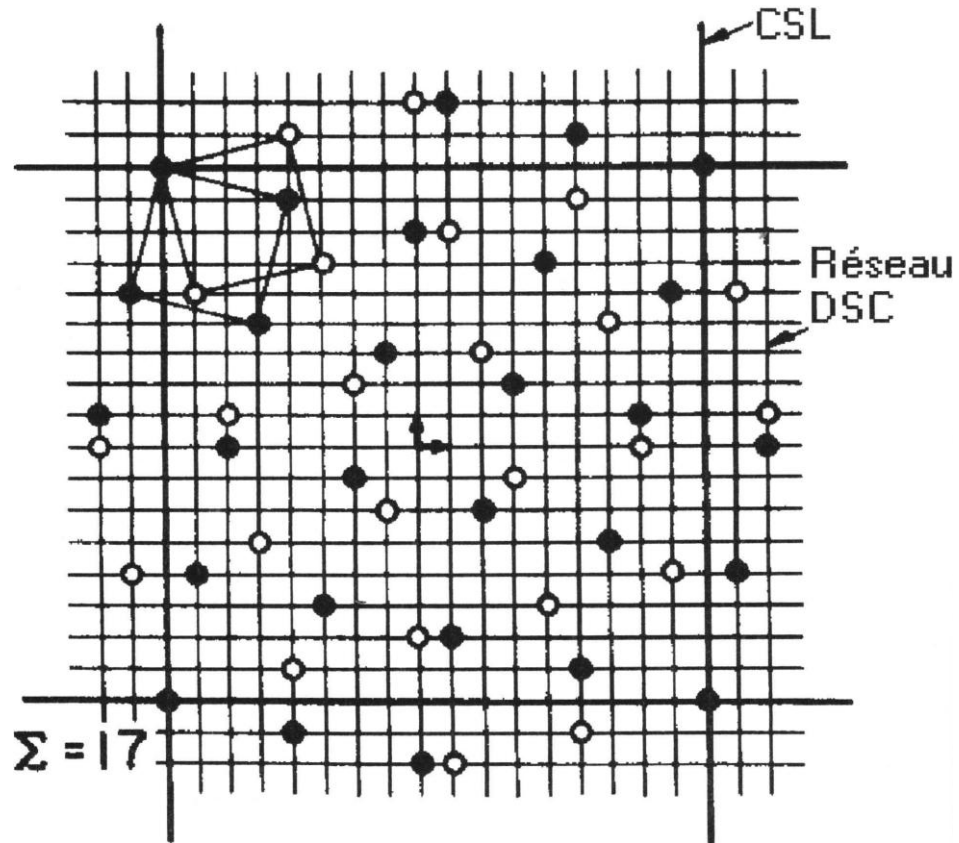


Figure I.7: Réseau (C.S.L) et réseau (D.S.C) du joint $\Sigma = 17$ ($\theta = 28^\circ$, $R=[001]$).

-Coïncidence exacte et coïncidence approchée :

La notion de coïncidence approchée est spécifique aux structures cristallines à symétrie non cubique. Pour mieux la comprendre prenant deux réseaux de symétrie hexagonale (ou rhomboédrique) désorientés et interpénétrés, seules les rotations autour de l'axe de symétrie sénaire (ternaire pour la symétrie rhomboédrique) peuvent donner lieu à des réseaux de coïncidence à trois dimensions, quel que soit le rapport c/a . Elles sont décrites par des matrices rationnelles dans le système de coordonnées ayant pour base le réseau du cristal 1 ou celui du cristal 2. Pour tout autre axe de rotation reliant un cristal à l'autre il n'existe aucun angle permettant d'avoir une correspondance exacte des deux mailles, non primitives des deux cristaux. Pour les rotations dites spécifiques, deux de ces mailles multiples M_1 et M_2 peuvent être approximativement superposées. A ces rotations spécifiques sont associées des coïncidences dites rationnelles ou de proche coïncidence ; la matrice de rotation n'est plus rationnelle, mais dépend du rapport c/a , amenant ainsi les mailles multiples en coïncidence

a-2 modèle atomistique :

La description des joints de grains par la théorie géométrique ou par les dislocations est très utile, mais elle n'arrive pas à expliquer certaines propriétés telles que les propriétés électriques, ces dernières dépendent de la structure atomique.

Cette approche tente de donner la description de la position des atomes au voisinage immédiat de la surface d'accolement entre les deux cristaux. Friedel et col. ont calculé l'énergie de bicristaux en considérant que les réseaux sont rigides et en ajustant le nombre d'atomes dans la surface d'accolement pour minimiser l'énergie [2].

I .2.2 Description des joints de grains par des dislocations intrinsèques :

L'idée de la description des joints de grains par des parois de dislocations a été développée parallèlement à la théorie des dislocations dans les cristaux [6]. Dans la modélisation des interfaces on considère des réseaux de dislocations distribuées discrètement ou d'une manière continue. Plusieurs modèles utilisent les propriétés connues des dislocations discrètes pour déduire les propriétés d'une interface.

I .2.3 Modèle S.U/G.B.D :

Pour dépasser les limites du modèle des unités structurales une description de la structure des joints de grains basée sur le modèle appelé SU/GBD pour Structural Unit/ Grain Boundary Dislocation qui fait le lien entre les unités structurales et les dislocations.

I .2.4 Interaction dislocation-joint de grains :

Une dislocation à proximité d'un joint de grain subit deux types de contraintes [3] ; [7]

- Contraintes élastiques
- Friction du réseau

a-Interaction élastique :

Toutes dislocation située loin d'une interface 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 des contraintes de compatibilité.

La dislocation est ainsi soumise à une force \vec{F} , qui résulte de ces différents champs de contraintes. L'équation de Peach et Koehler [8] nous donne l'expression de cette force par unité de longueur.

Parallèlement à la force de Peach et Koehler, toute force au voisinage d'une interface subira une force additionnelle \vec{F}_i .

b-Friction du réseau :

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. Une dislocation située à moins d'une périodicité atomique d'un joint de grains subira de même une force \vec{F}_c due aux contraintes d'interaction avec le cœur de ce joint [9].

I.2.5 la macle :

La définition d'une macle n'est pas aussi simple que cela pourrait paraître, il convient de bien définir avant tout ce qu'est une macle, on doit diviser en deux définitions, aussi générale l'une que l'autre mais qui ont le mérite de montrer le paradoxe qu'il peut y avoir entre la simplicité de la réalité de la macle:

Henri-Jean SCHUBNEL : « On appelle « macle » le groupement de deux ou de plusieurs cristaux de même nature suivant des lois déterminées. » Mais « Cependant, dans la nature, les cristaux apparaissent souvent étroitement imbriqués les uns dans les autres, leurs orientations mutuelles étant quelconques. De tels accolements sont dus au hasard et ne doivent pas être confondus avec des macles. »

Emmanuel FRITSCH : « Une macle est l'association, suivant des lois géométriques bien définies, de deux individus d'une même espèce minérale. Elle est due à l'existence d'un réseau commun (ou presque commun) aux deux cristaux d'orientations différentes. »

Il est fondamental d'avoir bien à l'esprit qu'une macle n'est pas une juxtaposition de cristaux comme l'entendent souvent les américains mais bel et bien un seul cristal qui a formé deux ou plusieurs individus à la suite de défauts de croissance lors de sa cristallisation [10].

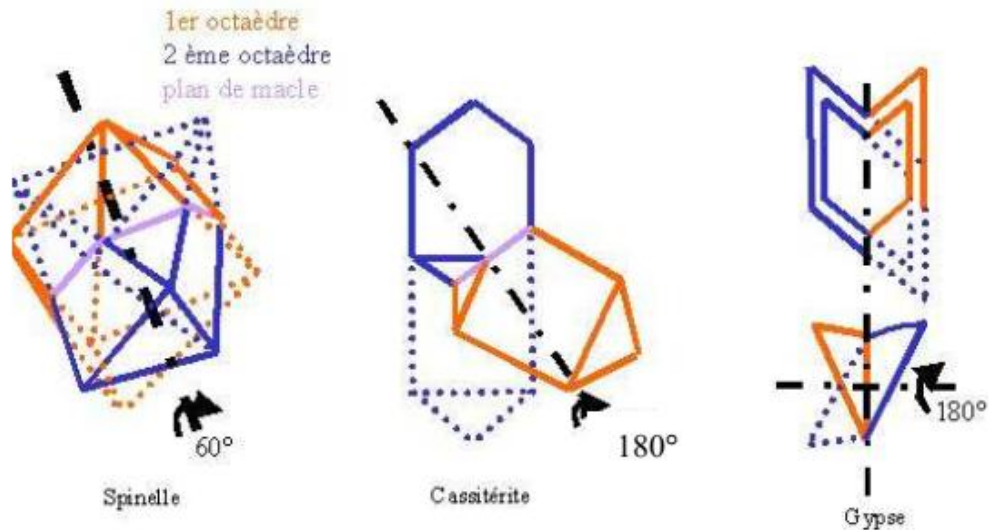


Figure I.9 : présentent quelques macles typiques de macles par accolements .

I.2.6 Disconnection :

Les défauts interfaciaux sont caractérisés par un operateur $\Phi_{ij} = (Q_{ij}, q_{ij})$ qui est donné par le produit de deux opérations de symétrie une pour chaque cristal [11]. Une disconnection est un défaut interfacial possédant les deux caractères de marche et de dislocation. Elle est caractérisée par l'operateur $\Phi_{ij} = (I, b_{ij})$. Ou I est la matrice identité et b_{ij} le vecteur de Burgers du défaut [11].

Pour former une disconnection on considère deux cristaux α et β avec des bords opposés Figure I.10 (a), La normal a l'interface et allant vers le cristal α est noté par \vec{n}

Conventionnellement le cristal α possède la hauteur de bord la plus grande, puisque la hauteur de la marche de la disconnection est associée à la hauteur β du bord. Les deux cristaux sont rigidement amenés en contact Figure I.10(b), engendrant un vide à la droite de la marche. Le vide est rempli Figure I.10(c) par l'introduction d'un demi plan atomique. La disconnection est ainsi créée avec les deux caractères, la marche de la région de contact et la

Chapitre I

dislocation survenue suite au remplissage du vide. La hauteur de la marche en termes de paramètres cristallographiques, a été étudiée par Hirth [11].

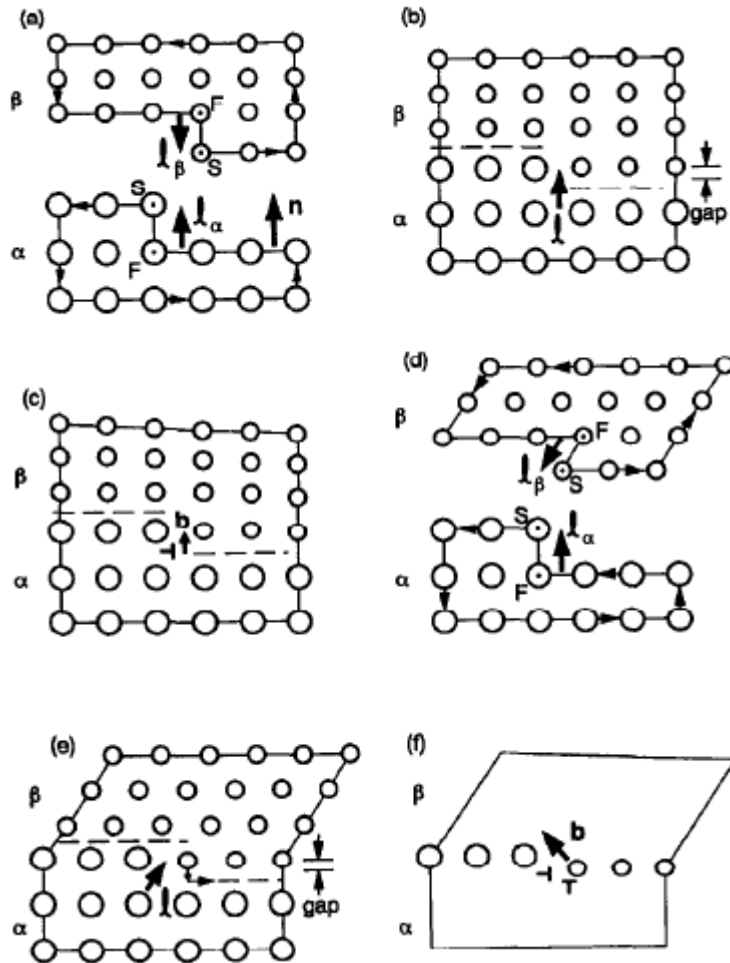


Figure I-10 : Schéma illustrant la création d'une disconnection, (a) : Cristaux α et β avec des bords parallèles, (b) : mise en contact des deux cristaux, (c) : relaxation de la configuration (b), (d) : cristaux α et β avec des bords perpendiculaires, (e) mise en contact des deux cristaux, (f) relaxation de la configuration (d) [12].

I.2.7 Circuit de mapping

Afin de caractériser un défaut linéaire la théorie topologique des défauts interfaciaux est utilisée, cette dernière est basée sur des considérations géométriques et appelée « circuit de mapping ».

Pour obtenir le vecteur de Burgers d'une dislocation on est conduit à déterminer la différence existant entre un circuit fermé tracé dans le cristal parfait et le même circuit dans le cristal contenant la dislocation. Dans le cristal fauté ce circuit présente un défaut de fermeture. Le vecteur correspondant au défaut de fermeture est une translation du réseau c'est le vecteur de Burgers de la dislocation. Ce circuit est appelé circuit de Volterra (Figure I.11).

