

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :.....

Série :.....

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Semi Conducteurs

THEME

**Etude des transformations microstructurales
dans le silicium**

Par :

M^{lle} Touil Sihem

Soutenu le : 27 / 05 /2012

Devant le jury :

Président : A. Bouabellou *Prof.* Université Mentouri-Constantine

Rapporteur : K. Mirouh *Prof.* Université Mentouri-Constantine

Examineurs : N. Boukheit *Prof.* Université Mentouri-Constantine

B. Boudine *Prof.* Université Mentouri-Constantine

Je tiens à remercier le bon Dieu.

Je dédie ce travail à la mémoire de notre cher père

TOUIL SAID

qui me manque beaucoup à cet instant, c'est grâce à ses précieux conseils, son soutien moral et matériel que j'ai pu arriver jusqu'au bout.

Il est toujours présent dans mes pensées.

Que Dieu le tout puissant l'accueille en son vaste paradis.

A ma mère

adorable symbole d'amour et tendresse pour son soutien moral.

A mes chers frères

Abd Raouf et Med Zinedine qui m'ont aidé

A mes chères sœurs

Manelle et Wafia,

Asma j'aimerai la remercier pour son incroyable gentillesse, son aide et sa patience, ainsi que son époux M. FILALI Abd Halim qui m'a aidé à faire ce travail sans oublier leur petite fille MAYLINA

A mes collègues

Remerciements

*Le travail de ce mémoire de magistère a été réalisé au Laboratoire des Couches Minces et Interfaces (LCMI) – Université Mentouri de Constantine, grâce à l'accueil de son directeur le Professeur **A. Bouabellou***

*J'exprime toute ma gratitude à Monsieur **K. Mirouh**, Professeur à l'université de Constantine, pour l'encadrement, la compétence avec laquelle il a suivi pendant deux années ce travail. Je le remercie du fond du coeur pour sa gentillesse et son grand cœur, Merci pour tout.*

*Monsieur **A. Bouabellou**, Professeur à l'université de Constantine m'a fait l'honneur d'examiner ce travail et de présider le jury de soutenance, je tiens à lui adresser ma considération distinguée.*

*Je remercie également Monsieur **N. Boukheit** Professeur à l'université de Constantine et à Monsieur **B. Boudine** Professeur à l'université de Constantine, d'avoir accepté de faire partie de ce jury.*

*Mes remerciements les plus vifs à Monsieur **A. Karaali**, Professeur à l'université de Constantine pour l'intérêt manifesté à mon travail et l'aide précieuse.*

*Les caractérisations par MEB ont été effectuées au niveau du laboratoire LMDM. Je remercie son directeur le Professeur **O. Khalfallah** de m'avoir permis de les réaliser.*

J'aimerais remercier mes parents pour leur incroyable gentillesse, leur aide et leur patience et leur précieux conseil constant dans mes études parce que tout ça c'est un peu grâce à eux.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de prêt ou de loin à la réalisation de ce travail.



Sommaire

Introduction Générale.....

Chapitre I : Généralités sur l'indentation

I.1 Introduction.....	1
I. 2 L'indentation	1
I.2.1 Principe de l'indentation.....	1
I.2.2. Les essais par indentation (pénétration).....	1
I.2.2.a L'essai Vickers.....	2
I.2.2.a1 Principe d'essai Vickers.....	3
I.2.2.b L'essai Brinell.....	3
I.2.2.c L'essai Rockwell.....	5
I.2.2.d L'essai Knoop.....	6
I.2.2.e L'essai Berkovich.....	6
I.3 La dureté.....	7
I.4 Le développement de fissures	7
I.4.1 Types de fissure	9
I.5 Indentation élastoplastique	10
I.6 Détermination de la ténacité d'un matériau par indentation.....	13

Chapitre II : Transformation de phases induites par indentation

II.1 Introduction.....	15
II.2 Etude des transformations de phase après indentation.....	15
II.2.1 Carbure de silicium (SiC).....	17
II.2.2 α -quartz (SiO ₂).....	18
II.2.3 Diamant.....	19
II.2.4 Germanium (Ge).....	19
II.3 Etude de la transformation de phase dans le silicium	20
II.3.1 L'ordre charge-décharge.....	23
II.3.1.1 Déchargement rapide	24
II.3.1.2 Déchargement lent.....	24
II.3.1.3 Les transformations de phase du silicium chauffé	25
II.4 L'effet de température sur la transformation de phase.....	25

Chapitre III : Techniques expérimentales

III.1 Introduction	29
III.2 Microindentation	29
III.2.1 Mode opératoire.....	29
III.3 Techniques de caractérisation	30
III.3.1 Diffraction des rayons X.....	30
III.3.1.a Principe.....	31
III.3. 1.b Appareillage.....	32
III.3.2 Microscopie optique.....	35
III.3.2.a Principe	35
III.3.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	37
III.3.3.a Principe.....	37

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Caractérisation des échantillons par diffraction des rayons X	40
IV.1.1 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 600 μm	40
a) Charge 5g.....	40
b) Charge 7g.....	41
c) Charge 10g.....	42
d) Charge 12g.....	43
IV.1.2 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 400 μm	45
a) Charge 7g.....	45
b) Charge 10g.....	45
c) Charge 12g.....	47
IV.1.3 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 350 μm	47
a) Charge 7.....	47
b) Charge 10g.....	48
IV.1.4 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 250 μm	49
a) Charge 7g.....	49
b) Charge 10g.....	50
IV.2 Etude de la dureté et de la ténacité	51
IV.2.1 Charge 5 g.....	51

IV.2.2 Charge 10 g.....	55
Conclusion générale	
Références	



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les techniques d'indentation ont été mises au point pendant les deux dernières décennies. ces techniques permet de déterminer divers grandeurs mécaniques, en particulier le module d'indentation, la dureté et la ténacité. Ces propriétés mécaniques traduisent la résistance des matériaux aux déformations élastiques et à la fissuration ainsi la transformation de phase.

Beaucoup d'études se sont axée sur l'élaboration des phases de silicium à haute pression. Ces phases sont d'une très grande importance dans un très grand nombre d'applications, pour développer de nouveaux systèmes micro- et nano-électromécaniques (MEMS et NEMS) ou de nouveaux matériaux (matériaux nanostructurés, ultradurs). Les études menées dans ce sens ont porté, dans leur totalité, sur la microindentation du silicium massif monocristallin.

Pendant l'indentation, des matériaux sont soumis aux contraintes fortement localisées. Le changement complet de la structure cristalline et la formation des phases amorphes ou polymorphes à haute pression peuvent se produire dans la zone des contraintes où il y a un contact maximum. Un tel contact induisant des transformations de phases a été observé dans les matériaux durs et fragiles, incluant les semi-conducteurs (Si, Ge) et les matériaux céramiques tels que SiC et SiO₂ (α -quartz et verre de silice).

Ces contraintes élevées offrent la possibilité de varier les conditions de charge qui peuvent produire de nouvelles phases. Il est connu que dans la région d'indentation, où il y a des contraintes maximum, la structure cristalline primitive peut devenir instable et se transformer en une phase amorphe ou polymorphe à haute pression.

L'intérêt est la compréhension des phénomènes de contact de charge considérable pour étudier la formation des nouvelles phases à haute pression, mais le principal intérêt, dans les sciences des matériaux, est lié directement aux applications concernant les phases induites par les pressions. Les différents états électroniques engendrés par des phases amorphes localisées où les nouvelles phases cristallines dans les isolants et les semi-conducteurs peuvent être exploitées dans des dispositifs électroniques.

De nouvelles phases métastables à haute pression peuvent être formées sous un pénétrateur de dureté. Elles sont dues aux très hautes pressions générées quand une charge modérée (en général 0.1 – 10 N) est appliquée à une surface très faible (typiquement 0.1-100 μm^2).

Les contraintes appliquées causent une transformation du matériau à une phase à haute pression.

Ce travail de magistère, portant sur l'étude des transformations microstructurales dans le silicium massif, comporte quatre chapitres. Dans le premier chapitre, nous décrivons le principe de l'essai d'indentation classique utilisant les formes principales des indenteurs ainsi que quelques propriétés mécaniques dureté, ténacité. Le deuxième chapitre sera consacré à la transformation de phase dans le silicium massif. Les méthodes de caractérisation du silicium massif seront indiquées dans le troisième chapitre. Enfin les résultats expérimentaux et leur interprétation seront exposés dans le quatrième chapitre.

Chapitre 1

Généralités sur l'indentation

I.1 Introduction

Le silicium joue un rôle prépondérant en microélectronique. Durant la dernière décennie, les transformations de phase à haute pression dans le silicium ont fait l'objet d'un très grand nombre de travaux de recherche. Généralement, l'élaboration des phases à haute pression, d'autre structure que celle de diamant, est basée sur l'indentation du silicium monocristallin. Les phases formées, après indentation, sont d'une grande importance dans la fabrication des systèmes nano et micro-électromécaniques (NEMS et MEMS).

I. 2 L'indentation

I.2.1 Principe de l'indentation

La technique d'indentation permet de sonder de faibles volumes de matière et déduire localement la dureté à partir de la courbe caractéristique force - profondeur. Cette technique est relativement sensible aux variations de la microstructure (présence de joints de grains ou de macles, ségrégation), de l'écroutissage du matériau ou de l'orientation cristalline, mais aussi à la présence de gradients de contraintes résiduelles.

Dans des développements plus récents, l'indentation des matériaux avec des pénétrateurs de diamant crée des efforts très élevés sous le pénétrateur, qui peuvent causer les transformations de phase. Les expériences d'indentation pourraient être employées pour étudier des transformations de phase à haute pression. C'est une technique plus simple que les expériences des cellules à haute pression et des appareils de contrôle de dureté qui sont généralement disponibles dans les laboratoires des sciences des matériaux. Elle est utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux comme leur dureté, leur ténacité. Marshall a été le premier à proposer un indenteur pyramidal. Il existe différents essais selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur) : Vickers, Brinell, Rockwell, Knoop, Berkovich.

Parmi ces essais, les essais brinell, Vickers et Rockwell sont utilisés pour exprimer le rapport entre la dureté et la taille d'indentation. Chacune de ces méthodes est divisée en gamme des balances, définie par une combinaison de la charge et de la géométrie appliquées du pénétrateur.

I.2.2. Les essais par indentation (Pénétration) :

Dans cette catégorie d'essais le principe est toujours la même. Un pénétrateur suffisamment dur pour ne pas être déformé par le matériau à tester et de forme géométrique précise, pénètre dans le matériau sous l'action d'une charge constante,

appliquée perpendiculairement à l'indenteur dans des conditions définies. On mesure la dimension de l'empreinte (transversale ou bien la profondeur) et on déduit la dureté. [1-3]

I.2.2.a L'essai Vickers :

Parmi les essais suivants l'essai Vickers est le plus utilisé. Il consiste à imprimer dans le matériau à tester un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136° , sous l'action d'une force connue (Fig. I.1). On mesure la diagonale de l'empreinte carré est laissée par le pénétrateur. [4]

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal est quand on fait varier la charge, on obtient des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. [5]

La force doit être choisie telle que la diagonale d doit être inférieure aux deux tiers de l'épaisseur. [6,7]

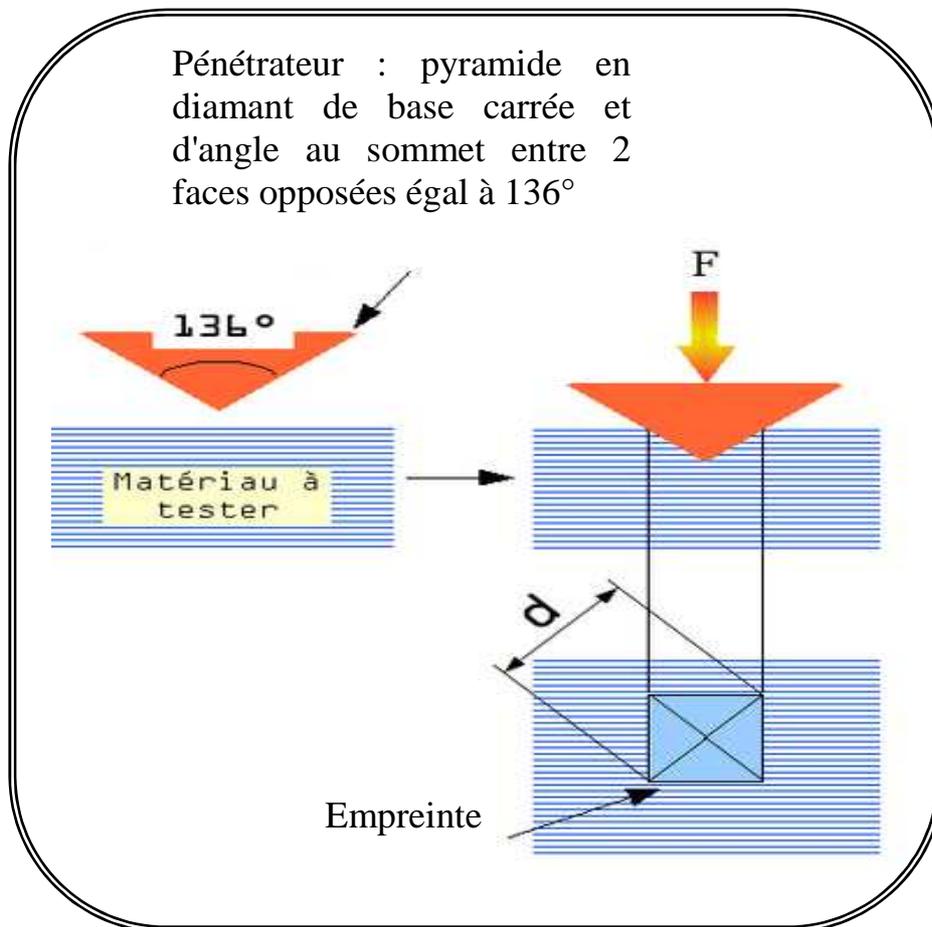


Fig. I.1 : Principe de l'essai Vickers [5]

I.2.2.a1 Principe d'essai Vickers :

La mesure de la dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet égal à 136°. L'empreinte a donc la forme d'un carré; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté.

$$H_V = 0,102 \times \frac{F(N)}{S(mm^2)} \dots\dots\dots (I.1)$$

Où F est la force appliquée par la charge P , donc elle est égale à :

$$F = 9,81 \times P(Kg).$$

et S est la surface latérale de l'empreinte. Elle peut s'exprimer en fonction de la diagonale d du carré de l'empreinte:

$$S = \frac{d^2}{2 \cdot \sin 68^\circ} \dots\dots\dots (I.2)$$

Alors :

$$H_V = 0,1891 \times \frac{F}{d^2} \dots\dots\dots (I.3)$$

$$\Rightarrow H_V = 1,854 \times \frac{P}{d^2} \dots\dots\dots (I.4)$$

Les précautions nécessaires pour réaliser un essai Vickers ;

- * Les empreintes étant petites, alors il faut minimiser les irrégularités de la surface.
- * La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de l'échantillon ou les côtés d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2,5 fois la diagonale.[8]
- * L'épaisseur de l'échantillon doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- * l'échantillon doit reposer sur le support de façon régulière et uniforme.
- * L'état du diamant doit être fréquemment vérifié.

I.2.2.b L'essai Brinell :

Dans l'essai Brinell, on fait pénétrer une bille polie, de forme sphérique et de diamètre D , en acier trempé ou en carbure de tungstène,. Après l'annulation de la charge, elle laisse dans le matériau une empreinte circulaire permanente (Fig. I.2).

L'essai brinell s'explique de la façon suivante :

On applique la charge à la surface et sans choc, la charge appliquée est maintenue pendant 15 à 30 s selon le matériau [9-11], on décharge et on mesure le diamètre de l'empreinte (d).

Des précautions sont également à prendre pour éviter une déformation de l'échantillon :

- La distance du centre de l'empreinte au bord de l'échantillon ne doit pas être inférieure à 2.5 d.
- La distance entre les centres de deux empreintes voisines doit dépasser de quatre fois leur diamètre.

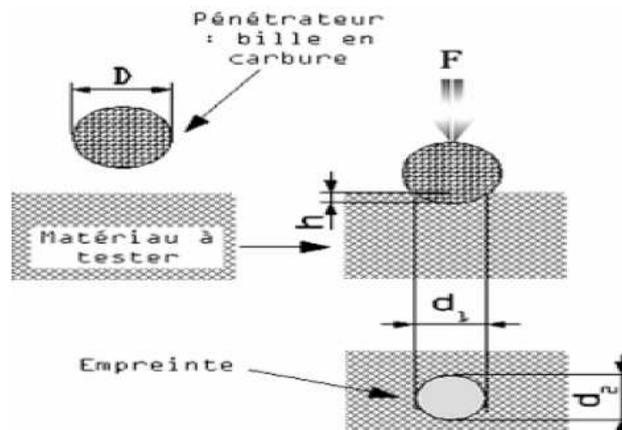


Fig. I.2 : Principe de l'essai brinell [9]

Pour ce cas d'essai d'indentation la dureté est donnée par la relation suivante :

$$H_B = \frac{F}{S}$$

$$H_B = \frac{2P}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad (I.5)$$

F : La force est exprimée en kgf,

d : diamètre de l'empreinte en mm

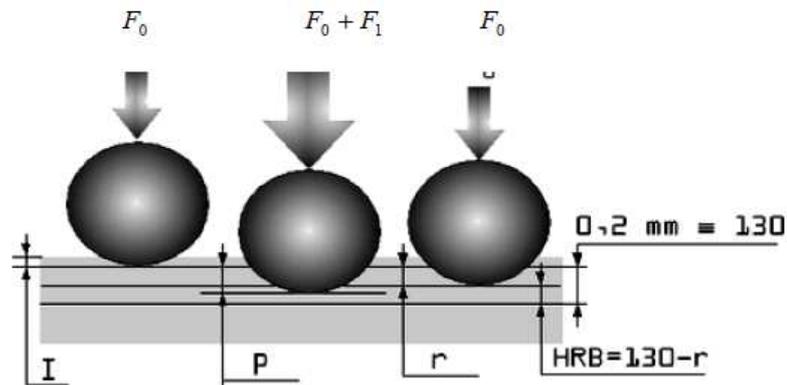
H_B : la dureté Brinell en (kgf /mm²).

L'exécution de l'essai Brinell demande un état de surface bien soigné pour une meilleure mesure.

I.2.2.c L'essai Rockwell :

L'essai Rockwell est utilisé pour mesurer la profondeur de l'empreinte (Fig. I.3). Si l'essai Rockwell est de type C, le pénétrateur est un cône de diamant de section circulaire d'angle au sommet 120° , à pointe arrondie sphérique (rayon de 0,2mm). [12]

Notons si l'essai Rockwell est de type B, Le pénétrateur est une bille d'acier trempé polie de diamètre 1,588 mm.



I : pénétration initiale avant charge additionnelle

P : pénétration avec charge additionnelle

R : pénétration rémanente sans la charge additionnelle

Fig. I.3 : Principe de l'essai Rockwell [12]

L'essai se déroule en trois phases :

- Application sur le pénétrateur d'une charge initiale F_0 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I.
- Application d'une force supplémentaire F_1 , pendant 3 à 8 s, le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de p.
- on supprime la force F_1 , le pénétrateur conique reste enfoncé. [12, 13]

La profondeur rémanente permet de calculer la dureté Rockwell en utilisant la relation suivante :

$$H_R = 100 - r \quad (I.6)$$

r : profondeur rémanente

H_R : dureté de Rockwell

L'avantage de la dureté de Rockwell est le temps d'essai rapide.

I.2.2.d L'essai Knoop :

Dans l'essai Knoop, le pénétrateur est en diamant de forme géométrique pyramidale à base losange, dont les diagonales sont sensiblement dans le rapport de 7 à 1. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de $172^{\circ} 30'$ et l'angle transversal est de 130° (Fig. I.4). L'avantage du pénétrateur Knoop est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière. La dureté Knoop H_K s'exprime par le rapport de la force appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte [14]

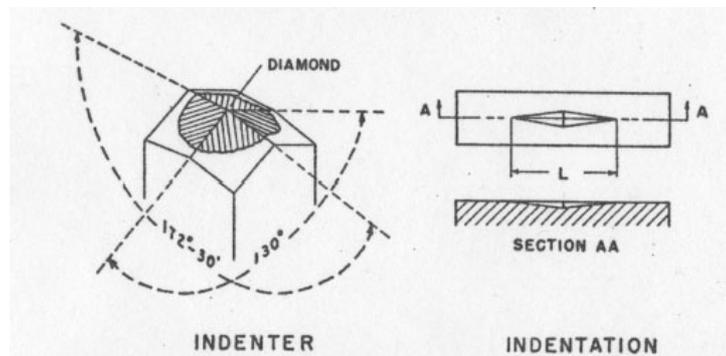


Fig. I.4 : Principe de l'essai Knoop [14]

La dureté Knoop H_K est le rapport de la charge appliquée au pénétrateur, P (kgf) et A la surface projetée (mm^2) :

$$H_K = F/A = 14.228P/L^2 \quad (I.7)$$

Où

P : la charge appliquée (kgf).

L : la diagonale d'indentation en mm.

I.2.2.e L'essai Berkovich :

Le principe est le même que dans l'essai de dureté Vickers [15] .Il consiste à pénétrer dans le matériau testé un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidale à base triangulaire d'angle de 63.3° (Fig. I.5).

L'avantage du pénétrateur Berkovich est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière de la surface de l'échantillon à tester.

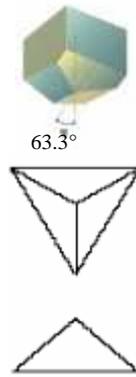


Fig. I.5 : Principe de l'essai Berkovich

La technique d'indentation est utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau telle que la dureté, la ténacité.

I.3 La dureté

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux [16,17]. La dureté est une grandeur anisotrope, variant avec les directions cristallographiques [18,19]. La valeur de la dureté est obtenue par le rapport de la force normale (F) et l'aire déformée (A):

$$H = \frac{F}{A} \quad (I.8)$$

Dans le cas de matériaux cristallins ou polycristallins, la dureté des matériaux est influencée par leur microstructure. [20]

Quand on fait l'indentation, il y a un développement de fissures autour de l'empreinte.

I.4 Le développement de fissures :

La façon dont la fissure s'amorce et se propage sous charge d'indentation Vickers est d'une grande importance pour le calcul de la ténacité. D'après Lawn [21,22], une fissure de type médian se développe selon les étapes suivantes:

(a) Pendant l'application de la charge, une zone de déformation élasto-plastique se développe au-dessous de la pyramide Vickers, ce qui génère une distribution de contraintes. Le champ de contraintes dans l'échantillon est engendré par les efforts dus à l'indentation dans un matériau entièrement élastique, et au champ de contraintes résiduel produit par la zone de déformation plastique.

(b) Lorsque la charge atteint un niveau suffisamment élevé, deux fissures perpendiculaires s'amorcent en commençant par l'endroit le plus profond de la zone de déformation plastique [23,24].

(c) Ces fissures se propagent vers la surface de l'échantillon.

(d) Lors du déchargement, les fissures se referment en dessous de la surface mais simultanément s'ouvrent à la surface puisque les contraintes élastiques sont supprimées. Lorsque le champ de contrainte résiduel devient dominant, vers la fin du cycle d'indentation, elles se propagent un peu plus loin. La fissure finale, entièrement développée après le déchargement, est presque semi-circulaire [25].

Ce processus de formation de fissures est illustré dans la figure (I-6) [26] qui montre une vue des fissures en forme d'étoile et définit la longueur de fissure $2a$ et la longueur de la diagonale $2d$.

Lorsque la fissure se développe seulement aux extrémités de l'empreinte, elle est appelée de type Palmqvist. Quand l'indentation génère une fissure en demi-disque sous l'empreinte, on lui donne le nom Half Penny Crack. On dit aussi qu'elle est de type médiane [27].

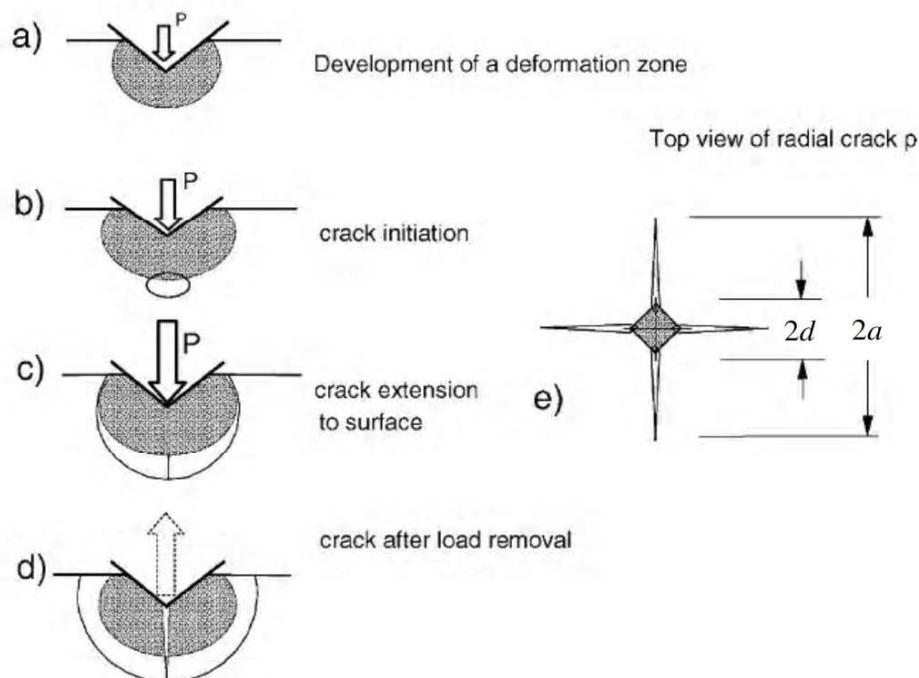


Fig. I.6 : Développement d'une fissure d'indentation Vickers sous une charge croissante P et après le déchargement [26].