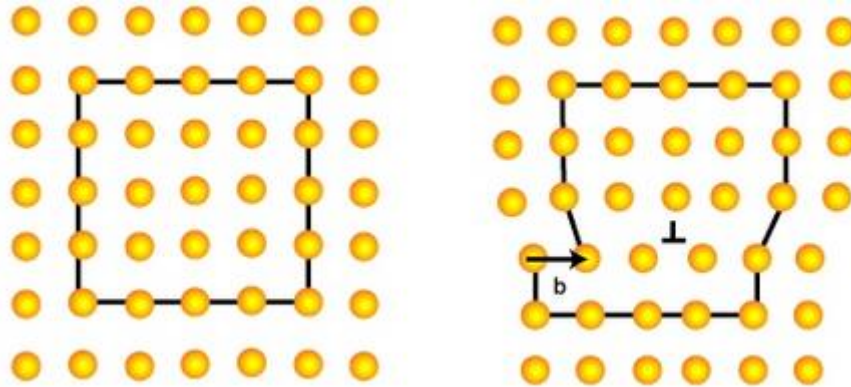


Figure I-11: Schéma illustrant l'approche de Volterra.

CHAPITRE II :

II .1 La Microscopie Electronique :

II .1.1 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 Figure II.1.

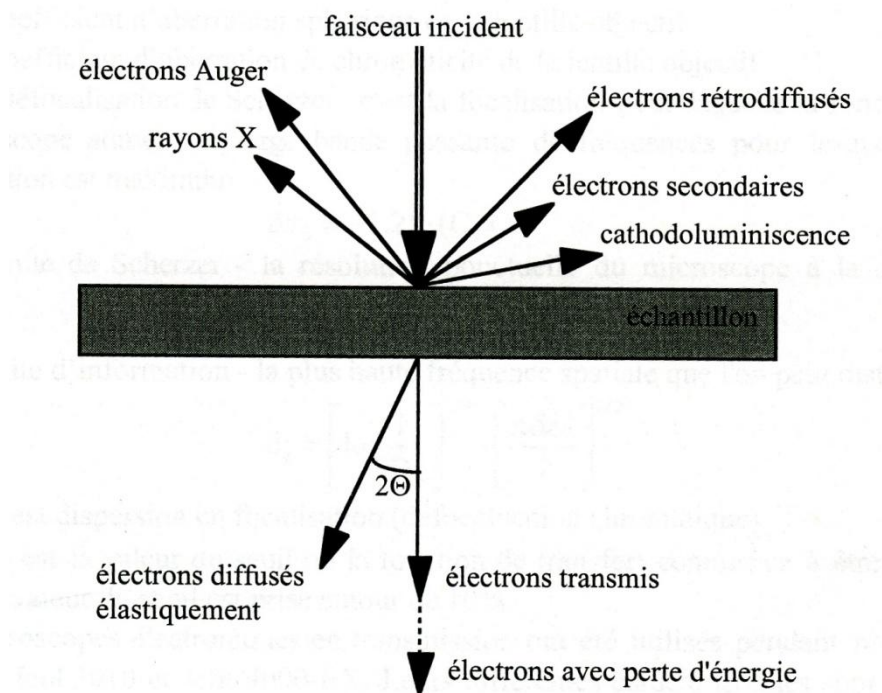


Figure II.1: Schéma montrant les électrons et les ondes électromagnétiques émis par l'échantillon au cours des événements de diffusion élastique et inélastique.

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 mais dans le cas réel les fortes 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.

II .1.2 Microscopie électronique conventionnelle :

a-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 extrinsèques. Un microscope électronique en transmission fonctionne principalement suivant deux modes

b-mode image :

Le faisceau électronique interagit avec l'échantillon et, suivant ses caractéristiques (épaisseur, densité, nature chimique), les électrons sont plus ou moins absorbés. Dans le plan image, une image contrastée est formée

c-mode diffraction :

Ce mode utilise le comportement ondulatoire des électrons. Lorsque ces derniers rencontrent de la matière cristalline, ils sont diffractés. Le faisceau est diffracté en plusieurs faisceaux qui se recombinent grâce aux lentilles magnétiques pour former le cliché de diffraction.

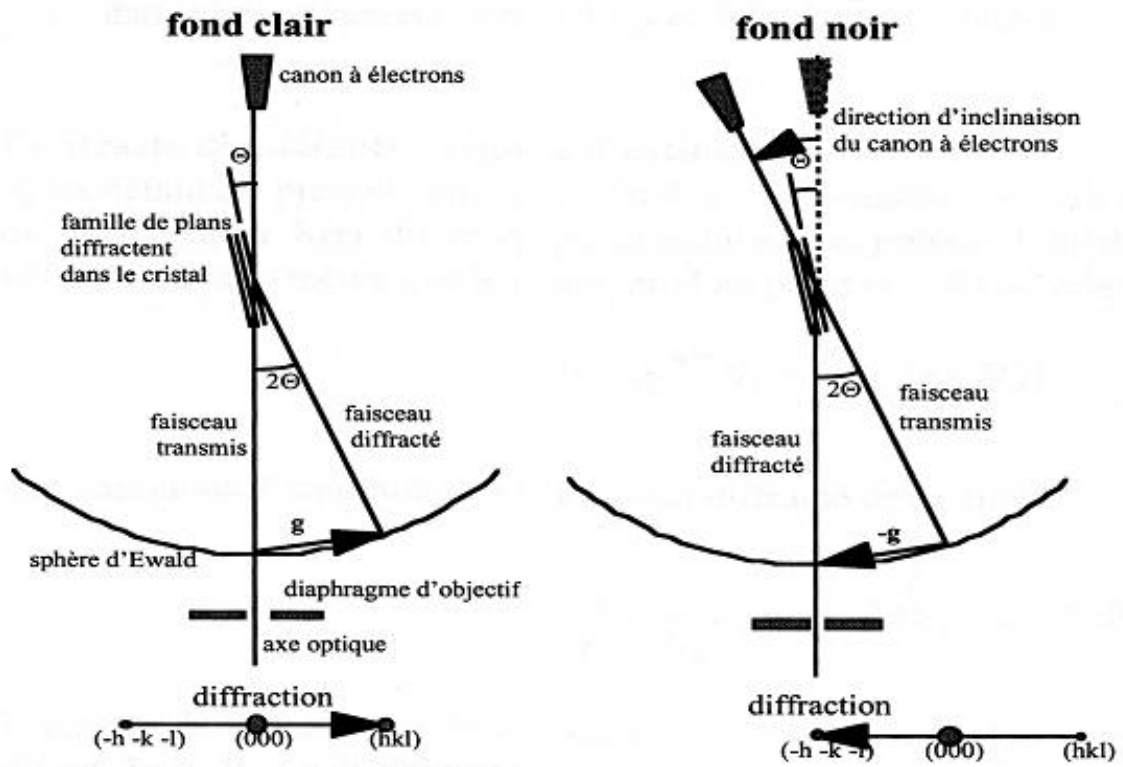


Figure II.2 : Schéma de principe de la microscopie conventionnelle

Chapitre II

II .1. 3 Microscopie électronique à haute résolution :

L'image en haute résolution est obtenue par interférences,(Figure II.3).

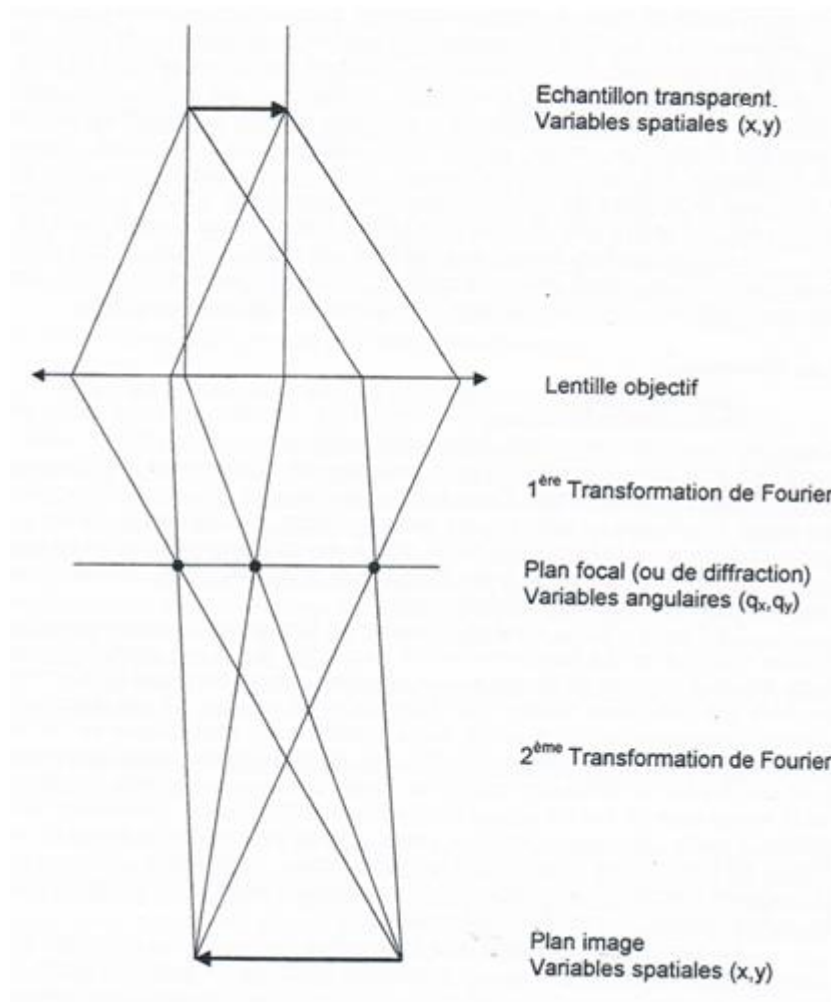


Figure II-3 : Schéma de principe pour la formation de l'image (théorie d'Abbe).

Chapitre II

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. L'interprétation d'une image obtenue en haute résolution nécessite sa simulation. En effet la fonction d'onde à la sortie de l'échantillon est modifiée pour sa phase et son amplitude par transfert instrumental. Du fait de l'existence des aberrations (notamment au niveau de la lentille objectif), le transfert n'est pas parfait. Cette modification est caractérisée par la fonction de transfert $T(\mathbf{f})$ du microscope [13].

a- Diffraction électronique de Microscopie électronique à haute résolution:

L'interaction entre un faisceau d'électrons et un cristal peut se décomposer en deux parties. Dans un premier temps, nous pouvons considérer la diffusion de chaque atome par l'intermédiaire de leur potentiel électrique. Cette diffusion a lieu dans toutes les directions de l'espace. Dans un second temps, il y a un phénomène d'interaction entre les différentes diffusions des atomes du cristal. Si les ondes diffusées ont une différence de parcours proportionnelle à un multiple de la longueur d'onde du faisceau, il y aura ajout de leurs amplitudes.

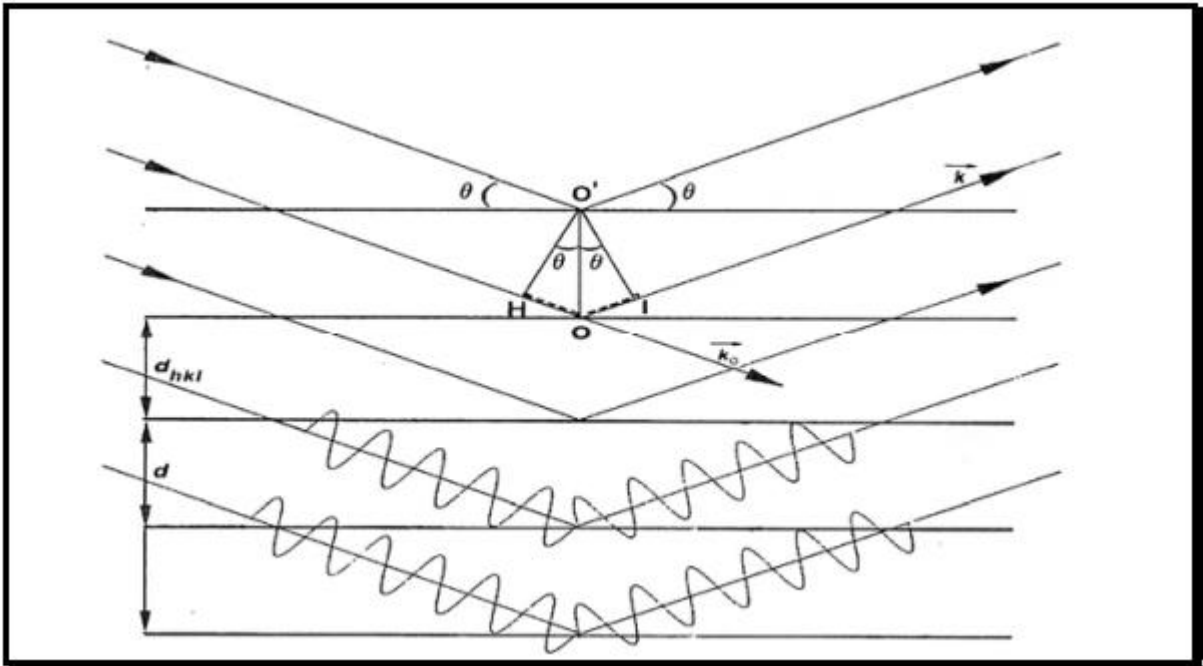


figure II.4 : Diffusion d'un faisceau d'électrons pour les atomes d'une famille de plans hkl.