I.4.1 Types de fissure

Il existe différents types de fissures lorsque l'indenteur applique sur la surface d'un matériau une force suffisamment élevée. L'indenteur de type Vickers est le cas le plus étudié (Fig. I.7) :

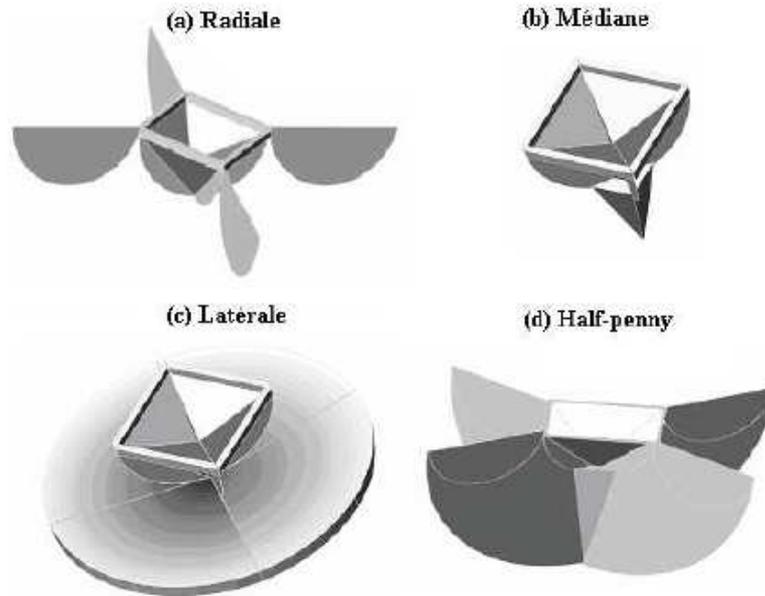


Fig. I.7 : Différents types de fissures [28]

- (a) **Fissures radiales** : elles s'étendent sous forme de demi-disque dans les deux plans perpendiculaires à la surface et passant par les diagonales de l'empreinte.
- (b) **Fissures médianes** : elles débutent de la pointe de l'indenteur et s'étendent en profondeur.
- (c) **Fissures latérales** : elles s'étendent parallèlement à la surface et sont responsables du phénomène d'écaillage.
- (d) **Fissures "Half-penny"** : elles sont issues de la combinaison entre les fissures radiales et médianes.

Les fissures médianes et radiales sont les plus importantes parmi les trois types de fissuration. Elles sont créées par des systèmes de contraintes différents (qui agissent en sens opposé à des moments différents).

La figure I.8, représente les contraintes exercées sur les fissures radiales pour le cas de l'indenteur Vickers. Ces contraintes jouent un rôle très important à l'origine et dans la propagation des fissures radiales.

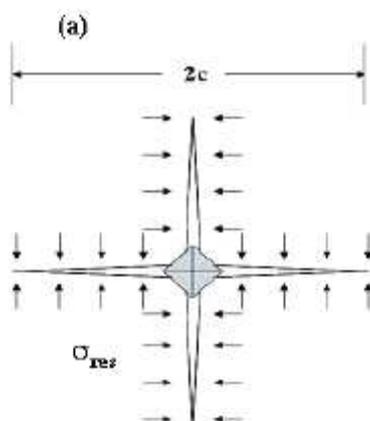


Fig. I.8: Contraintes exercées sur les fissures radiales dans le cas de l'indenteur Vickers [29]

I. 5 Indentation élastoplastique :

Considérons un poinçon rigide en contact d'une force normale extérieure P sur un semi-infini homogène. La relation entre l'enfoncement h et la force exercée est :

$$P = Kh^n \quad (I.9)$$

La constante K et l'exposant n dépendent théoriquement de la forme de l'indenteur et de la loi de comportement du matériau comme le montre le tableau I [29] :

Indenteur	Déformation élastique	Déformation plastique
Poinçon à base plane	$P \propto h$	$P \propto h$
Bille de rayon R	$P \propto h^{1.5}$	$P \propto 2 R h - h^2$
Cône ou pyramide droite	$P \propto h^2$	$P \propto h^2$

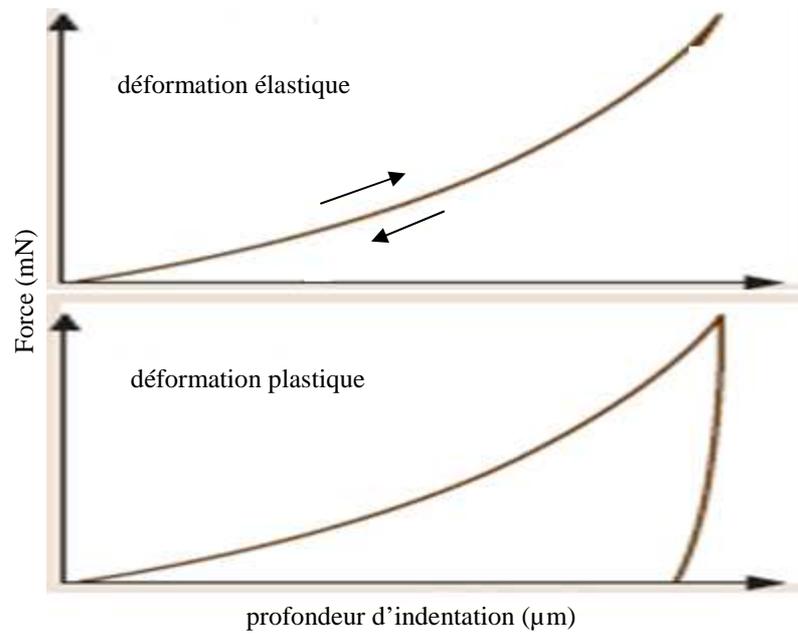


Fig. I.9: Courbe d'indentation dans le cas de déformation élastique et plastique

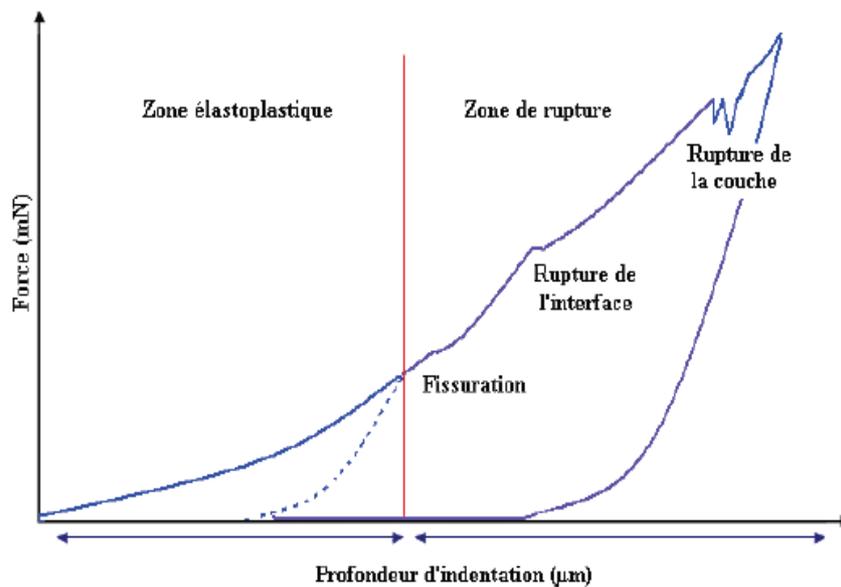
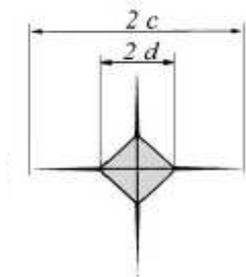


Fig. I.10: Courbe d'indentation obtenue pour de fortes profondeurs d'indentation [29].

- **Zone élastoplastique** : la dureté H_v et le module élastique E peut être déterminés directement à partir de la courbe Force-Profondeur d'indentation en analysant la courbe de décharge (traits en pointilles sur la figure I.10).

- **Zone de rupture** : la ténacité K_{Ic} ainsi que les contraintes résiduelles sont déterminées à partir de la courbe Force-Profondeur d'indentation.

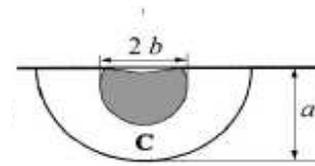
Sur la courbe Force-Profondeur d'indentation, chaque déflexion correspond à un endommagement spécifique [30].



Fissuration



Délamination



Ecaillage

1) Fissuration :

La propagation des fissures radiales aux quatre coins de la pyramide se traduit par un premier changement de pente au début de la zone de rupture [31].

2) Délamination :

Les fissures continuent à se propager latéralement en surface et en profondeur jusqu'à ce qu'elles se rejoignent en formant un contour de disque complet. Cette étape de rupture de l'interface se traduit par un deuxième changement sur la courbe Force-Profondeur d'indentation.

3) Ecaillage :

Lorsque la force appliquée continue d'augmenter, les fissures se gonflent à la surface. C'est la phase d'écaillage, marquée par un dernier changement sur la courbe Force-Profondeur d'indentation [32].

I.6 Détermination de la ténacité d'un matériau par indentation

Par définition la ténacité est la résistance d'un matériau à la propagation de fissure. L'indentation Vickers est l'une des méthodes les plus utilisées pour déterminer la résistance à la fissuration des matériaux fragiles. Le principe de cette méthode est d'appliquer par l'intermédiaire de l'indenteur une charge donnée et de mesurer la longueur des fissures générées aux extrémités de l'empreinte [33]. Le calcul de la ténacité, prenant en compte les deux paramètres la charge et la longueur de fissure, va dépendre de la forme des fissures générées. Cette méthode, nécessitant seulement une surface plane polie et un équipement d'indentation, est simple à mettre en œuvre. Ceci lui a valu un fort développement, qui a inspiré la mise au point des méthodes d'indentation appliquées à la détermination de la ténacité des matériaux [34].

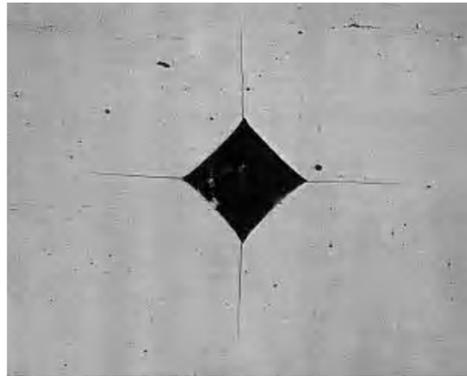


Fig. I.11 : Observation des fissures obtenues par indentation Vickers [34]

L'observation de la surface polie d'un matériau fragile massif sur laquelle est appliquée l'indenteur Vickers montre généralement 4 fissures aux extrémités de l'empreinte qui se propagent selon les axes des diagonales (fig.I.11).

Plusieurs auteurs ont proposé différentes expressions de la ténacité K_c en fonction du type de fissure. Lorsque la fissure est de type Palmqvist, les expressions de la ténacité relient la charge appliquée (P) à la demi-diagonale de l'empreinte (d) et à la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte (l). Quand la fissure est de type médiane, les relations font intervenir la charge appliquée (P) et la longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte (a). Certaines de ces relations prennent aussi en compte les propriétés élasto-plastiques du matériau, c'est à dire le module d'élasticité (E) et la dureté (H). Ponton [35] a recensé plusieurs modèles pour un système de fissuration de type

médiane et 4 modèles pour un système de fissuration de type Palmqvist. Les expressions de la ténacité, différentes du fait de leur origine plus ou moins empirique, sont rassemblées dans le Tableau I-1.

Ténacité Kc (fissure de type médian)	Ténacité Kc (fissure de type Palmqvist)
$0,0101P / da^{1/2}$	$0,0089(E / H)^{2/5} P / dl^{1/2}$
$0,0515P / da^{3/2}$	$0,0122(E / H)^{2/5} P / dl^{1/2}$
$0,079P / d^{3/2} \log(4,5d / a)$	$0,0319P / dl^{1/2}$
$0,0824P / a^{3/2}$	$0,0089(E / H)^{2/3} (d / l)^{1/2} P / (d + l)^{1/2}$
$0,4636P / d^{3/2} (E / H)^{2/5} 10^F *$	
$0,0141P / d^{3/2} (E / H)^{2/5} \log(8,4d / a)$	
$0,0134P / a^{3/2} (E / H)^{1/2}$	
$0,0154P / a^{3/2} (E / H)^{1/2}$	
$0,033P / a^{3/2} (E / H)^{2/5}$	
$0,0363(E / H)^{2/5} P / d^{3/2} (d / a)^{1,56}$	
$0,0095(E / H)^{2/3} P / a^{3/2}$	
$0,022(E / H)^{2/5} P / a^{3/2}$	
$0,035(E / H)^{1/4} P / a^{3/2}$	
* : $F = -1,59 - 0,34B - 2,02B^2 + 11,23B^3 - 24,97B^4 + 16,32B^5$ et $B = \log(a / d)$	

Tableau I.1 : Relations utilisés pour le calcul de la ténacité par indentation Vickers [35].

Chapitre II

Transformations de phase induites par indentation

II.1 Introduction

Depuis longtemps, l'indentation des matériaux avec des pénétrateurs de diamant crée des efforts très élevés sous le pénétrateur, qui peuvent causer les transformations de phase [36-39]. Les chercheurs ont fait des expériences d'indentation pour étudier des transformations de phase à haute pression (HPPT : High Pressure Phase Transformation). Puisque c'est une technique beaucoup plus simple comparée aux expériences en cellules à haute pression. Le phénomène de transformations de phase à haute pression dans le cas des semi-conducteurs a été étudié pendant plus de 50 ans [40,41]. Les mécanismes de la transformation HPPT ont été établis dans la période des années 60 aux années 90 [42-48]. Un intérêt particulier a été porté sur les phénomènes des transformations de phase depuis que Morris et al. [49] ont publié leurs travaux portant sur la formation de nouvelles phases de germanium obtenues après des tests d'indentation.

II.2 Etude des transformations de phase après indentation

Pendant l'indentation, le changement complet de la structure cristalline et la formation des phases amorphes ou polymorphes à haute pression peuvent se produire dans des zones très réduites juste sous l'empreinte où il y a un contact maximum.

Les chercheurs ont classé les influences d'indentation dans le matériau en trois groupes qui sont : la formation de dislocations, la formation de fissures et les transformations d'un matériau (Fig. II.1) [50].

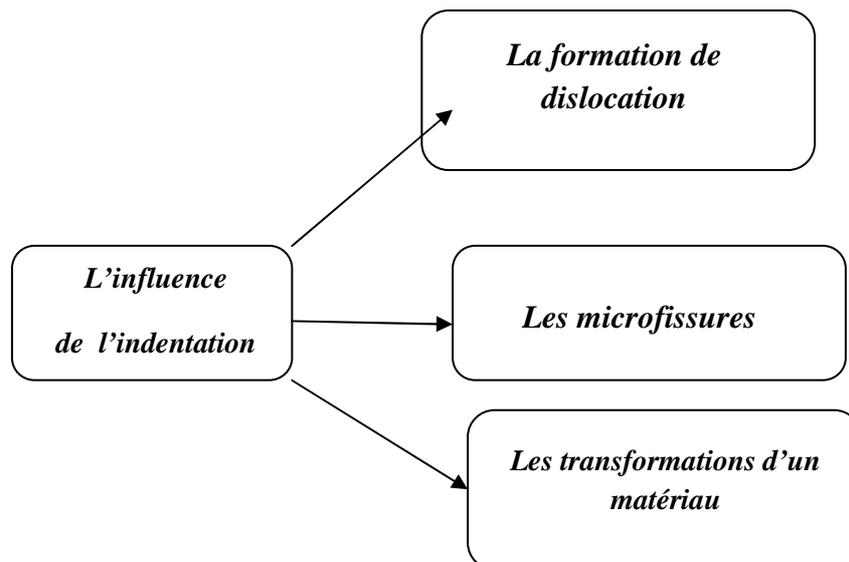


Fig. II.1 : Influence de l'indentation dans le matériau [50]

La figure II.2 résume les effets d'indentation et les transformations de phase. Alors, pendant l'indentation, avec une charge faible les matériaux sont soumis aux contraintes qui causent la déformation par glissement de dislocations (Fig. II.2.a). A la charge moyenne, il y a initiation de la fissure médiane sous la zone de contact là où la concentration des contraintes est maximale. La fissure médiane s'agrandit de façon stable avec l'augmentation de la charge et commence à se refermer mais elle ne guérit pas. La présence du matériau déformé sous la zone de contact induit de fortes contraintes résiduelles de traction qui se superposent aux contraintes appliquées : il y a fissuration latérale et radiale. Les fissures latérales continuent à croître et peuvent provoquer un écaillage (Fig. II.2.b). Quand on augmente la charge d'indentation il y a une transformation dans le matériau (Fig. II.2.c).

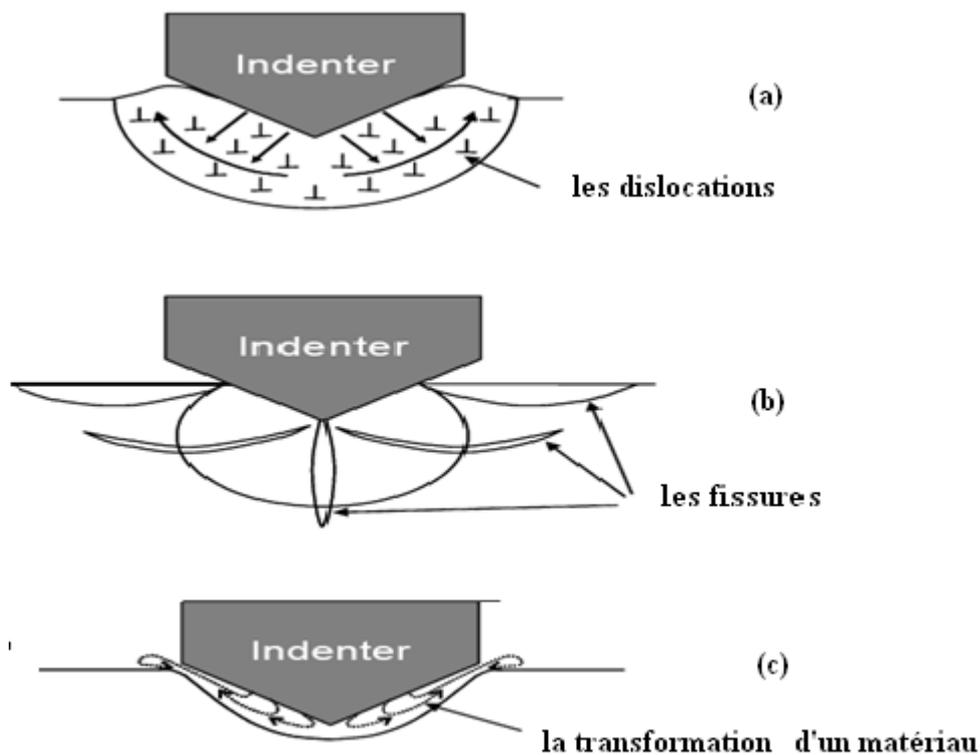


Fig. II.2 : Illustration schématique des effets d'indentation

(a) formation des dislocations

(b) formation des fissures

(c) transformation d'un matériau

La transformation de phase à haute pression d'un matériau est un phénomène superficiel, parce que la haute pression de contact joue un rôle critique, pour caractériser le comportement des semi-conducteurs [51].

Dans la science des matériaux, la phase est définie comme une partie homogène dans le matériau [52]. Un cristal change à une structure nouvelle ou différente c'est-à-dire le changement d'empilement est appelé une transformation de phase. La connaissance des transformations de phase est importante pour étudier les propriétés mécaniques des matériaux. La transformation de phase implique des liquides aux solides, des solides aux solides, etc. Le sujet de transformations de phase en ceci, est limité aux changements de structure de l'état cristallin (semi-conducteur).

Il existe plusieurs techniques de caractérisation pour l'étude des transformations de phase induites par des pressions dans les matériaux durs et fragiles tels que les semi-conducteurs [49,53] qui sont : la microspectroscopie Raman, la microscopie à force atomique (AFM), la microscopie électronique à transmission (MET) et la diffraction des rayons X (DRX).

Pour cela, beaucoup d'études de transformations de phase ont été conduites par la microscopie électronique à transmission (MET) qui est un peu compliquée par la difficulté de la préparation des échantillons, en plus de la possibilité de disparition des phases métastables par l'effet d'augmentation de température due au faisceau d'électrons durant l'observation.

Mais la micro-spectroscopie Raman reste la technique de caractérisation la plus utilisée pour la détermination des phases formées après indentation.

Les transformations de phase touchent pas mal de matériaux tels que les céramiques comme le carbure du silicium, le verre de silice SiO_2 et les semi-conducteurs comme le silicium et le germanium.

Dans la partie suivante, nous allons donner quelques exemples de transformations de phase, révélés par la micro-spectroscopie Raman, après des tests d'indentation de quelques matériaux. Ces résultats incluent la métallisation induite par indentation et les effets d'amorphisation dans les carbures de silicium (SiC) et α -quartz (SiO_2), les transformations de phase dans le cas du diamant, du germanium (Ge) et du silicium (Si).

II.2.1 Carbure de silicium (SiC) :

Les expériences d'indentation sur les cristaux 6H- SiC d'orientation (0001) avec la caractérisation par MET (microscope électronique à transmission), n'ont pas montré l'évidence d'un matériau amorphe dans les zones affectées par le contact avec n'importe quelle condition de charge. Par conséquent tous les aspects des dommages de contact induits

dans 6H- SiC ont été expliqués en termes de plasticité de dislocation et de microfissures. L'analyse micro Raman après l'indentation Vickers du carbure de silicium (SiC) est indiquée dans la figure II.3. Cette figure ne montre aucun signe des phases cristallines métastables. Mais les larges et les faibles bandes Raman de la surface polie d'origine indiquent que le matériau présent dans les régions indentées est amorphe. Les spectres Raman dus à l'indentation sont identiques à ceux du matériau amorphe [54].

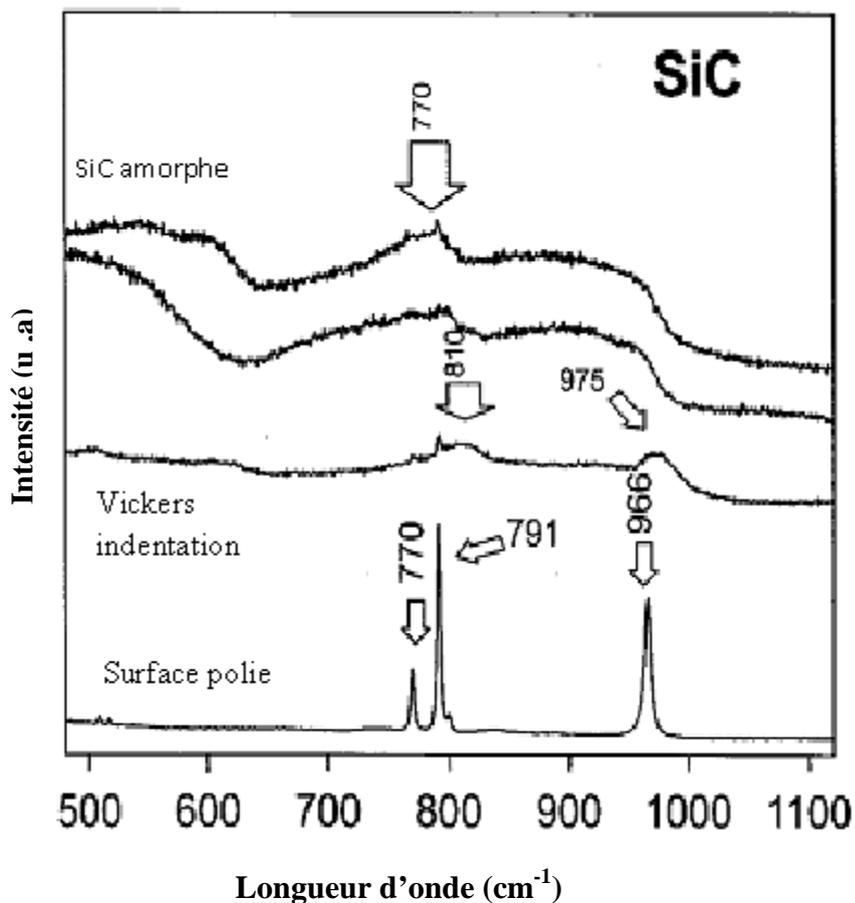


Fig II.3 : Spectre Raman du carbure de silicium (SiC) [54]

II.2.2 α -quartz (SiO_2)

Malgré l'existence de plusieurs polymorphes de silice à haute pression, le α -quartz (SiO_2) est connu pour devenir amorphe aux pressions hydrostatiques d'environ 25 GPa. L'amorphisation est possible, due aux contraintes appliquées par les contacts mécaniques. La densification de SiO_2 est également connue pour se produire en appliquant des pressions élevées sur verre SiO_2 [55]. Ce processus est réalisé par une diminution des angles des

liaisons Si-O-Si dans le réseau du SiO₄ tétraédrique [56].