II .2 Alumine :

II . 2 .1 Bref historique :

L'histoire de l'alumine se confond d'abord avec celle de l'Alun dont elle a pris le nom et les marchés, témoins les papetiers américains qui appellent encore aujourd'hui alun le sulfate d'aluminium. Elle se confond ensuite avec la naissance et la croissance de l'aluminium. L'alumine en tant que produit chimique industriel aux applications foisonnantes n'acquies son autonomie que depuis 1945. L'alun était connu et recherché des Sumériens, des Egyptiens, des Grecs et Romains qui l'utilisaient comme astringent, mordant pour la teinture de la laine, mégis pour la peau, médecine hémostatique, anti-inflammatoire, cicatrisant, anti-transpiratoire et anti-diarrhéique. Il était également utilisé pour l'embaumement pour l'ignifugation du bois. Hoffman suppose 1722 que l'alun est issu d'une base que Pott appelle 1746 thonichte Erde, nom que l'alumine a gardé en allemand: Tonerde. Marggraf l'isole en 1754 et un des collaborateurs de Lavoisier en 1761, Gyton de Morveau (1737-1816), baptisa « Alumine » l'un des sulfates contenu dans l'alun [14].

II .2.2 Structure cristallographique de l'alumine α :

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

$$a = 5.1284 \text{ \AA}$$

$$\alpha = 55.28^\circ$$

L'alumine est le plus souvent décrite en utilisant la maille hexagonale de volume triple de celui de la maille rhomboédrique [15]. La structure cristalline de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ contient deux sous réseaux : celui des anions O^{2-} qui forment un arrangement quasi hexagonal compact, avec un empilement des ionsABABAB....., selon la direction $\langle 0001 \rangle$ (Figure II-5.a). L'empilement des ions Al^{3+} peut être décrit selon la séquence de plansabcabc..., toujours dans la direction $\langle 0001 \rangle$. Ainsi la maille selon l'axe \vec{c} correspond à six plans du sous-réseau O^{2-} possédant une séquence : AaBbAcBaAbBc, Figure II.5 –b

Chapitre II

Les paramètres de la maille hexagonale sont les suivants :

- $a_0 = 4.7589 \text{ \AA}$
- $c_0 = 12.991 \text{ \AA}$
- $c_0 / a_0 = 2.73$
- $\alpha = \beta = 90^\circ ; \gamma = 120^\circ$
- nombre d'atomes (Al_2O_3) par maille : 6

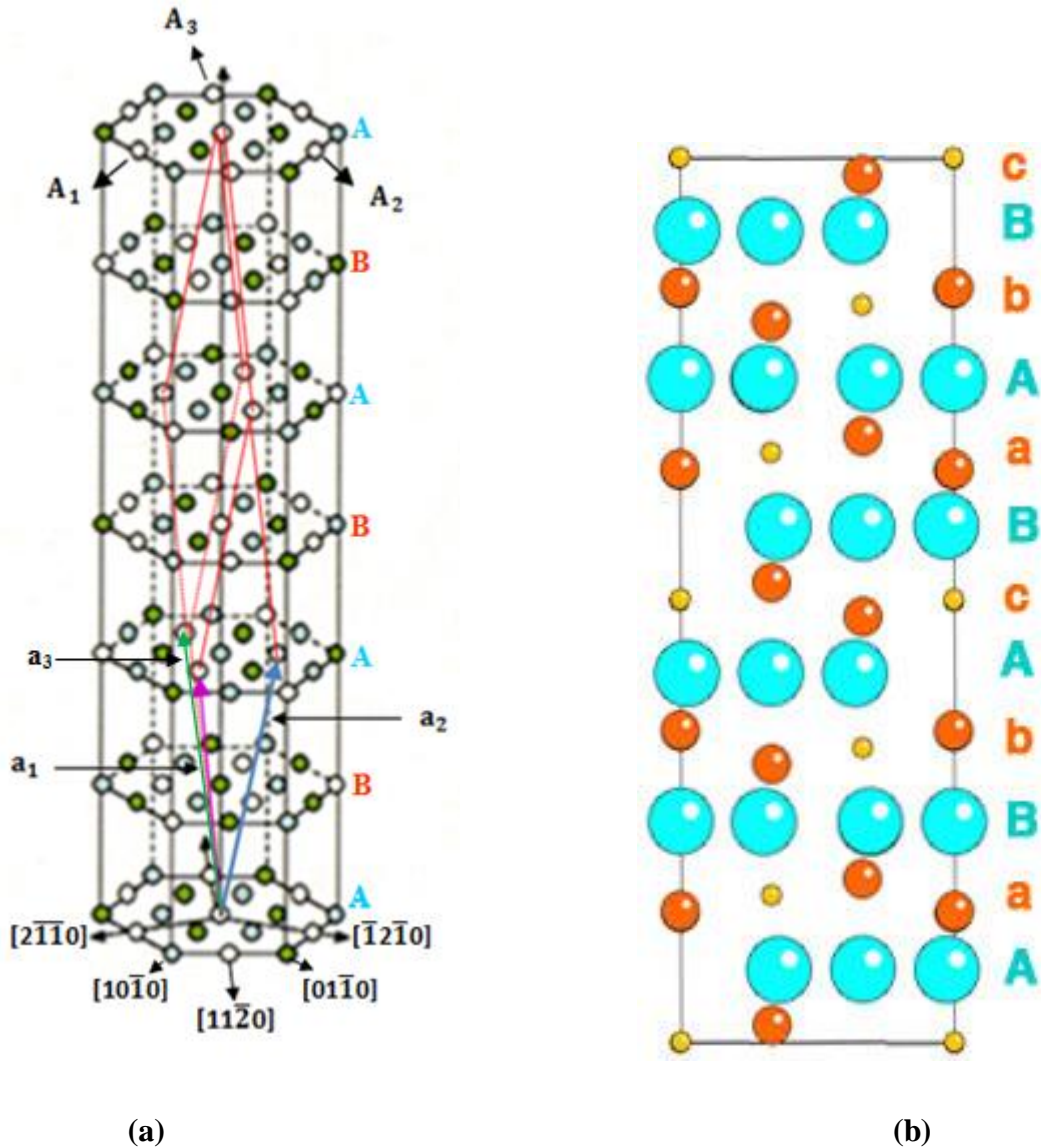


Figure II.5: Représentation schématique de la maille de l'alumine : (a) maille élémentaire de Al_2O_3 avec A_i et a_i représentant les vecteurs de base de maille hexagonale et rhomboédrique respectivement, disposition des Al^{3+} (en bleu : cation au dessus du plan ; en vert : cation au dessous du plan ; en blanc : site octaédrique vide) par rapport

Chapitre II

aux plans denses, A ou B de O^2 . (b) coupe tout selon le plan (01-11) de la maille hexagonale de l'alumine.

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

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

II.2.3 Systèmes de référence :

a- Système rhomboédrique :

Il n'est utilisé que dans les calculs des matrices de rotation de coïncidence. Les trois vecteurs de base \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 sont montrés sur la Figure II-5.a. Le système de référence hexagonal est plus pratique à utiliser, si l'on veut déterminer des orientations cristallographiques et analyser des diagrammes de diffraction en microscopie électronique par transmission.

b- Système hexagonal à 3 axes :

est défini par trois vecteurs de base \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{c} Figure II-6 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, 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 II-7

Les indices de Miller sont $[u \ v \ w]$ pour les directions et $(h \ k \ l)$ 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.

b- Système hexagonal à 4 axes :

est défini par quatre vecteurs de base, Figure II-7, $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ 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 souvent déduit des deux premiers indices tel que : $u' + v' + t' = 0$

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

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

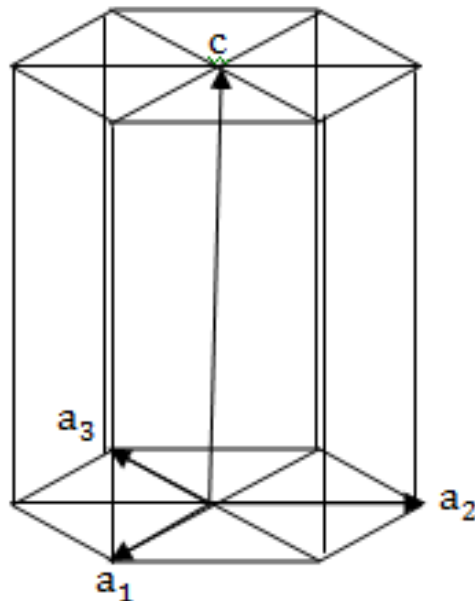


Figure II-6 : Système de référence hexagonal à 3 ou 4 axes

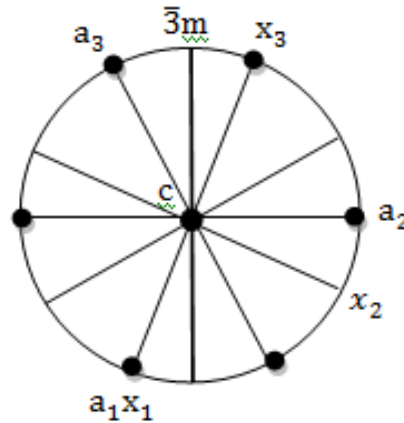


Figure II-7 : Représentation stéréographique des éléments de symétrie du groupe ponctuel $\bar{3}m$. (x_1, x_2, x_3) système de référence cartésien.

II.4 Notation de Frank :

La méthode de Frank [16] pour traiter les problèmes cristallographiques dans les systèmes hexagonal et rhomboédrique consiste à utiliser un espace à 4 dimensions avec les vecteurs 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 ($[1000]= 1/3 [1110]+1/3[2\bar{1}\bar{1} 0]$). La projection de $e_1, e_2,$ et e_3 correspond 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 $[uvw]$ qui est notée par le vecteur cartésien $[u \ v \ t \ \lambda w]$, la normale à un plan $(hkil)$ est $[h \ k \ i \ 1/\lambda]$ 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.

II.5 La macle rhomboédrique :

Une macle est un édifice cristallin hétérogène formé de l'association de deux ou plusieurs cristaux homogènes de même nature orientés suivant des lois déterminées. Elle 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. Le maclage peut survenir dans un plan rhomboédrique ou basal. Dans une macle rhomboédrique de l'alumine, ces paramètres macroscopiques ont fait l'objet de plusieurs études . Heuer [17] détermine les valeurs de ces paramètres $K_1=\{01\bar{1}2\}$, $\eta_1=\langle 0\bar{1}11\rangle$, $K_2=\{0\bar{1}14\}$, $\eta_2=\langle 02\bar{2}1\rangle$, 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 . Il existe d'autres macles soit avec un plan de glissement miroir et appelée « macle de glissement », ou « la macle vis » avec un axe vis binaire. En utilisant la notation de Seitz pour la symétrie cristallographique, la macle vis peut être définie par $\{C_2, \tau\}$, ou C_2 est l'axe binaire parallèle à η_1 et τ est le vecteur de translation.

A partir des études de microscopie électronique à haute résolution et en prenant en compte la distorsion de la liaison Al-O, seule la « macle vis » $\{C_2, \tau\}$ est retenue, avec $\eta_1=[0\bar{1}11]$ et la translation $\tau=1/6[0\bar{1}11]$. De plus l'interface contient des sites non occupés appartenant au sous réseau de l'aluminium. La macle vis possède l'énergie la plus faible et une structure symétrique [18].

Une macle rhomboédrique parfaite de plan $(01\bar{1}2)$ est représentée sur la Figure II-8.

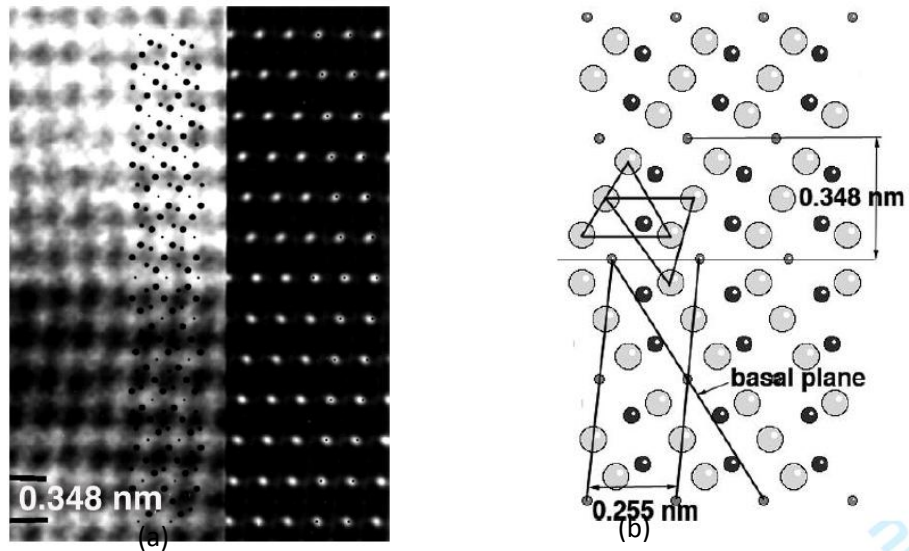


Figure II-8 : Macle rhomboédrique parfaite dans l'alumine. (a) Comparaison entre une observation en METHR et la simulation correspondante (defocalisation : -5nm ; épaisseur 15nm). L'interface est centrée sur les sites non occupés de l'aluminium (taches blanches). (b) Modèle géométrique : les sites octaédriques 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 [19].

Loin de la structure parfaite de la macle rhomboédrique, les bicristaux d'alumine dopé et non dopé présentent un arrangement de lignes de dislocations (un défaut). La microstructure de la macle rhomboédrique parfaite est entrecoupée par des défauts appelés disconnections [20].

CHAPITRE III :

III-1 Introduction :

Le vecteur de Burgers se définit comme étant le vecteur nécessaire à boucler un circuit initialement fermé dans le cristal parfait et qui se trouve ouvert lorsqu'il enlace la ligne de dislocation. Ce vecteur n'est pas quelconque dans un cristal mais représente une translation du réseau.