Ainsi, ce processus est attribué aux contraintes élevées et à une déformation très prononcée de la structure du matériau durant les tests d'indentation. Il est connu qu'une transformation irréversible de la silice fondue se produit sous une pression d'environ 14 -15 GPa, avec cette valeur réduite à 2 - 3 GPa en présence de larges contraintes [57].

Il est important de noter que la densification de SiO₂ à haute pression (3.95 GPa) produit une bande Raman de shift de 470 cm⁻¹ [58], tandis qu'à 9 GPa, la bande Raman était seulement à 450 cm⁻¹. (Fig. II.4)

Grimsditch a montré que les verres ont un changement structural irréversible après compression [59,60].

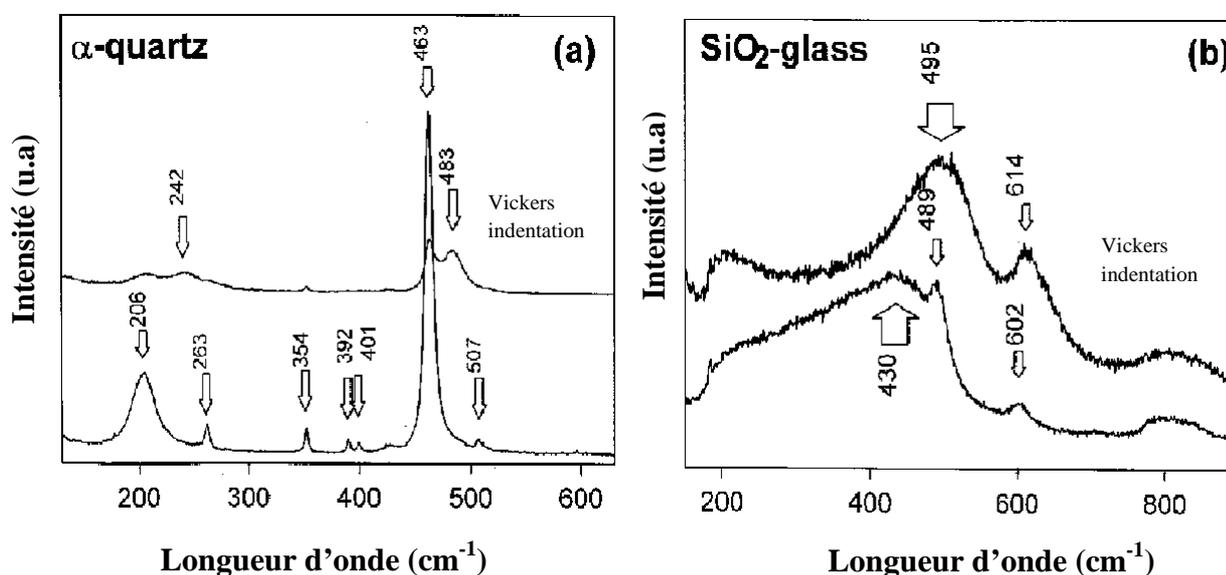


Fig. II.4 : Spectre Raman du α -quartz (SiO_2) après indentation

II.2.3 Diamant

Le diamant supporte des pressions supérieures ou égales à 378 GPa sans aucune transformation. Seulement la rupture sous une pression de 300 GPa entraîne la formation de graphite nanocristallin et une phase donnant une bande Raman à 1491 cm⁻¹ [61].

Des tests d'indentation utilisant de divers pénétrateurs ont été reportés pour le diamant, sans aucune notion concernant la transformation de phase.

II.2.4 Germanium (Ge)

En réalité le germanium subit également une transformation de phase pendant l'essai

d'indentation.

Les transformations de phase à haute pression dans le Ge sont semblables à celles du silicium. Il y a une transformation métallique β -tin à une pression de 10.6 (± 5) GPa, qui peut être réduite à 6.7 GPa en appliquant une pression hydrostatique [62]. Durant la décompression, il y a formation des phases métastables.

La phase métastable Ge-III covalente se forme au dessous de 7.6 GPa et possède une maille tétragonale simple, qui contient 12 atomes (structure st12) (Fig. II.5). La phase Ge-IV, qui se forme, est de structure bc8 similaire à celle de silicium [63]. Cette phase se transforme en une phase hexagonale diamant (Lonsdaleite, Ge-V).

Dans le cas de Ge, les chercheurs n'ont pas encore identifié exactement les bandes Raman pour les trois différentes phases métastables (st12, bc8 ou r8), car les données de la littérature sont très limitées [64].

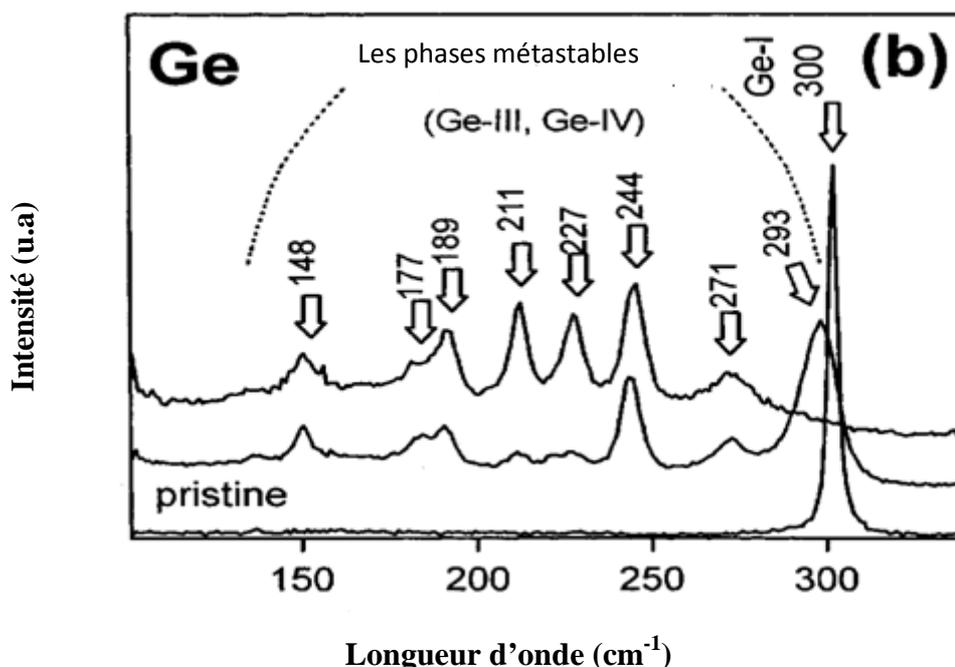
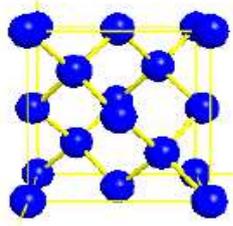


Fig. II.5 : Spectre Raman du Germanium indenté (Ge)

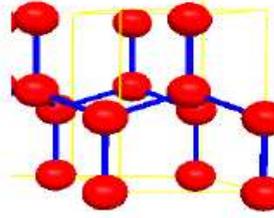
II.3 Etude de la transformation de phase dans le silicium

Pour le silicium, matériau le plus étudié il y a une transition à partir de la structure stable à la structure diamant β -tin (Si-II) de 10 à 13 GPa, qui est la première d'une série de phase métalliques à haute pression (Si-II \rightarrow Si-IX \rightarrow Si-V \rightarrow Si-VI \rightarrow Si-VII \rightarrow Si-X) qui couramment se termine par la structure cfc (Si-X) se formant au-dessus de 79 GPa [65]. La formation de la phase β -tin dépend des conditions des pressions. La pression des transformations peut être réduite à 8 GPa en appliquant des contraintes non hydrostatiques

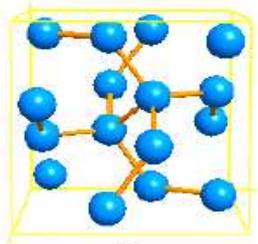
[66]. La réduction de volume durant cette transformation est de 21% [67]. La figure II.6, montre les différentes structures des nouvelles phases de silicium indenté.



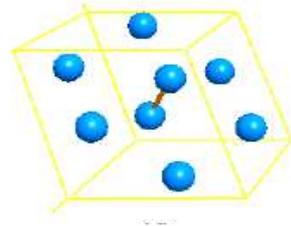
(a) Cubique diamant Si-I



(b) Hexagonal diamant Si-IV



(c) Cubique centré Si-III



(d) Rhomboédrique Si-XII

Fig. II.6 : Différentes structures de silicium:

- (a) Cubique diamant Si-I; (b) Hexagonal diamant Si-IV;
 (c) Cubique centré Si-III et (d) Rhomboédrique Si-XII [66]

Nous notons que la pression est une variable externe la plus importante qui a une grande influence sur le matériau. Donc on peut mentionner que la transformation de phase se réfère au changement de structure cristalline des semi conducteurs dans l'interface de contact du matériau en raison d'une pression extérieurement appliquée ($> 6\text{GPa}$) [68]. Par exemple pour le silicium la pression qui est appliquée pour inciter de telles transformations de phase est d'environ 10 à 30 GPa [69].

En plus, les valeurs de dureté de Si et de Ge (respectivement 10 – 12 GPa et 6 – 8 GPa, dépendant de la charge d'indentation) [50] sont proches de celles de la pression de métallisation, alors il n'est pas surprenant que les mêmes phases métalliques connues pour les expériences de haute pression se forment aussi durant l'indentation. Ceci a été confirmé par Gridneva et al [66].

Le tableau suivant (Tableau. II.1) présente les différentes phases du silicium avec ses

structures et la pression de chaque phase.

Designation	Système (group)	Pression de la région (GPa)	Paramètre de Réseau(Å)
Si-I	Cubique Diamant	0-12.5	a=5.42
Si-II	Tétraгонаle	8.8-16	a=4.69 c=2.25
Si-III	Cubique centré	2.1-0	a=6.64
Si-IV	Hexagonal	--	a=3.8 c=6.629
Si-XII	Rhomboédrique	12-2.0	$\gamma=110.0$

Tableau. II. 1 : Différentes phases de silicium et leur structure [66]

La caractérisation du silicium indenté, par la microscopie électronique à transmission, a montré la présence de silicium amorphe (a-Si) et la structure cubique centrée avec huit atomes par maille (bc8, Si-III) de même que la phase rhomboédrique (r8, Si-XII). La spectroscopie micro-Raman confirme ces observations (Fig. II.7) [64].

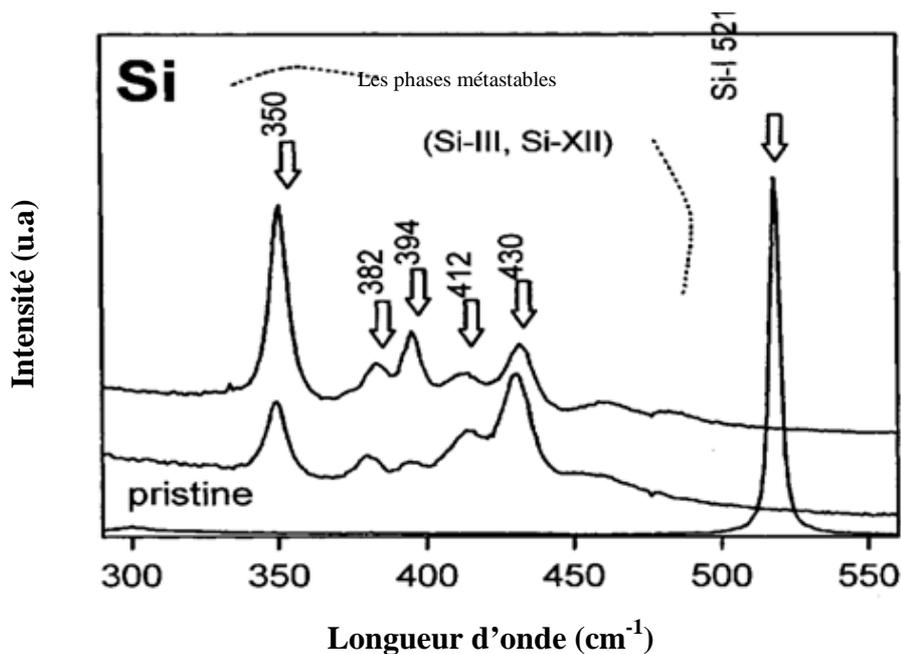


Fig. II.7 : Spectre Raman du silicium indenté [64]

II.3.1 L'ordre charge-décharge

En 2004 Zhang a montré que la microstructure change dans le silicium monocristallin dans les différentes conditions de charge d'indentation, compression hydrostatique. Il a présenté les diverses transformations de phase du silicium dans différentes conditions de la charge et du déchargement comme le montre la figure II.8 [70].