Le type de matériaux étudié est L'alumine stable α cristallise selon une structure rhomboédrique

La méthode de Frank pour traiter les problèmes cristallographiques dans l'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 $e_1=[1000]_4$, $e_2=[0100]_4$, $e_3=[0010]_4$, $e_4=[0001]_4$ [16].

Considérant un système de coordonnées avec 4 indices avec e_1 , e_2 , e_3 , et e_4 les vecteurs unitaires, parallèles chacun à quartes axes mutuellement orthogonaux. La projection du système selon la direction [1110] est effectuée, créant ainsi une partie à trois dimensions du système initial qui était à quatre 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 ($[1000]= 1/3 [1110]+1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$). La projection de e_1 , e_2 , et e_3 correspond respectivement aux axes a_1 , a_2 , et a_3 , dans le plan basal du système de coordonnées de l'hexagonal.

L'indexation Miller-Bravais pour les plans et les directions sont interprétés à 4 indices vérifiant la règle de la somme des trois premiers indices est nulle enfermé ainsi dans un sous-espace de trois indices de l'espace à 4 indices.

Pour une direction [uvtw] est notée par le vecteur cartésien $[uvt\lambda w]$, la normal à un plan (hkil) est $[h k i l/\lambda]$ avec $\lambda = c / |e| = (2/3)^{1/2} c/a$. Cette méthode permet de combiner le système d'indexation M-B avec les avantages d'un repère orthogonal.

III-2 Elaboration des bicristaux :

Les bicristaux étudiés sont fabriqués par la méthode de soudage diffusion (SPI) [stepantsov 1982] à Moscou. 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, collées par la méthode de fusion de zone par faisceaux d'électrons à l'institut de Physique du Solide à Chernogolovka (Russie) sous une contrainte de 50 MPa à 1400°C pendant 1 heure [21] .

Des bicristaux avec un plan de joint de macle rhomboédrique $\{01\bar{1}2\}$ (Figure III.1). Ils sont dopés au magnésium ou à l'yttrium.

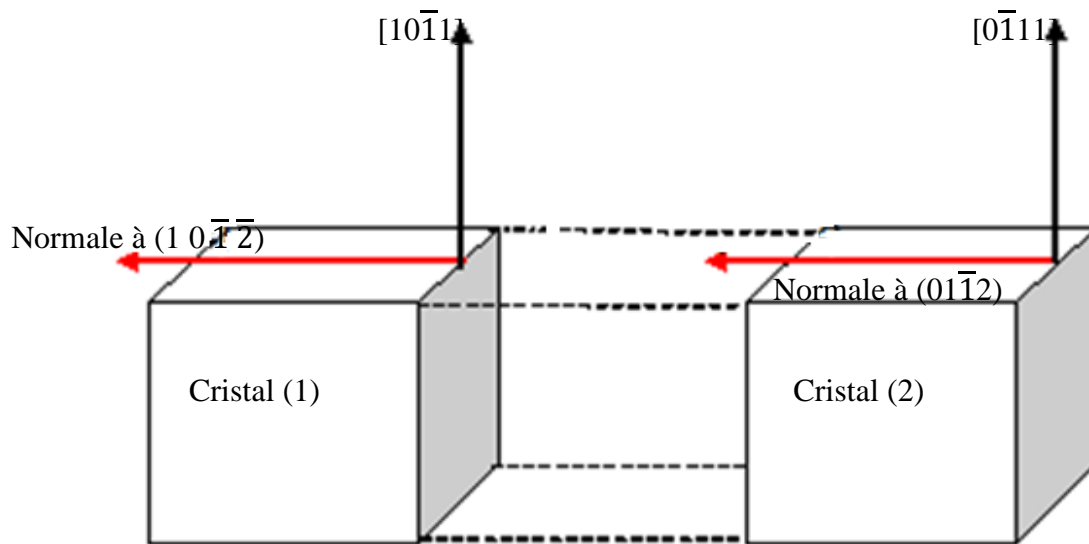


Figure III.1 : Schéma de préparation des bicristaux d'alumine. Joint de grains en orientation de macle rhomboédrique, plan de macle $(01\bar{1}2)$

III-3 Structure interfaciale avant déformation à l'échelle microscopique :

Les interfaces des bicristaux d'alumine α présentent un arrangement périodique et parallèle de paires de lignes de dislocations avec des vecteurs de Burgers différents. Ces dislocations accommodent la distorsion de la structure due à la déviation de 0.8° par rapport à l'orientation de macle parfaite.

Le joint de grains du cristal non dopé contient une rangée périodique de paires de disconnections X et Y (Figure II-2(a)), [19]. Les défauts adjacents présentent des composantes de signes opposés annulant ainsi les champs de contraintes.

Le joint de grains du cristal dopé (Figure II-2(b)) présente également un arrangement de disconnections avec des parties correspondant à la structure d'équilibre du joint de grains d'un bicristal non dopé.

Charitre III

Présente une structure constituée d'une distribution de disconnexions presque périodique dont certaines parties correspondent à la structure d'équilibre du joint non dopé

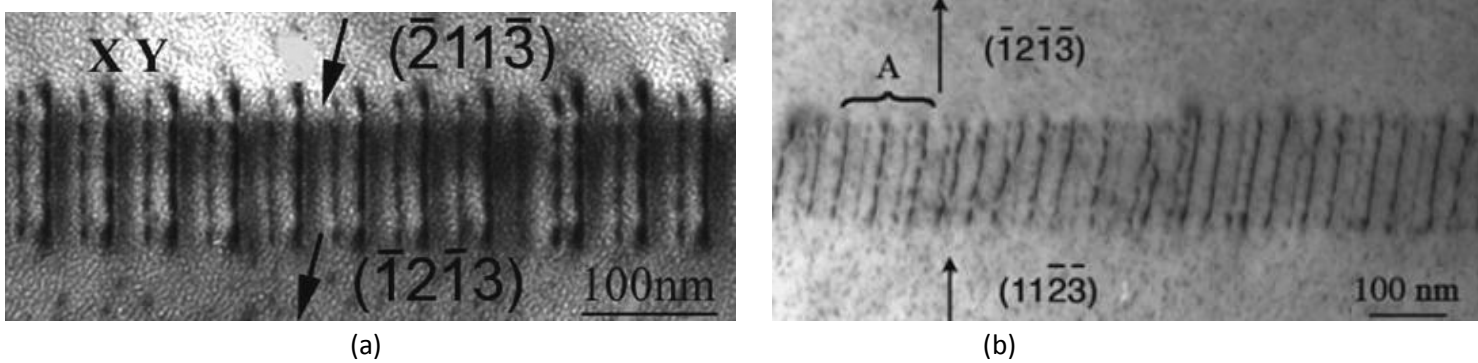


Figure II-2 : (a) : Micrographie d'une macle rhomboédrique dans un bicristal non dopé.

Parmètres : champs clair, deux ondes simultanées, \vec{g} commun [19]. (b) Macle rhomboédrique dans un bicristal d'alumine dopé, même paramètres d'observation que (a).

Des disconnexions avec faible et fort contrastes sont alternativement distribuées dans la partie A de l'interface (Figure II-2(b)). Cet arrangement correspond à la structure d'équilibre du joint de grains dans le bicristal non dopé. Les disconnexions possèdent des vecteurs de Burgers avec des composantes opposées le long de l'axe $[2\bar{1}\bar{1}0]$. Le bicristal dopé présente une structure plus complexe.

Des dislocations dans la matrice et des dislocations avec une longue ligne de et qui s'accrochent au joint de grains sont remarquées Figure II-3 , leurs vecteurs de Burgers sont déterminés

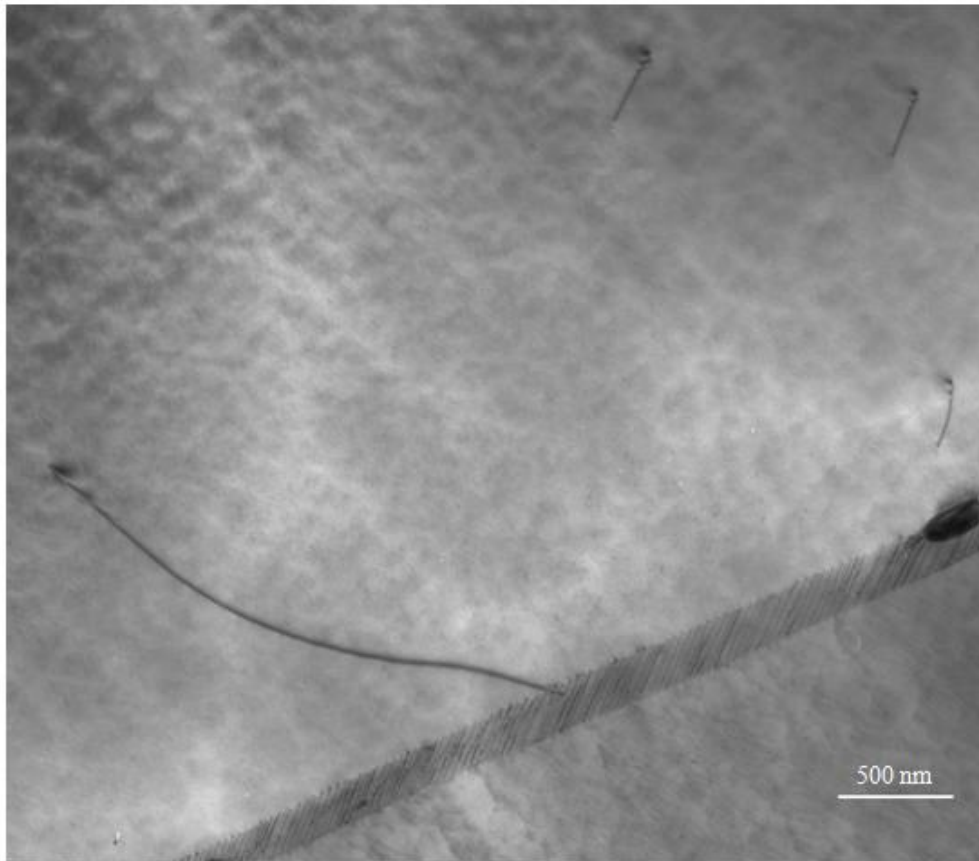


Figure II-3 : Micrographie en champs du bicristal d'alumine dopé à l'yttrium. dislocations dans la matrice, la dislocation accrochée au joint de grains, les dislocations de la matrice possèdent un vecteur de Burgers $\vec{b}_{\text{matrice}} = 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0]$, parallèle à la ligne de la dislocation, la dislocation accroché au joint possède une direction $[01\bar{1}0]$, avec le même vecteur de Burgers.

III-4 Structure interfaciale avant déformation à l'échelle atomique :

Pond [20] a proposé d'utiliser l'approche de Volterra pour caractériser les défauts linéaires interfaciaux.

Pour un bicristal formé par deux cristaux avec deux orientations différentes : (λ) le cristal blanc et (μ) le cristal noir (Figure II.4)

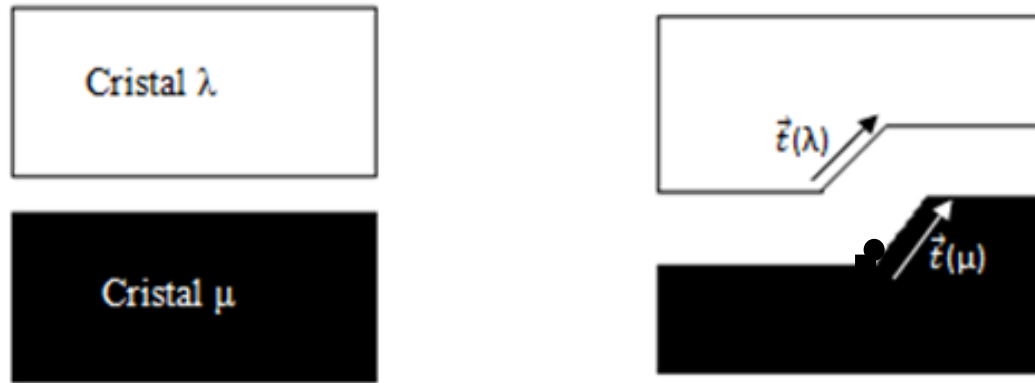


Figure III-4 : Formation d'un défaut interfacial par le processus de Volterra. Le défaut est dû à la non compatibilité des hauteurs de marche à la jonction des deux surfaces.

Pond [22] a étudié la transmission des dislocations à travers un joint de grains (λ/μ) dans un système hexagonal en se basant sur deux critères géométriques permettant de prédire les systèmes de glissement les plus probables dans le cristal μ .

Critère 1 : le glissement est transféré à travers le joint de grains allant d'un empilement

isotrope la valeur maximale de la CRSS correspond au plan glissement ayant le plus grand facteur de transmission T .

Critère 2 : le deuxième critère se base sur la minimisation de l'angle entre les vecteurs de Burgers du cristal (λ) et du cristal (μ), et l'angle entre les plans de glissement des cristaux (λ) et (μ).

$\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ sont les vecteurs de translation identifiant la marche dans le cristal λ et le cristal μ respectivement (figure II-11). Le vecteur de Burgers de la dislocation est :

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

Q est la matrice de transformation reliant les coordonnées des repères des deux cristaux [22;20] :

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

Charitre III

Où R est la matrice orthogonale qui représente la rotation autour d'un axe avec un angle θ . Il est plus pratique d'écrire la matrice de rotation dans un repère initial à 4 dimensions, avec l'axe de rotation parallèle à e_3

La matrice R est donnée par :

$$R = \begin{pmatrix} \cos\theta & -\sin\theta & 0 & 0 \\ \sin\theta & \cos\theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pm 1 \end{pmatrix}$$

Les colonnes de la matrice R sont des vecteurs unitaires à 4 dimensions, qui sont les axes transformés et exprimés dans le repère de coordonnées initial.