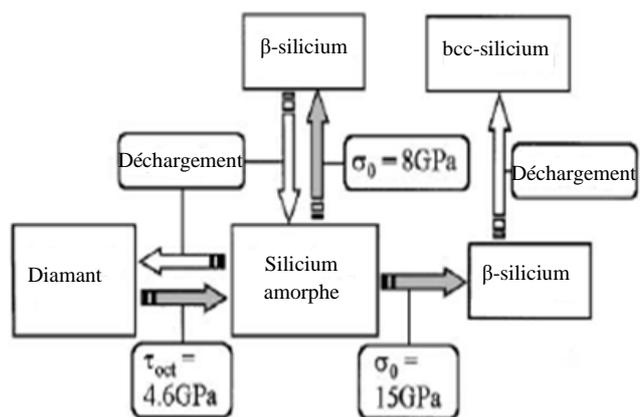


Fig. II.8 : Transformations de phase du silicium indenté [70]

Il a été suggéré que l'ordre pendant le chargement et le déchargement est :

Charge croissante →

Silicium cubique diamant → β - Sn de silicium

← **Charge décroissante**

Si-III et Si-XII ← β - Sn de silicium

D'autres groupes [71,72] suggèrent que l'ordre ci-dessus est seulement valide pour une indentation peu profonde qui ne présente pas un déchargement. Pour les grandes indentations, ils suggèrent l'ordre suivant :

Charge croissante →

Silicium cubique diamant → β - Sn de silicium

← **Charge décroissante**

α - Si ← Si-III et r8 Si-XII ← β - Sn de silicium

Mann et al [71] suggèrent que le déchargement est dû à la formation du silicium amorphe, tandis que Gogotsi et al [73] stipulent que β - Sn de silicium se transformée en Si-III et Si-XII.

Il existe 2 types de déchargement :

II.3.1.1 Déchargement rapide

Quand il y a une grande indentation on a le déchargement rapide. Elle forme la phase amorphe du silicium a-Si [74]. Les deux phases tétraogonales (Si-VIII, Si-XI) sont encore inconnues et se forment durant le déchargement rapide.

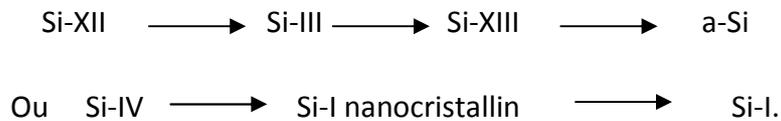
II.3.1.2 Déchargement lent

Le déchargement lent est le contraire du déchargement rapide c'est-à-dire, le déchargement lent entraîne la formation des phases polymorphes de silicium Si-XII, Si-III.

Durant le déchargement de la phase métallique, la phase Si-III se forme par l'intermédiaire d'une phase (Si-XII), qui a une structure r8 rhomboédrique. On peut remarquer que la dureté du silicium dépend du type de déchargement. Si la dureté du silicium est haute, on a le déchargement rapide, par contre si elle est basse, on a le déchargement lent.

II.3.1.3 Les transformations de phase du silicium chauffé

L'ordre de transformations de phase pendant le chauffage a été établi comme suit :



Nous avons résumé le cycle de transformations de phase du silicium induites par indentation par la figure II.9.

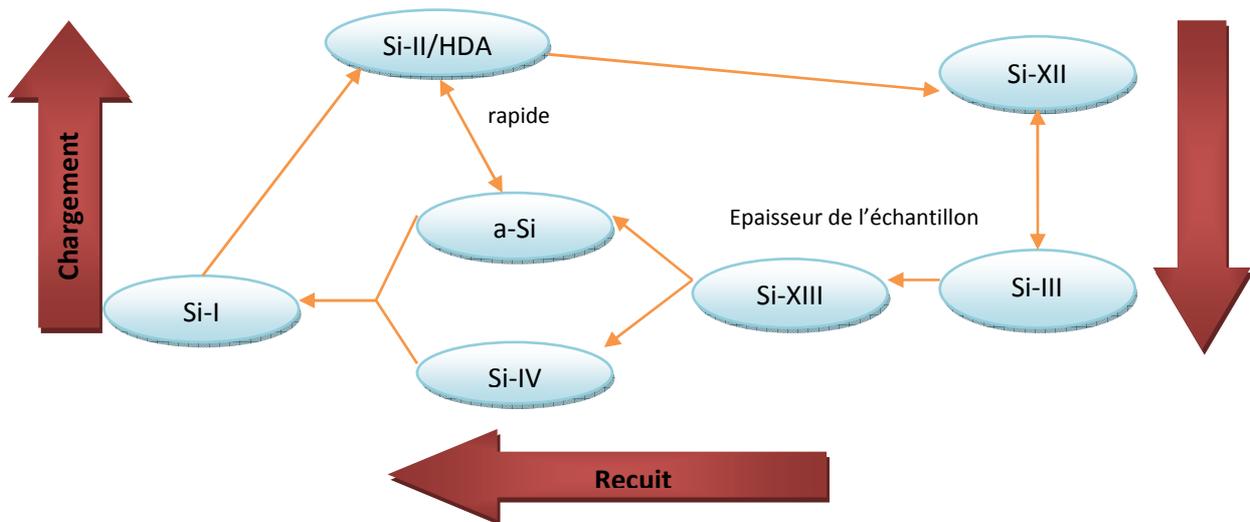


Fig. II.9: Cycle de transformations de phase du silicium sous indentation [73]

Il commence et se termine toujours par la phase Si-I de structure cubique diamant. Cette dernière est la seule phase considérée stable du point de vue thermodynamique à température ambiante [73].

Les phases supposées intermédiaires entre les phases métastables (Si-III/Si-XII) et la phase mère Si-I, sont probablement : Si-XIII, Si-IV et le silicium amorphe [73].

II.4 L'effet de température sur la transformation de phase

La température est une variable externe qui a une grande influence sur le matériau, donc elle joue un rôle important dans l'évolution des phases formées après des tests d'indentation. Ceci est montré par la figure II.10 [74] où nous pouvons voir l'évolution des phases en fonction de l'augmentation de la température du recuit thermique.

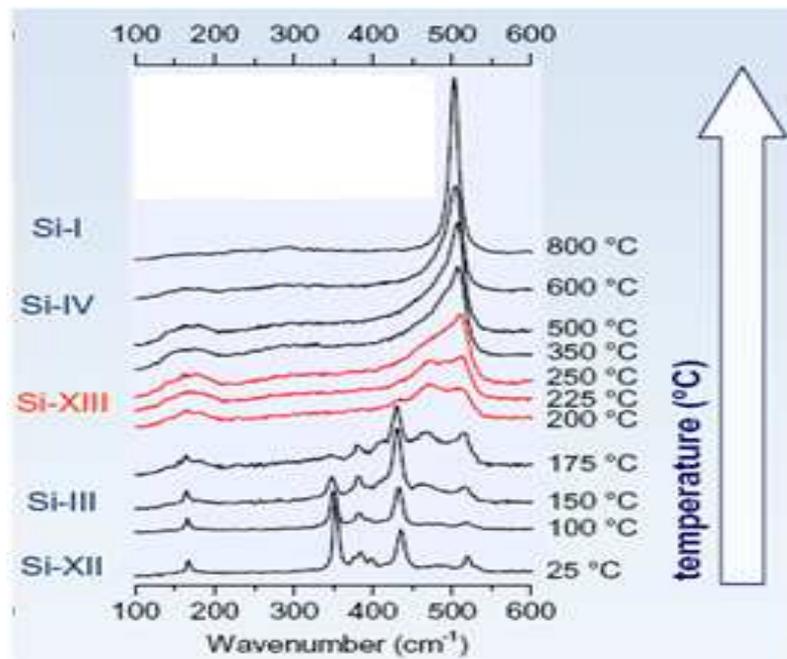


Fig. II.10: Spectroscopie Raman montrant l'effet de la température sur les phases formées du silicium [74]

Une étude portant sur la stabilité des nouvelles phases de silicium a montré que ce phénomène est thermo-sensible (Fig. II.11) [75]. Ceci a été montré par des études in-situ des échantillons chauffés au cours de leur indentation.

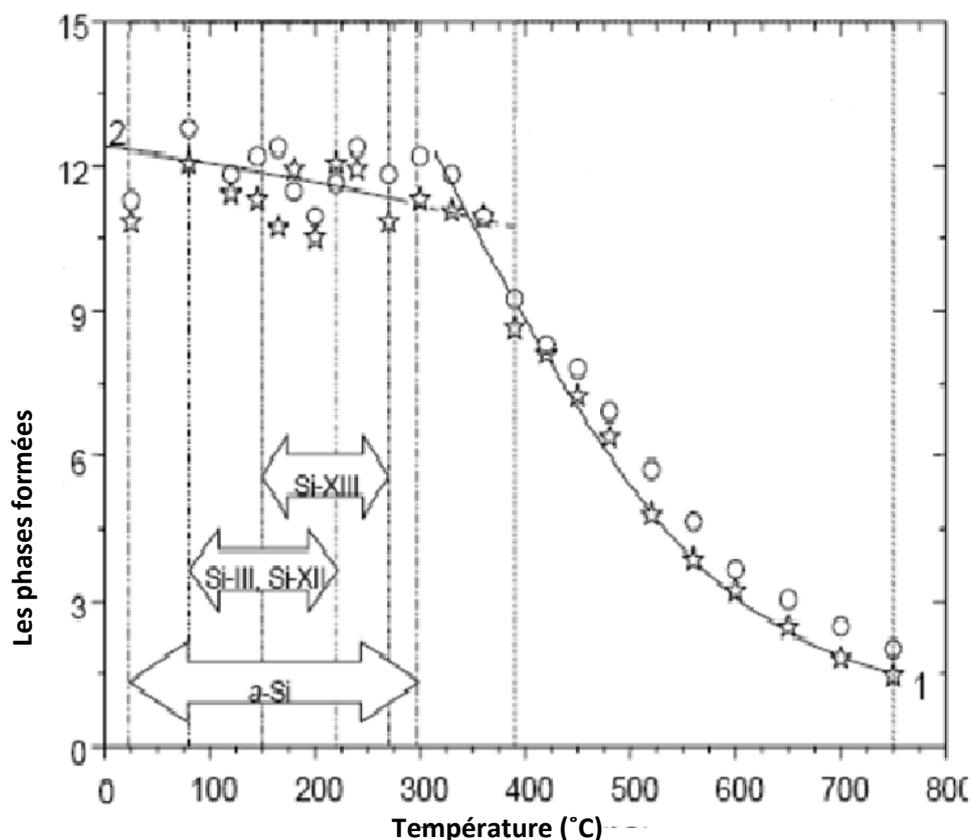


Fig. II.11 : Effet de la température sur les transformations de phase du silicium indenté [75].

D'après cette figure, nous pouvons constater des températures assez basses (inférieures à 300 °C) peuvent entraîner l'apparition ou la disparition de phases de silicium de structure autre que la structure cubique diamant. Pour des traitements thermiques à des températures assez élevées, toutes les phases métastables disparaissent laissant place à la phase Si-I Crain et al [76]. Cette dernière est la seule phase considérée stable du point de vue thermodynamique.

Nous notons que les deux phases Si- XII et Si-III sont métastables même à la température ambiante [77]. La formation de Si-IV se produit pour des recuits thermiques à des températures plus ou moins élevées. Une augmentation de la température engendre la formation de la phase Si-I [78].

La majorité des travaux, portant sur la stabilité thermique des phases de silicium formées après indentation, ont montré la séquence de transformations de phases suivante :



Néanmoins, nous pouvons dire que l'étude de la stabilité de ces phases reste un peu complexe. A titre d'exemple, la phase Si-IV a été observée après fusion et solidification du silicium amorphe en couches minces.

Chapitre III

Techniques expérimentales

III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail, concernant l'indentation du silicium et la caractérisation des échantillons indentés. Pour mener à bien l'investigation de nos échantillons, nous avons choisi les techniques de caractérisation suivantes :

- La diffraction des Rayons X : utilisée pour l'étude des propriétés structurales
- La microscopie optique, microscope électronique à balayage pour observer la morphologie du silicium et déterminer l'état de surface des échantillons et les phénomènes engendrés par l'indentation tels que les fissures et l'écaillage.

III.2 Microindentation

Les essais de microindentation Vickers ont été effectués sur le silicium à l'aide du microduromètre de type Leitz–Wetzlar Mini-Load 2 (Fig. III.1).

Le microduromètre comprend particulièrement :

- ✓ Un statif ;
- ✓ Un tube de microscope muni d'une oculaire micrométrique ;
- ✓ Un dispositif de mesure de l'empreinte.

Le statif comporte un socle portant une longue colonne de laquelle glisse le support du microscope. Celui-ci se déplace à l'aide d'une crémaillère. Sur le revolver sont fixés un diamant et deux objectifs : x 10 destiné au repérage et x 40 destiné à la mesure de l'empreinte. La descente de pénétrateur est actionnée par un ressort et ralentie par un frein à huile.