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 $u_1u_3+ v_1v_3+ t_1t_3+ \lambda^2 w_1 w_3=0$ 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 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) ,

$$h(\lambda) = \vec{n} \cdot \vec{t}(\lambda) \text{ et } h(\mu) = \vec{n} \cdot \vec{t}(\mu), \text{ dans ce cas } b_z = h(\lambda) - h(\mu).$$

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 $u_1u_3+ v_1v_3+ t_1t_3+ \lambda^2 w_1 w_3=0$ 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 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 $b_z = h(\lambda) - h(\mu)$.

III-4.1 Calcul de la matrice de transformation T dans le cas d'une macle :

La direction perpendiculaire au plan de la macle est $[01\bar{1} \ 2/\lambda]$, avec $\lambda=4.92$. La direction perpendiculaire à la normale au plan du joint et contenue dans ce plan c'est la direction $[01\bar{1}\bar{1}]$. La direction perpendiculaire aux deux directions précédentes est $[2\bar{1}\bar{1}0]$ (Figure III.2). Le vecteur de Burgers est noté $b_{p/q}$, les paramètres p et q sont définis par $h(\lambda)= p.d$ et $h(\mu)= q.d$, 'd' étant la distance interréticulaire des plans $\{10\bar{1} \ 2\}$

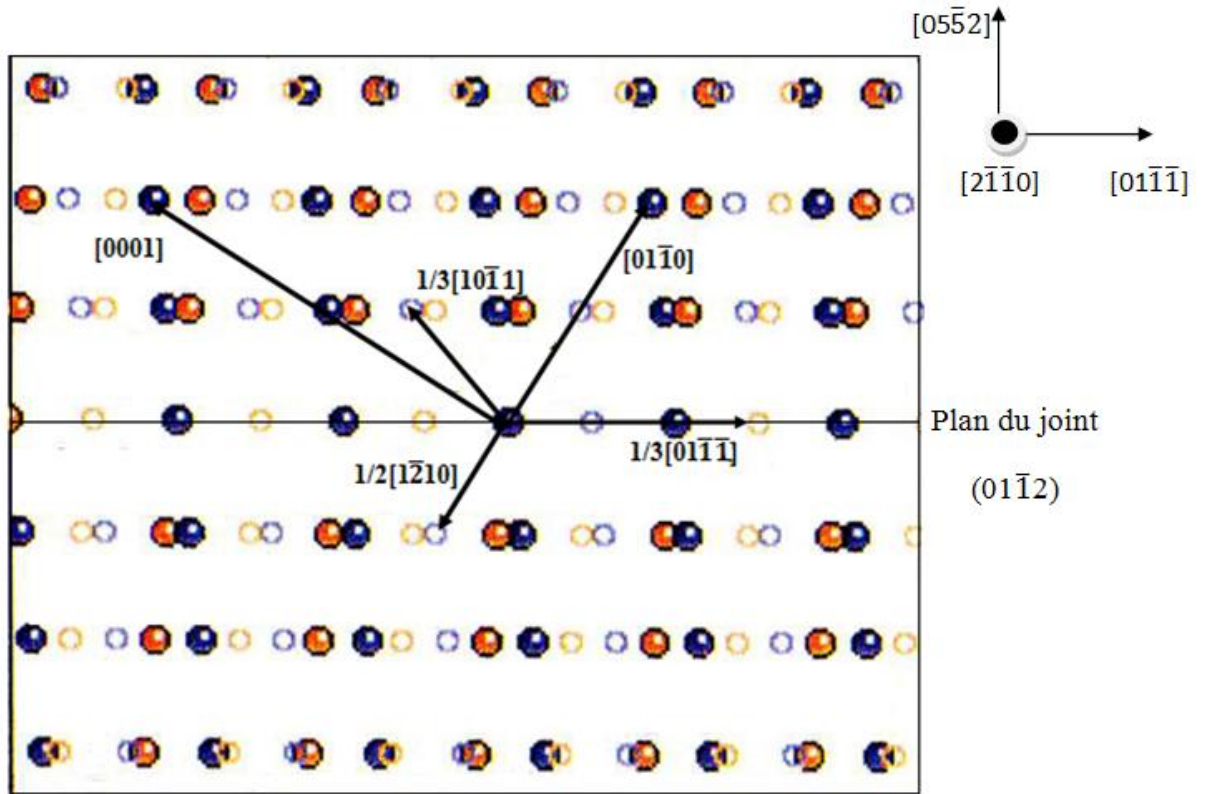


Figure III.5 : Carte bicolore de la macle rhomboédrique, les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ , ceux en orange au cristal μ . Les petits symboles sont à la hauteur $z=1/2$.

Dans ce cas la matrice de rotation R est [20]:

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

Charitre III

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 :

$$Q = \frac{1}{3\Delta(\Delta^2+2)} \begin{pmatrix} -(\Delta^2+2) & 2(\Delta^2+2) & 2(\Delta^2+2) & 0 \\ 2(\Delta^2+2) & 4-\Delta^2 & 2(\Delta^2-1) & -6\Delta \end{pmatrix}$$

Avec $\Delta = (2/3)^{1/2}(c/a)$ et $\Delta^2 = 4.969$

III-5 Caractérisation des disconnections de la macle :

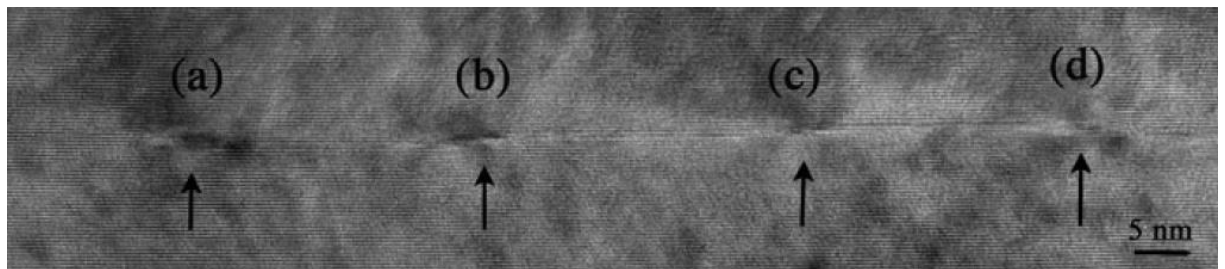


Figure III.6 : Micrographie en microscopie électronique a haute transmission d'un bicristal $\Sigma 7$ dopé au magnésium. Les disconnections 'a' et 'd' possèdent des marches en dessous du joint de grains, 'b' et 'c' en dessus du joint de grains.

III-5.1 Disconnection 'a' :

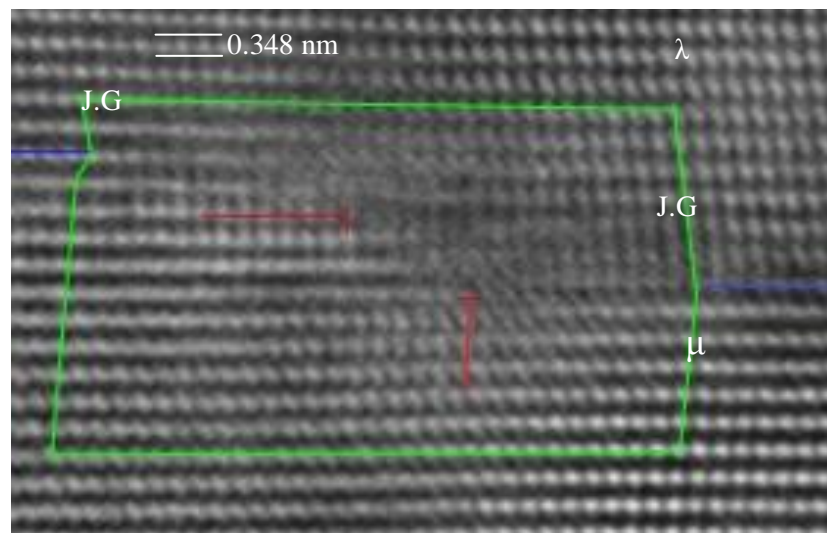


Figure III.7: Micrographie électronique à haute résolution de la disconnection 'a' . Le plan du joint de grains est $(01\bar{1}2)_\lambda$. Le plan $(0\bar{1}14)_\lambda$ est un deuxième plan dense. Les taches blanches correspondent aux sites vacants de la structure. Le sous réseau de l'aluminium est centré sur les sites vacants de la structure. Les taches noires correspondent à deux colonnes d'aluminium et trois colonnes d'oxygène. Le circuit de mapping est tracé en vert autour du défaut.

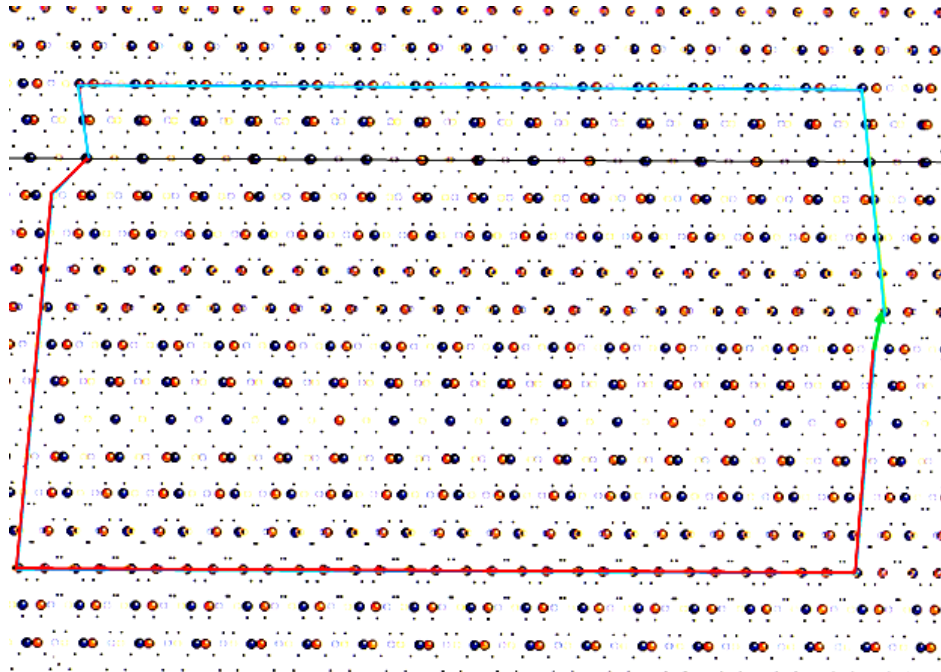


Figure III.8: Carte bicolore (dichromatic pattern) de la macle rhomboédrique autour de la disconnection 'a'. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange pour le cristal μ . Le circuit de mapping est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-3/4}$

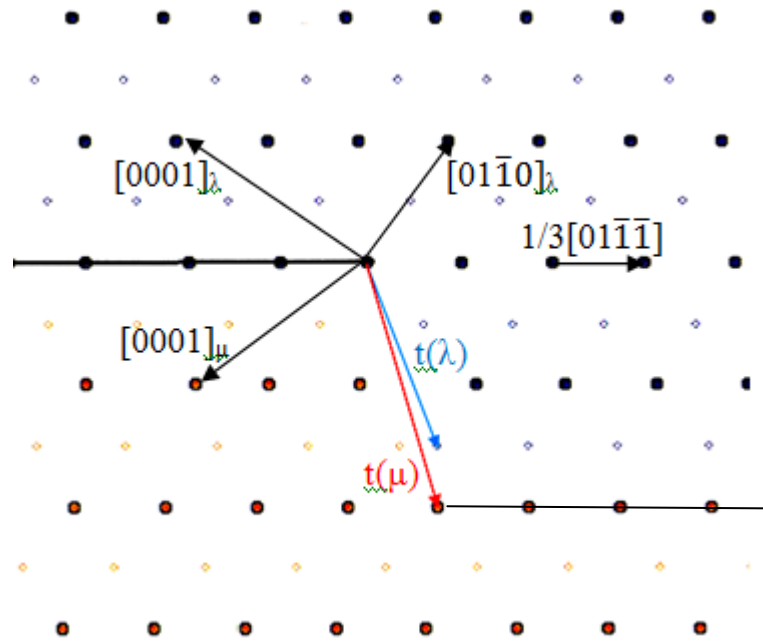


Figure III.9 : Schéma illustrant les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ autour de la marche dans chaque cristal, les symboles en bleu correspondent aux sites de la maille dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ .

Les vecteurs de translation :

$$\vec{t}(\lambda) = 1/2[0\bar{2}2\bar{1}]$$

$$\vec{t}(\mu) = 1/2[03\bar{3}1]$$

Le vecteur de Burgers : $\vec{b}_{-3/-4} = \frac{1}{3(\Delta^2+2)} [\Delta^2+2, 4\Delta^2-16, -5\Delta^2+14, -3\Delta^2+18]$

$$\Delta = (2/3)^{1/2}(c/a)$$

$$\vec{b}_{-3/-4} = [0.33, 0.19, -0.52, 0.15], |\vec{b}_{-3/-4}| = 0.423 \text{ nm}$$

III-5.2 Disconnection 'b' :

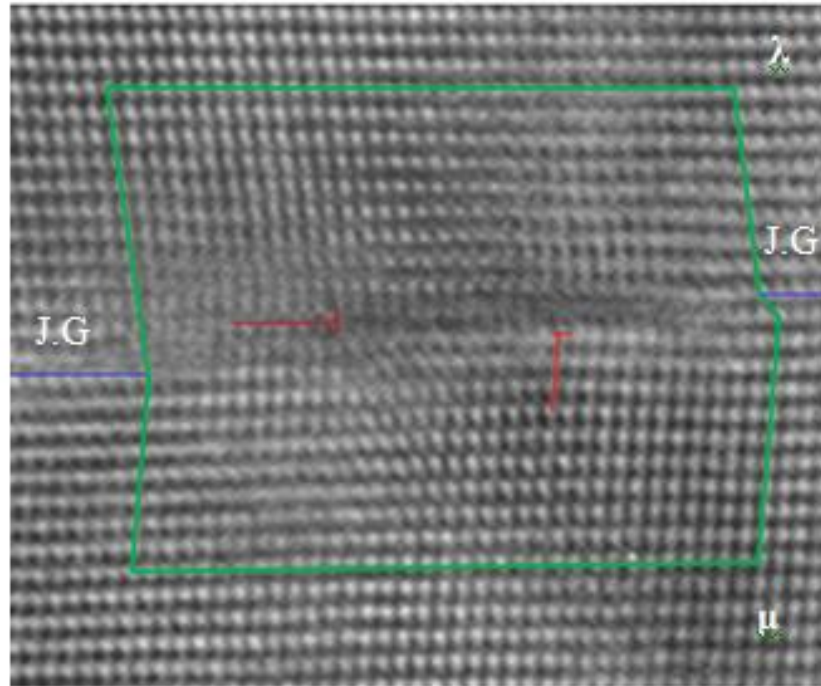


Figure III.10: Micrographie électronique à haute résolution de la disconnection 'b' . Le plan du joint de grains est $(01\bar{1}2)_\lambda$. Le plan $(0\bar{1}14)_\lambda$ est un deuxième plan dense. Les taches blanches correspondent aux sites vacants de la structure. Le sous réseau de l'aluminium est centré sur les sites vacants de la structure. Les taches noires correspondent à deux colonnes d'aluminium et trois colonnes d'oxygène. Le circuit de mapping est tracé en vert autour du défaut.



Figure III.11: Carte bicolore (dichromatic pattern) de la macle rhomboédrique autour de la disconnection 'b'. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange pour le cristal μ . Le circuit de mapping est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-3/4}$

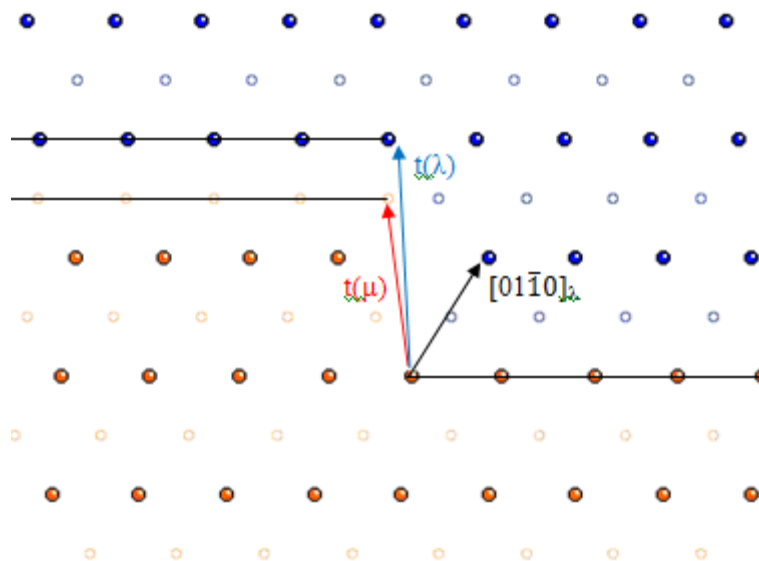


Figure III.12 : Schéma illustrant les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ autour de la marche dans chaque cristal, les symboles en bleu correspondent aux sites de la maille dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ .

III-5.3 Disconnection 'c' :

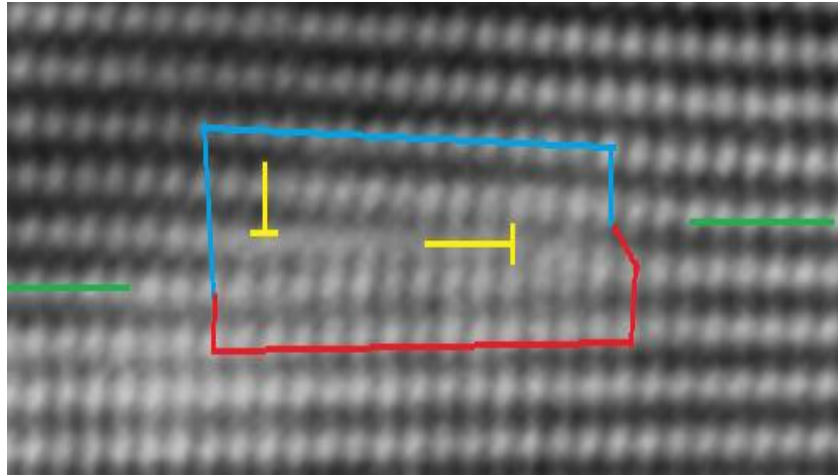


Figure III.13: Micrographie électronique à haute résolution de la disconnection 'c' . Le plan du joint de grains est $(01\bar{1}2)_\lambda$. Le plan $(0\bar{1}14)_\lambda$ est un deuxième plan dense. Les taches blanches correspondent aux sites vacants de la structure. Le sous réseau de l'aluminium est centré sur les sites vacants de la structure. Les taches noires correspondent à deux colonnes d'aluminium et trois colonnes d'oxygène. Le circuit de mapping est tracé en vert autour du défaut.

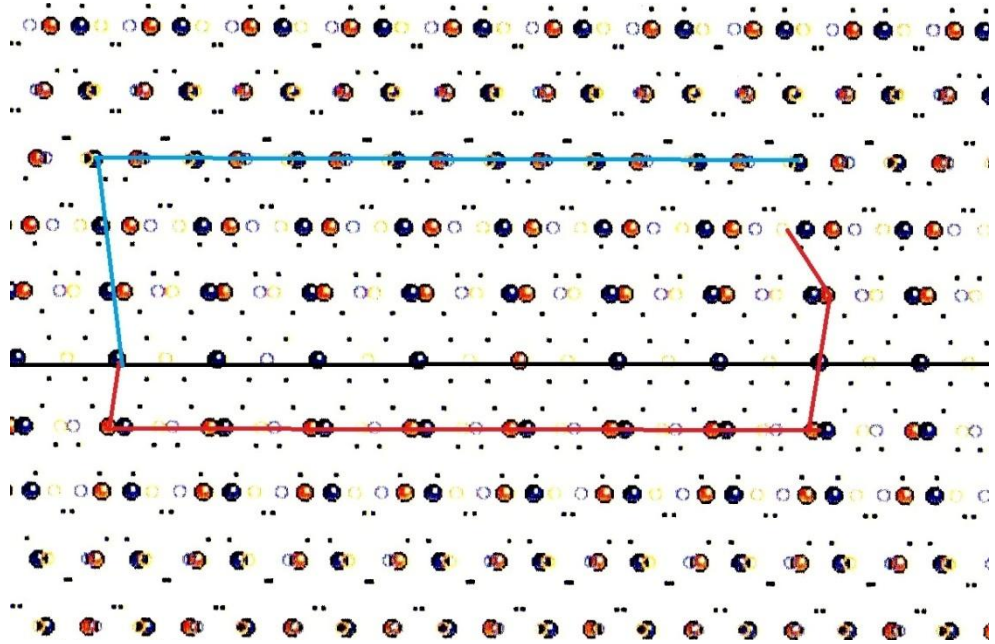


Figure III.14: Carte bicolore (dichromatic pattern) de la maclé rhomboédrique autour de la disconnection 'c'. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange pour le cristal μ . Le circuit de mapping est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-3/4}$

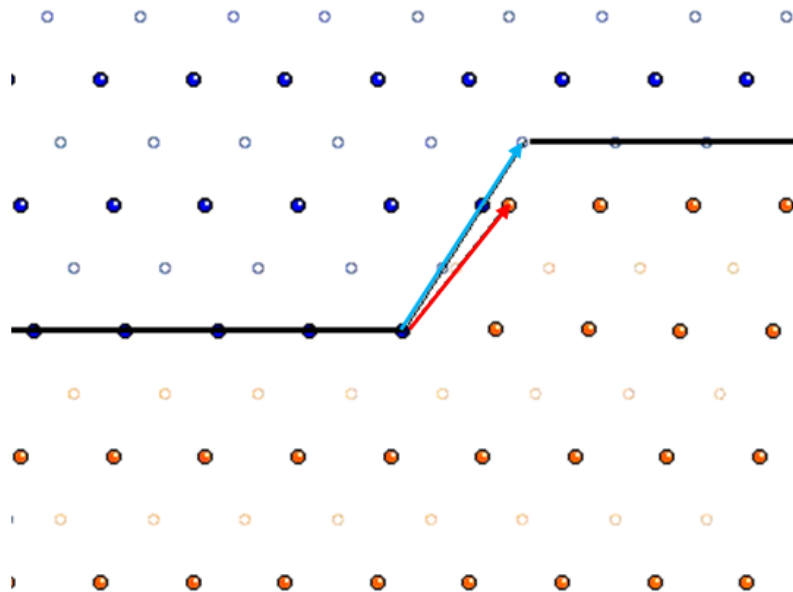


Figure III.15 : Schéma illustrant les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ autour de la marche dans chaque cristal, les symboles en bleu correspondent aux sites de la maille dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ .

III-5.4 Disconnection 'd' :

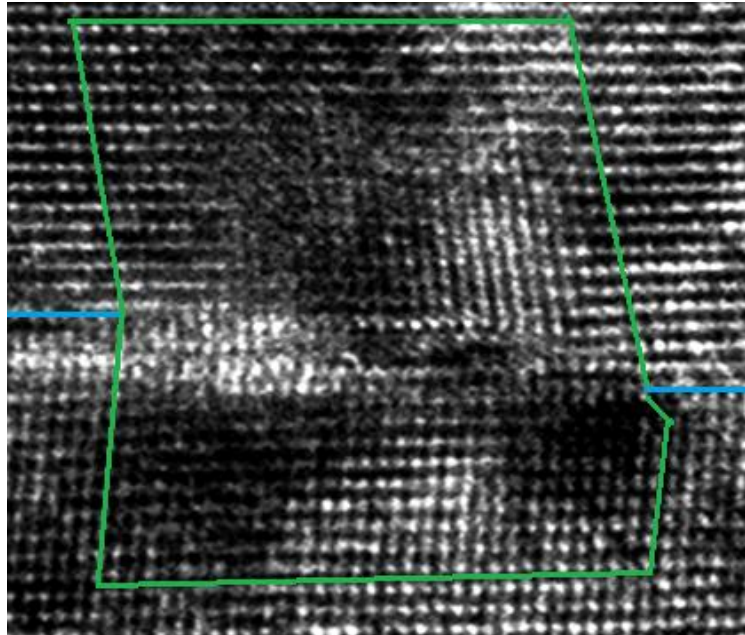


Figure III.16 »: Micrographie électronique à haute résolution de la disconnection 'd' . Le plan du joint de grains est $(01\bar{1}2)_\lambda$. Le plan $(0\bar{1}14)_\lambda$ est un deuxième plan dense. Les taches blanches correspondent aux sites vacants de la structure. Le sous réseau de l'aluminium est centré sur les sites vacants de la structure. Les taches noires correspondent à deux colonnes d'aluminium et trois colonnes d'oxygène. Le circuit de mapping est tracé en vert autour du défaut.