III.2.1 Mode opératoire

Les étapes de fonctionnement du microduromètre sont :

- ✓ L'échantillon doit être horizontal lorsqu'il repose sur la platine porte échantillon;
- ✓ Nous vérifions l'horizontalité du support du microduromètre au moyen du niveau à bulle sur le coté gauche du statif;
- ✓ Nous posons le poids sur le plateau;
- ✓ Nous tournons le revolver doucement pour amener le diamant en position au-dessus de l'échantillon;
- ✓ Le déclencheur est actionné. Le diamant descend en 15 secondes. Nous attendons 10 secondes supplémentaires, ensuite nous relevons le diamant en tournant le bouton moleté. Lors de cette opération toute vibration doit être évitée.



Fig. III.1 : Indenteur Leitz–Wetzlar Mini-Load 2

Nous avons appliqué plusieurs charges : 5, 7, 10, 12 gf pour 100 empreintes pendant 15 secondes, pour l'indentation du silicium pour différentes épaisseurs : 600 μm , 400 μm , 350 μm et 250 μm .

La pénétration met en jeu une série de facteurs comme les déformations élastiques, le frottement entre le pénétrateur et le matériau, la géométrie du pénétrateur, ses propriétés mécaniques et la charge qui y est appliquée.

Nous avons utilisé l'indenteur Vickers dans le but d'avoir des empreintes de forme carrée géométriquement, donc on obtient des valeurs identiques pour la dureté et la ténacité.

III.3 Techniques de caractérisation

III.3.1 Diffraction des rayons X

Les propriétés physico-chimiques d'un matériau dépendent non seulement de sa composition chimique mais aussi, de ses caractéristiques structurales. Donc, pour une utilisation pratique d'un matériau nouvellement élaboré il est nécessaire de bien déterminer ses paramètres structuraux.

La diffraction des rayons X (DRX) est l'une des principales techniques pour déterminer expérimentalement la structure cristalline des matériaux. De plus, la DRX peut être utilisée pour caractériser les phases en présence dans les poudres, les matériaux massifs et les films minces, etc.

III.3.1.a Principe

Un réseau cristallin est composé d'un empilement de mailles élémentaires, répétées par le réseau cristallin. Le solide idéal, décrit par la figure III.2, comporte des plans réticulaires notés (hkl)

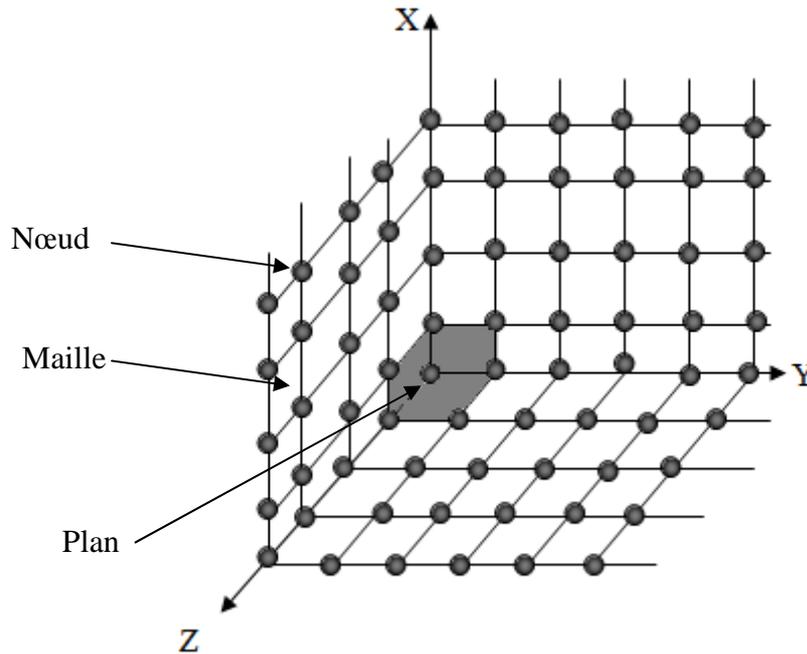


Fig. III. 2 : Représentation de l'organisation d'un solide idéal.

En diffraction des RX, l'expérience de base consiste à placer un monocristal dans un faisceau de RX et à enregistrer les intensités des ondes diffractées par une famille de plans (hkl) , si l'angle entre le faisceau incident et la surface des plans (hkl) est égale à l'angle de Bragg θ_B défini par la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2.d.\sin (\theta) \quad (\text{III.1})$$

Avec

n : un nombre entier positif (ordre d'interférence).

λ : longueur d'onde du rayonnement X.

$\theta_{B(hkl)}$: angle de Bragg.

Les phénomènes d'interférence entre les différents ordres de diffraction vont permettre une énergie suffisante des rayons X diffractés pour être détectés.

Les positions angulaires des raies de diffraction sont caractéristiques des paramètres du réseau cristallin. L'étude des positions des raies de diffraction permet donc de remonter au réseau cristallin de chacune des phases cristallisées de l'échantillon. Une fois le réseau déterminé, les positions angulaires des raies permettent de calculer les distances interréticulaires des plans atomiques diffractant (Fig. III.3) et ainsi d'accéder aux paramètres de maille. Par exemple, pour un système cubique, on a :

$$a = d_{hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (\text{III.2})$$

Avec

a : paramètre de maille

d : distance réticulaire.

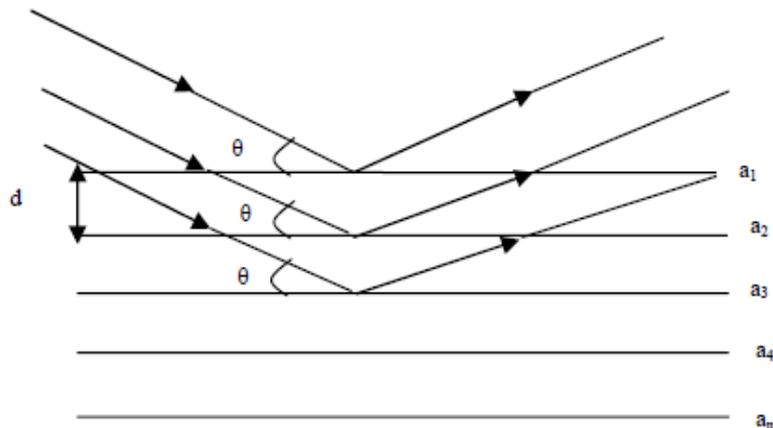


Fig. III.3 Principe de la loi de Wulff-Bragg

III.3. 1.b Appareillage

La diffraction des rayons X a été réalisée au moyen d'un diffractomètre de type D8-advance de Bruker – AXS. Le faisceau incident des rayons X provient d'une anticathode en cuivre; elle est alimentée par un générateur stabilisé fonctionnant sous une tension de 40kV avec une intensité de 40mA. Le diffractomètre est muni de fentes de divergence et d'antidiffusion programmables et d'un monochromateur arrière en graphite. (Fig. III.4)



Fig. III.4 : Diffractomètre de type (BRUKER - AXS type D8).

Les mesures ont été effectuées en mode θ - 2θ avec un pas de 0.02 et un temps par pas de 10 secondes. Dans ce mode, le détecteur est positionné en permanence de façon à ne recevoir que les faisceaux diffractés par les plans réticulaires parallèles à la surface de l'échantillon.

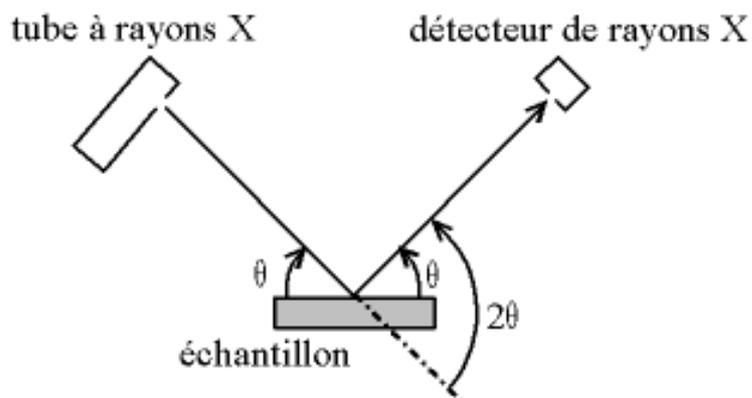


Fig. III.5: Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano.

Dans le cas du silicium, la série de plans diffractés, dont l'intensité de l'onde diffractée est non nulle, est : (111), (220), (311), (400), (331), (422), (333), . . . Les angles 2θ correspondants sont reportés dans le tableau III.1 selon la table ASTM 27-1402.

<i>hkl</i>	111	220	311	400	331	422
2θ (°)	28.443	47.303	56.123	69.131	76.377	88.032
I_{hkl}^0/I_{111}^0	1	0.55	0.3	0.6	0.11	0.12

Tableau III.1 : Angles de diffraction 2θ et rapports I_{hkl}^0/I_{111}^0 pour les six premières raies du silicium.

D’après le spectre DRX, on peut calculer la dimension des grains selon la relation suivante :

$$d = \frac{f * \lambda}{W * \cos\theta} \quad (III.3)$$

f : constante qui est égale à 0.9 dans le cas des grains sphériques ;

d : dimension des grains;

λ : longueur d’onde est égale à 1,54184Å ;

W : largeur à mi-hauteur.

Les paramètres de maille évoluent sous l’effet de macro-contraintes ou la présence de défauts ponctuels tels que des lacunes atomiques ou des atomes en substitution ou en insertion dans la structure. Moyennant certaines précautions, l’étude des positions angulaires des raies de diffraction permet de déterminer le taux de contraintes ou la nature des défauts ponctuels [4].

Il existe une base de données pour la plupart des matériaux connus. La comparaison expérimentale d’un diffractogramme avec ces données permet de retrouver la nature de chaque phase constitutive de l’échantillon. La figure III.6 montre l’intensité de pic par DRX.

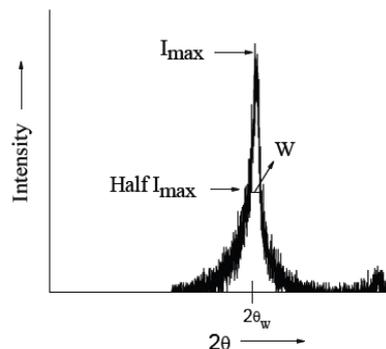


Fig. III.6 : Intensité de pic de diffraction de rayon X d’un matériau cristallin

III.3.2 Microscopie optique

Le microscope optique est un appareil optique équipé d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions et donc d'examiner les détails invisibles à l'œil nu.

III.3.2.a Principe :

Le microscope optique se base sur les lentilles pour obtenir une image agrandie de l'échantillon à observer. On peut faire un microscope simplifié (Fig. III.7) avec deux lentilles convergentes. L'objet à observer est placé devant la première lentille appelée « objectif ». Si l'objet est au-delà de la distance focale, cela forme une image réelle inversée et de taille différente; l'image est plus grande que l'objet, si celui-ci est situé à une distance inférieure au double de la distance focale de l'objectif.

La deuxième lentille est l'oculaire : elle est positionnée de sorte que l'image soit dans son plan focal. Ainsi, l'œil observe une image « à l'infini », donc en relâchant les muscles chargés de l'accommodation, ce qui représente un meilleur confort visuel.

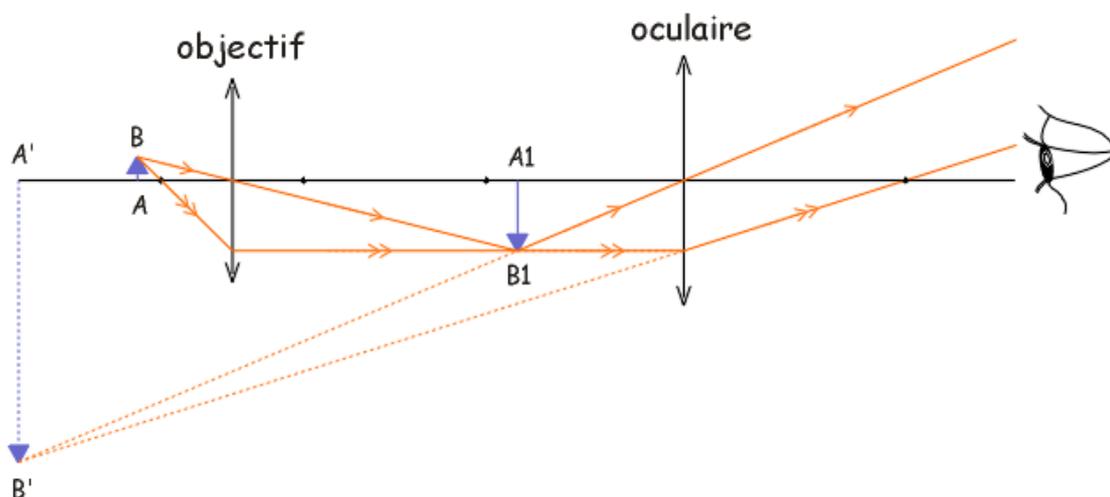


Fig. III.7: Principe du microscope optique.