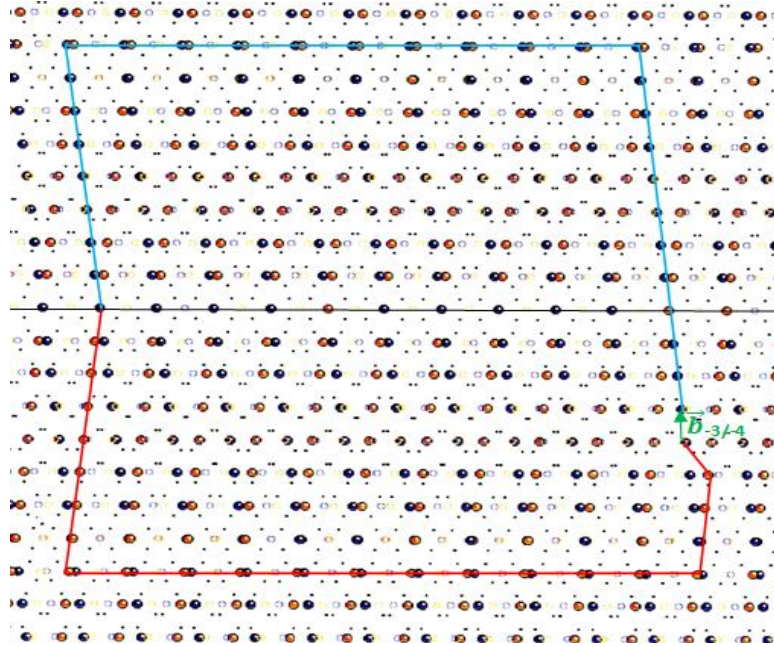


Figure III.17: Carte bicolore (dichromatic pattern) de la macle rhomboédrique autour de la disconnection 'd'. Les symboles correspondent aux nœuds de la matrice. Les cercles en bleu correspondent au cristal λ et en orange pour le cristal μ . Le circuit de mapping est reporté en bleu dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ . Le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{-3/4}$

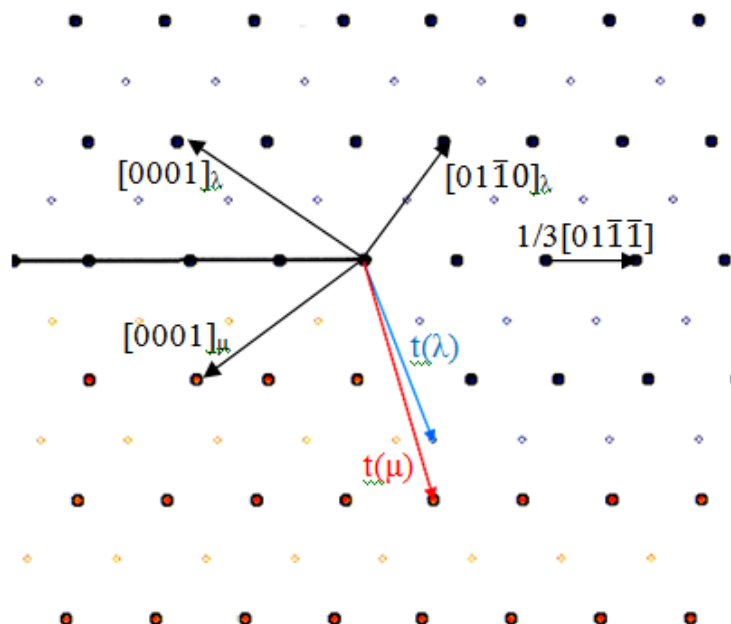


Figure III.18 : Schéma illustrant les vecteurs de translation $\vec{t}(\lambda)$ et $\vec{t}(\mu)$ autour de la marche dans chaque cristal, les symboles en bleu correspondent aux sites de la maille dans le cristal λ , en rouge dans le cristal μ .

III-6 Structure après déformation à l'échelle microscopique :

Suite à la déformation par fluage, des dislocations du au glissement basal sont observées dans les grains des bicristaux dopés (Figure III.19). Leur densité est plus importante dans le grain supérieur dont le facteur de Schmid est le plus faible. Après une déformation de 0.13%, il apparait des dislocations basales isolées, des dipôles, et un ensemble de boucles. On note l'absence d'empilements de dislocations. La densité des dislocations est plus importante au voisinage du joint de grains comparativement aux zones éloignées de l'interface. Le glissement basal est activé dans les deux grains.

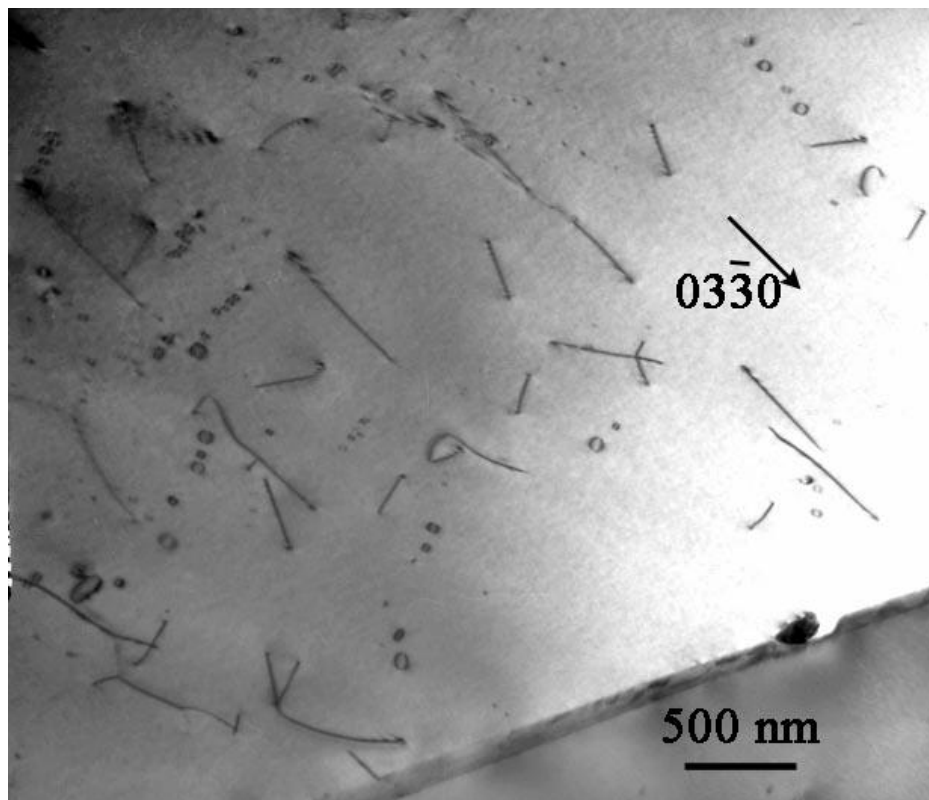


Figure III.19 : Micrographie en champ clair des dislocations basales et des boucles dans le grain supérieur

Charitre III

La micrographie de la meme zone, Figure III.20, obtenue en champ sombre, qui permet d'analyser les dislocations:

La dislocation '1', possède une partie rectiligne avec un contraste symétrique ce qui est caractéristique de $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, et une partie recourbée qui est hors contraste.

Les dislocations 2 et 3 affichent un fort contraste symétrique.

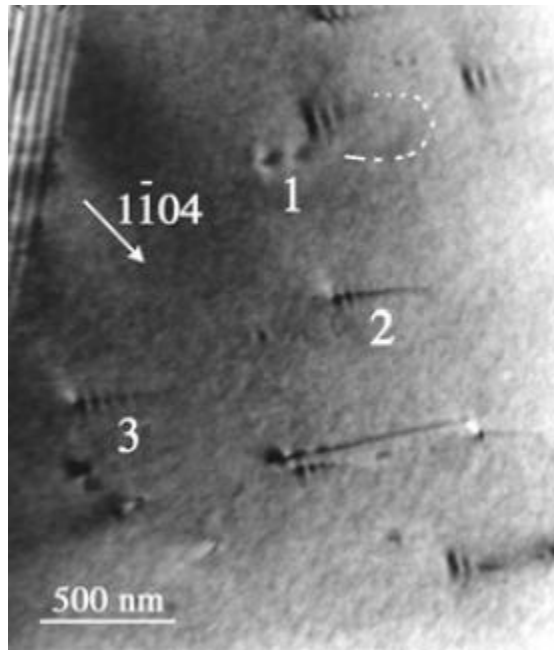


Figure III.20: Micrographie en champ sombre du même bicristal que celui de la Figure III.19

Figure III.21 montre l'interaction entre une dislocation de la matrice et le joint de grains. l'ensemble non périodique des lignes superposées à la trace de l'interface serait constitué de dislocations extrinsèques résultant de l'interaction des dislocations de matrice avec le joint de grains

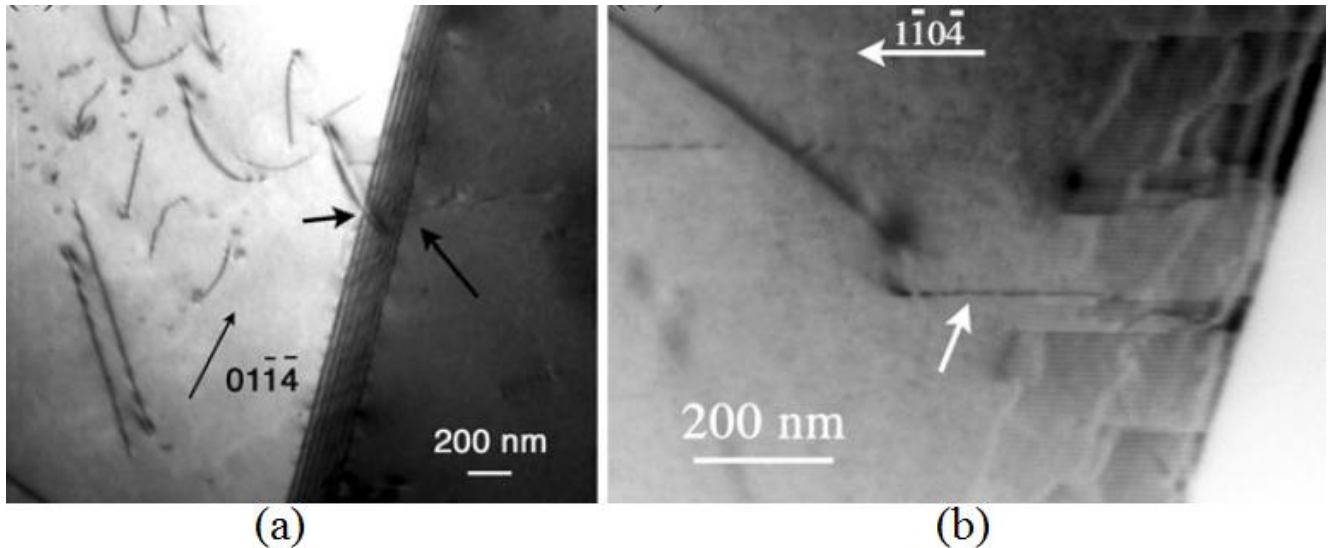


Figure III.21: (a) Micrographie en champ sombre le cristal à gauche contient des dislocations des boucles. Un ensemble de dislocations extrinsèques est visible. (b) Micrographie en champ sombre montrant l'interaction entre une dislocation de la matrice et le joint de grains.

III-7 Effet de la déformation à l'échelle atomique :

III-7.1 Dislocation de matrice :

Dans un bicristal d'alumine dopé au Mg, la micrographie en haute résolution (Figure III.22) montre une dislocation de matrice proche d'un joint de grains. La dislocation n'est pas dissociée, contrairement à ce qui serait attendu pour une dislocation qui glisse dans le plan basal. Une dislocation basale se dissocie par montée contrôlée par diffusion quand le mouvement de glissement est stoppé. Ceci peut s'expliquer soit par la diminution de la diffusivité des cations soit l'augmentation de l'énergie de faute d'empilement

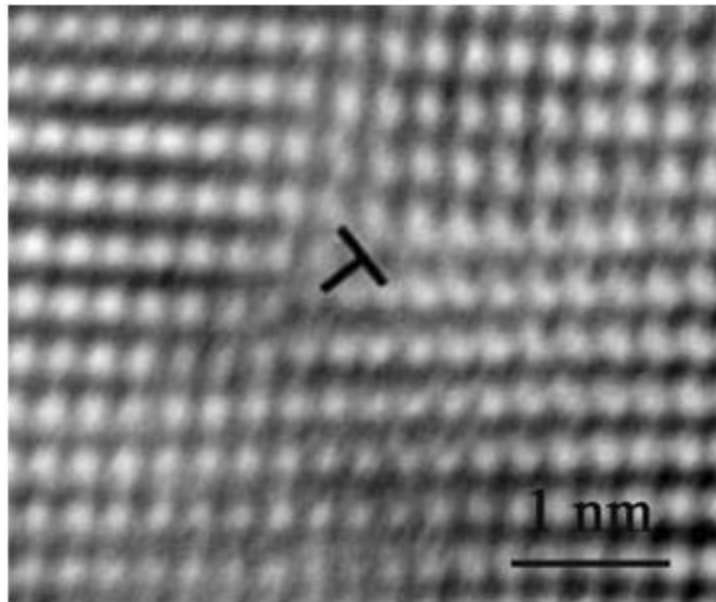


Figure III.22 : Micrographie en haute résolution d'une dislocation de matrice proche d'un joint de grains

III-7.2 Disconnections :

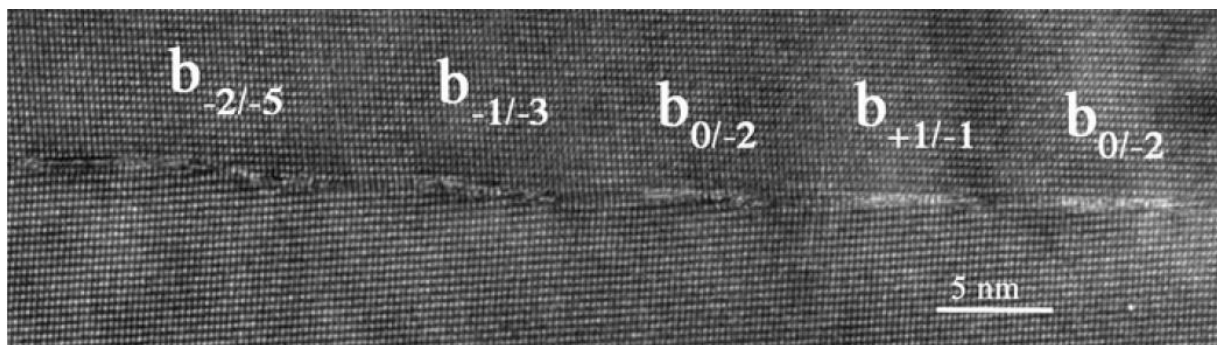


Figure III.23: Micrographie en haute résolution d'un bicristal d'alumine dopé au Mg après déformation. Cinq disconnections sont observées dans le plan de macles appartenant à un ensemble plus important. La majorité des disconnections sont du type $\vec{b}_{+1/-1}$ ou $\vec{b}_{0/-2}$

a- Disconnection $\vec{b}_{0/-2}$

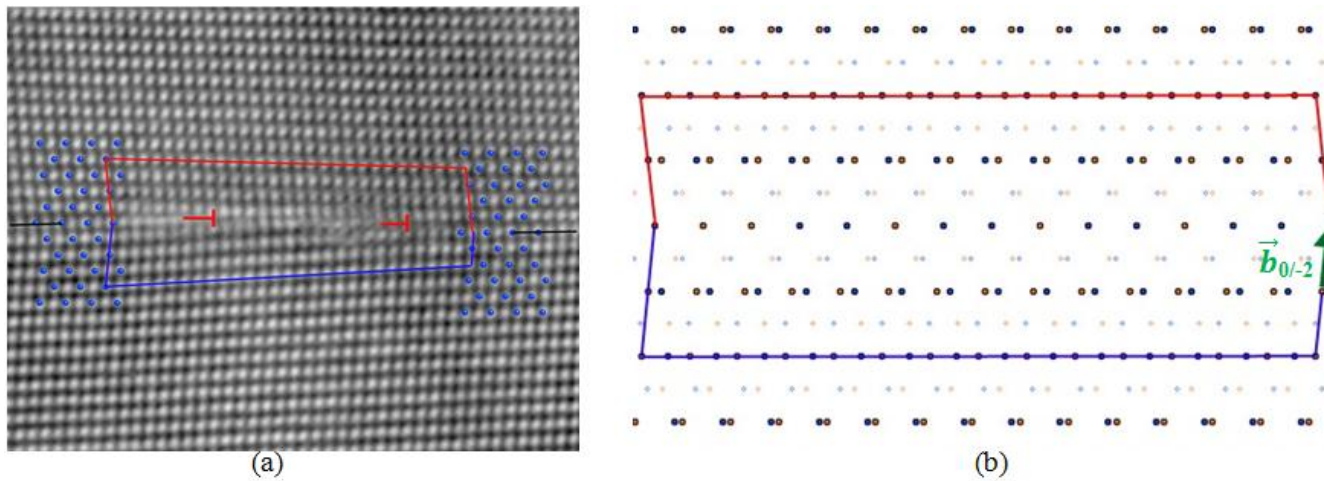


Figure III.24: Disconnection ' $\vec{b}_{-2/0}$ ' dans une macle de bicristal d'alumine dopé Mg et déformé, (a) Micrographie en microscopie électronique à haute résolution, les sites vacants du sous réseau de l'aluminium apparaissent en blanc. (b) Carte bicolore (dichromatic pattern) correspondante, le vecteur de Burgers est $\vec{b}_{0/-2}$,

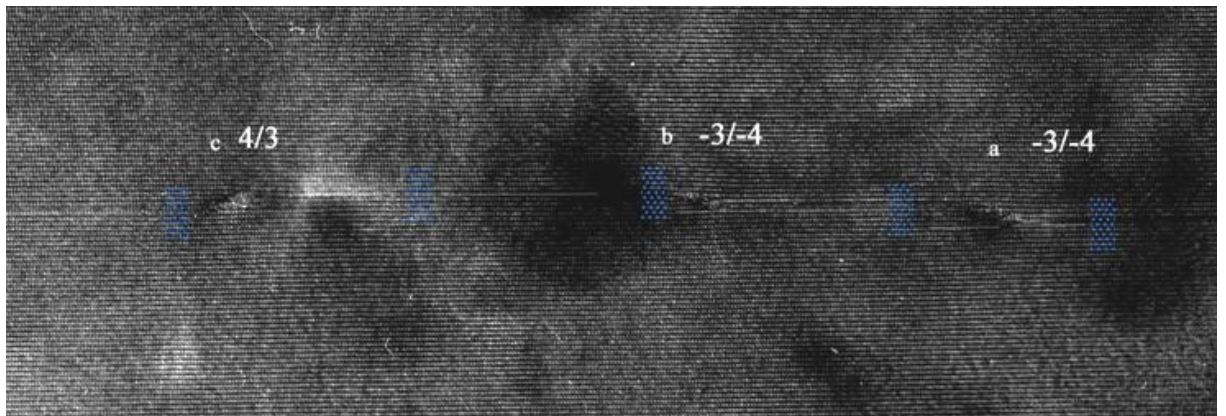


Figure III.25: Micrographie en haute résolution d'un bicristal d'alumine dopé au Y après déformation. Les vecteurs $\vec{b}_{p/q}$ des trois connections sont indiquées.

Les défauts possibles trouvés lors des analyses des micrographies sont indiqués sur la Figure III.26, représentant une carte bicolore d'une macle rhomboédrique de l'alumine.

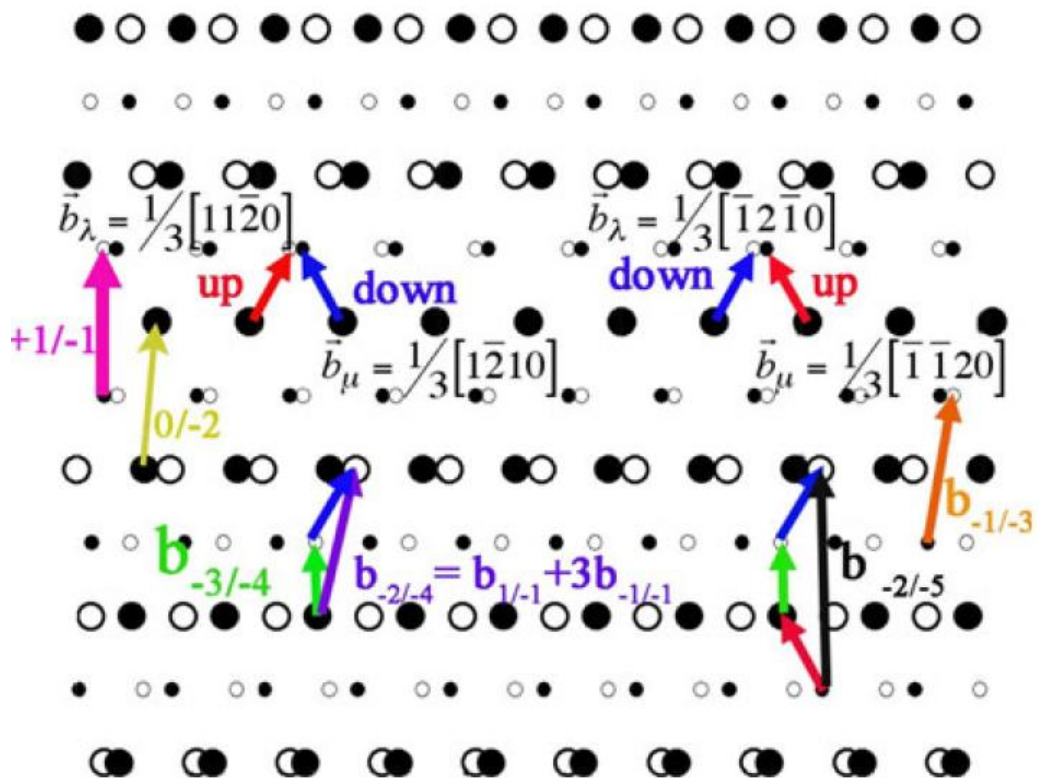


Figure III.26 : Carte bicolore d'une macle rhomboédrique de l'alumine, les vecteurs de Burgers des disconnections possibles sont représentés. Les couples de vecteurs de Burgers des dislocations selon la symétrie du glissement sont rapportés en haut de la carte.

CONCLUSION :

Conclusion

Dans le cadre de la démarche scientifique adoptée pour réaliser ce travail, les interactions entre dislocations et joints et aux processus d'accommodation des dislocations de matrice dissociées ont été étudiées.

Des bicristaux d'alumine avec des joints de grains en orientation de macle rhomboédrique, plan de macle $(01\bar{1}2)$ sont déformés par fluage à 1400°C.

La microscopie électronique à transmission (conventionnelle, haute résolution) a permis d'aborder les différents mécanismes élémentaires d'interaction « dislocations-joints de grains » ; il a été trouvé que :

- Les dislocations basales qui interagissent avec les dislocations intergranulaires intrinsèques induisent une augmentation de la déviation par rapport à la coïncidence d'un angle de 3.6°.
- La structure intergranulaire en termes de dislocations intrinsèques change en passant d'une rangée de paires de dislocations 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 être la conséquence d'une réaction entre les dislocations intergranulaires et les dislocations de matrice entrantes ou de la décomposition, dissociation et réaction, des dislocations de matrice à l'intérieur de la structure intergranulaire. Dans les deux cas les dislocations glissiles s'annihilent du fait la symétrie du bicristal avec le respect des systèmes de glissement de chaque cristal.

REFERENCES :

Références

- [1]- Priester L.,“approche géométrique des joint du grains”,Intérêt et limite,Revu de physique applique,Vol 15(4),789-830,(1980).
- [2]- Priester L.,“les joints de grains de la théorie à l’ingénieur”,parc d’activité de conrtaboef,Bp112,France,Vol 88,(2006).
- [3]- Priester L.,“Grain Boundaries andCrystalline Plasticity ”,John Wiley & Sons,Inc.NJ,USA,(2011).
- [4]- 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).
- [5]- 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, 293-325,378-399,(1939).
- [6]- Sutton, A.P., et Vitek V.,“On the Structure of Tilt Grain Boundaries in Cubic metals. I.Symmetrical Tilt Boundarie”.Philosophical Transaction of the Royal Society of London A,Vol 309,1-36,(1983).
- [7]- 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).
- [8]- Sutton A.P., Balluffi R.W.,“Interfaces in Crystalline Materials”,Oxford University Press,New York,(1995).
- [9]- Hirth J. P., Lonth J.,“Théory of Dislocation”,Ed,N.Y,468,(1982).
- [10]- Daveau G.,“Thèse de doctorat, Ecole centrale”,paris,(2012).
- [11]- Alain A.,“Les Macles dans les Minéraux, J. of Pers. Mineralogist”,Vol 2,101-175,(2004).

Références

[12]- 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).

[13]- Hirth J.P., "Dislocations, Steps and Disconnections at Interfaces", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol 55, 985-989, (1994).

[14]- Epecier T., Thibault J., "Microscopie Electronique à Haute Résolution", *Ecole Thématique : Microscopie des Défauts Cristallins*, S^t pierre d'Oléron, (2001).

[15]- Redon M., "Les alumines et leurs applications", *Aluminium Editions Pechiney/Techno-Nathan*, (1990).

[16]- Kronberg M.L., "Plastic Deformation of single Crystals of Sapphire : Basal Slip and Twinning", *Acta Materialia*, Vol 5, 507-524, (1957).

[17]- Frank F.C., "On Miller-Bravais Indices and Four-Dimensional Vectors", *Acta Crystallographica*, Vol 18, 862-866, (1964).

[18]- Heuer A.H., "Deformation Twinning in Corundum", *Philosophical Magazine*, Vol 13, 379-393, (1966).

[19]- Nishimura H., Mastunaga K., Saito T., Yamamoto T., and 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).

[20]- 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).

[21]- Pond R.C., "In Dislocations in Solids", Edited by Nabarro F.R.N., *Elsevier, Amsterdam*, Vol 8, 1-66, (1989).

[22]- Glebowski 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).

Références

[23]- 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).

Résumé

Résumé

Sachant que l'interaction entre défauts cristallins est à l'origine de la majorité des propriétés, Nous étudions l'interaction entre dislocation et joint de grains des bicristaux d'alumine dopés et non dopés avec deux orientations différentes, ces bicristaux ont subi une déformation par fluage à 1400°C selon des orientations bien définies a fin de déclencher le glissement basal:

L'analyse des défauts de structures des joints de grains c'est faite en microscopie électronique à transmission, pour les bicristaux d'alumine avec un plan l'égerment dévié de la macle rhomboédrique dopée au magnésium ou à l'yttrium. l'analyse révèle que la déviation du joint exacte donnant ainsi une coïncidence approchée, est ajustée ou accommodée par la présence de deux rangés parallèles de petites doubles vecteurs de Burgers, que les dislocations des deux grains entre en interaction avec les dislocations intergranulaire augmentant ainsi l'angle de déviation, donnant une rangé de dislocations de type coin. Les défauts interfaciaux sont interprétés par l'interaction entre les nouvelles dislocations et les dislocations intergranulaire. La décomposition des dislocations en divisions de dislocations intergranulaire est suivie d'une montée et un glissement.

Mots clés : Joint de grains, Dislocations, Alumine, Force Image, Microscopie Electronique.

ملخص

تلعب العيوب البينية مثل الاضطرابات بين الخلايا دورا هاما في تشوه الألومينا. تحليل هذه العيوب أمر حاسم في ضغط آليات التشوه

الهدف من هذا العمل هو حساب الماكن الرومبوندريه الألومينا ، انطلاقا من مصفوفة التحويل القائمة على طريقة فولررا ، ورسم حلقة الخرائط حول العيوب لتحديد سهم التوجيه لبرغر من العيوب . وهناك نظرية (نظرية فرانك) للمستويات وتوجيهات محددة لهيكل الماكن الرومبوندريه.

مكن المجهر الإلكتروني النافذ (التقليدي ، عالي الدقة) من التعامل مع الآليات الأولية المختلفة لتفاعل α -الخلوع-حدود الخلوع α الخلوع القاعدية التي تتفاعل مع الخلوع الداخلية بين الحبيبات تؤدي إلى زيادة الانحراف بالصدفة بزوايا 3.6 يتغير الهيكل الحبيبي من ناحية الخلوع الداخلية مرورا بصف من أزواج الخلع المتوازي مع أسهم توجيهه لبرغر صغيرة و خطوة طويلة إلى صف من الخلوع الزاوية المتوازية مع سهم التوجيه لبرغر كبير وبدون خطوة مصاحبة .

الكلمات المفتاحية: الماكن الرومبوندريه ، الألومينا ، العيوب بين الحبيبات ، نظرية فرانك ، ورسم حلقة الخرائط.