Le microscope optique est un appareil qui donne la micrographie des surfaces des échantillons. Il donne des informations telles que la répartition de nouvelles phases, la taille des grains, les joints de grains, les fissures, etc. L'observation de nos échantillons indentés a été réalisée à l'aide d'un microscope optique de type Zeiss, permettant des grossissements de 20-1500 fois. L'acquisition des micrographies s'effectue par ordinateur grâce à un logiciel approprié. La figure III.8 montre l'état de surface d'un échantillon du silicium indenté. Les

observations, réalisées à l'aide du microscope optique, permettent d'apprécier l'homogénéité en surface du silicium indenté.

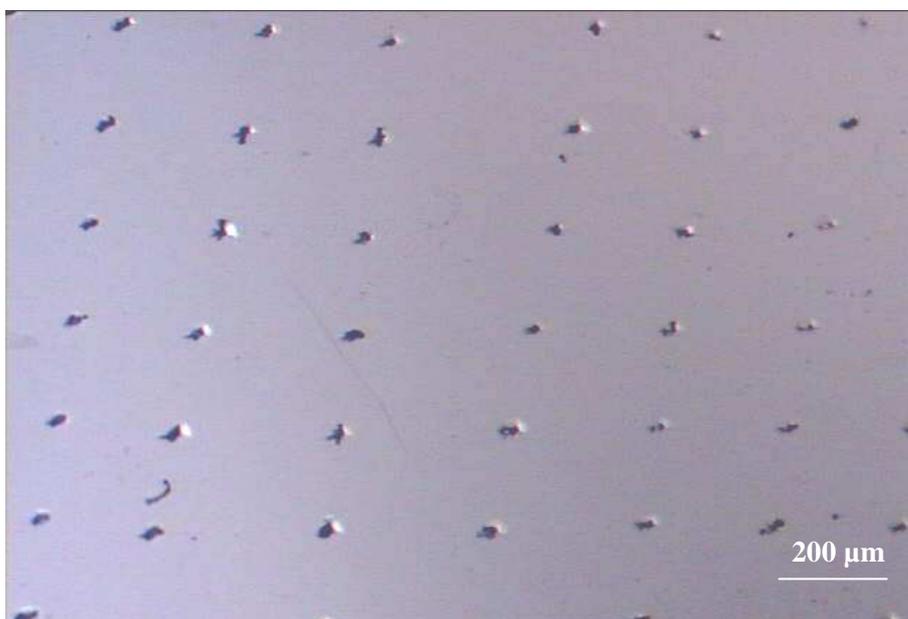


Fig. III.8 : Micrographie optique, à faible grossissement, de l'état de surface d'un échantillon d'épaisseur 600µm indenté pour une charge de 10g.

(Fig. III.9). La figure III.9 montre, pour un fort grossissement, l'empreinte et les fissures. Ceci permet de mesurer la diagonale d'empreinte et la longueur de fissure dans le but de déterminer la valeur de la dureté et de la ténacité.

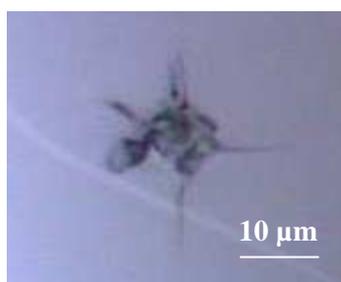


Fig. III.9 : Micrographie optique à fort grossissement montrant avec détail l'empreinte et les fissures formées.

III. 3.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM : Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière (Fig. III.10).

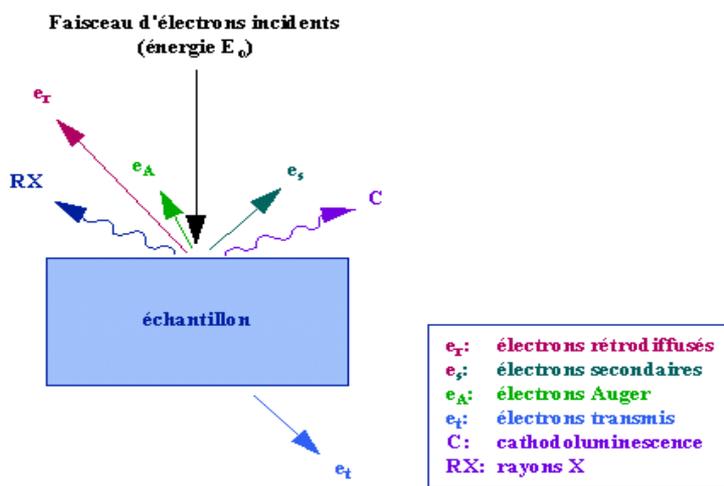


Fig. III.10 : Différentes interactions électrons-matière

Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser. Différents détecteurs permettent de reconstruire une image de la surface observée. Récemment, un grand nombre de constructeurs proposent des microscopes à balayage de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution se situe entre 1nm à 20 nm.

Le MEB fonctionne sous vide de l'ordre de 10^{-3} Pa, avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. La figure III.10 montre le microscope utilisé au cours de notre travail.

III.3.3.a Principe

La base du principe d'un MEB est une sonde électronique fine projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. A chaque point d'impact correspond ainsi un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

La sonde électronique fine est produite par un canon à électrons ayant le rôle d'une source réduite par des lentilles électroniques qui jouent le même rôle vis-à-vis du faisceau d'électrons des lentilles conventionnelles, photoniques dans un microscope optique. Des bandes disposées selon les deux axes perpendiculaires à l'axe du faisceau et parcourues par des courants synchronisés en permettent de soumettre la sonde à un balayage du même type que celui de la télévision.

Les lentilles électroniques, qui sont généralement des lentilles magnétiques et les bandes de balayage forment un ensemble que l'on appelle la colonne électronique. L'image de l'échantillon apparaît alors sur l'écran fluorescent du tube cathodique et peut être enregistré sur un film photographique.

En conclusion, un microscope électronique à balayage est essentiellement composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'un platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les 3 directions et de détecteurs permettant de détecter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon. En outre l'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide. La figure III.10 montre le microscope utilisé au cours de notre travail.



Fig. III.10 : Microscope électronique à balayage (MEB).

Pour obtenir certaines figures de diffraction (Kikuchi, Kossel), on est amené à pervertir le système de balayage de l'appareil : au lieu de générer un balayage en mode rectangulaire, on excite des bandes de déflexion de façon à faire pivoter le faisceau de plusieurs degrés autour d'un point fixe de l'échantillon. L'image générée est alors une figure de diffraction correspondant à une zone de l'échantillon de quelques micromètres.

La figure III.12 représente une micrographie MEB de l'état de surface d'un échantillon de silicium indenté.

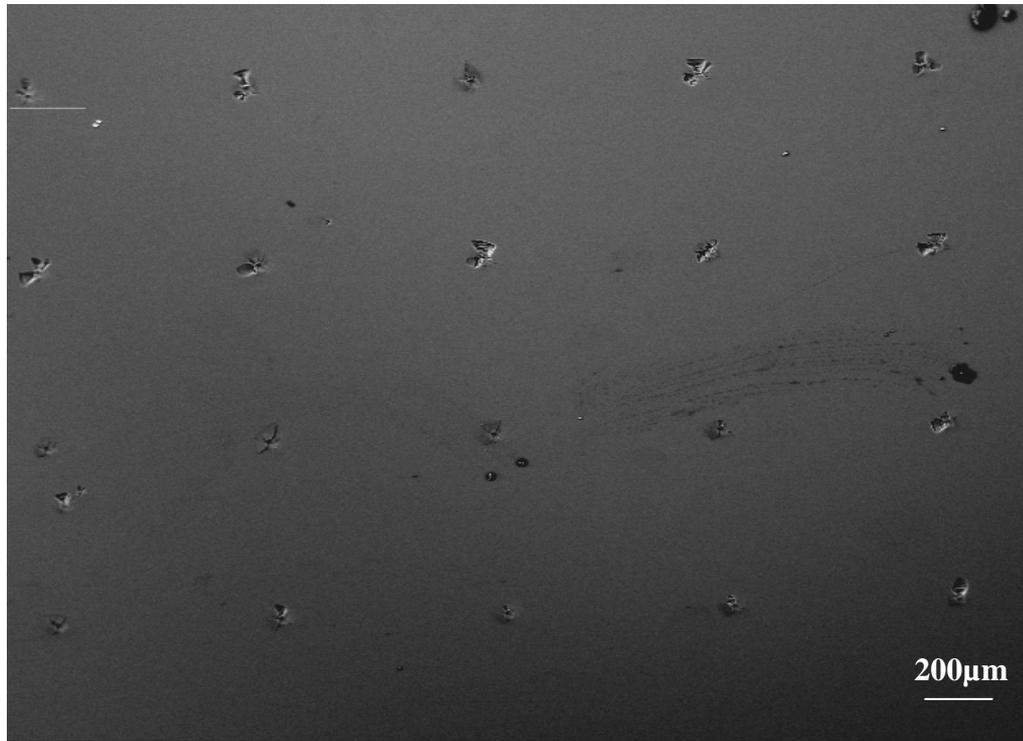


Fig. III.12 : Etat de surface du silicium indenté caractérisé par MEB

Cette micrographie a été réalisée au laboratoire LMDM de l'université Mentouri de Constantine.

Chapitre IV

Résultats et discussion

Ce travail de magistère a été motivé par les travaux, déjà réalisés au sein du laboratoire couches minces et interfaces, portant sur les transformations de phase induites par indentation. Pour ces travaux des tests d'indentation ont été effectués, avec des charges plus ou moins élevées, sur du silicium massif monocristallin et polycristallin ainsi que sur des couches minces de silicium amorphe. Concernant cette étude, elle porte sur l'indentation de Si(100) mais pour des charges plus faibles tout en considérant différentes épaisseurs du silicium monocristallin.

Nous avons trouvé utile d'aborder l'étude de la dureté et de la ténacité des échantillons indentés.

IV.1 Caractérisation des échantillons par diffraction des rayons X

Pour cette partie, nous avons utilisé essentiellement la diffraction des rayons X pour caractériser les échantillons après l'indentation

IV.1.1 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 600 μm

a) Charge 5 g

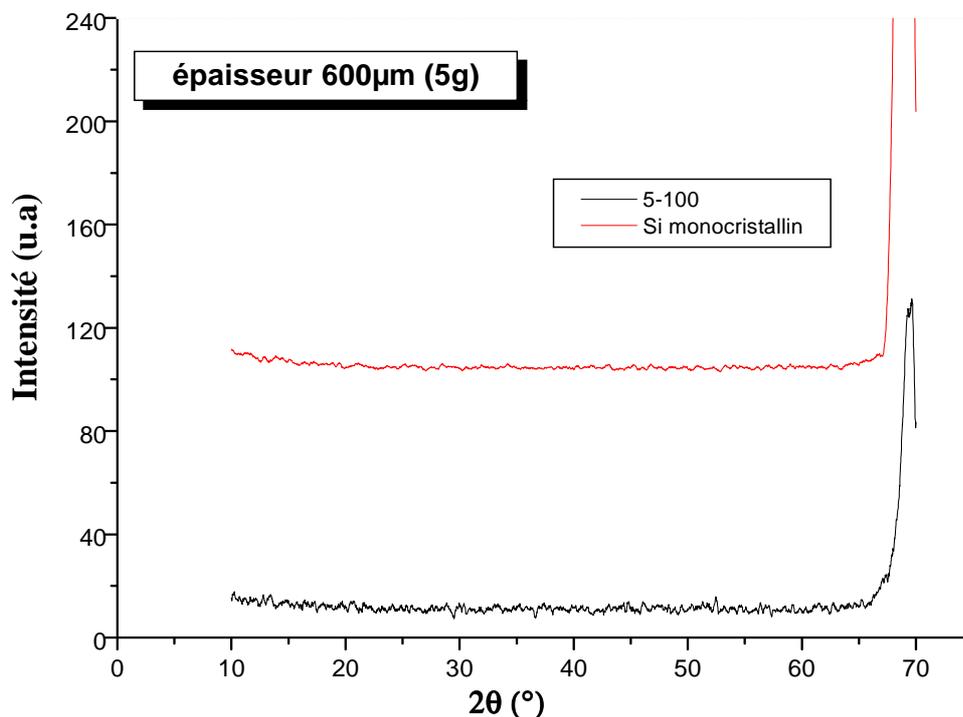


Fig. IV.1 : Spectres de diffraction des rayons X
(a) Témoin (échantillon non indenté).
(b) échantillon d'épaisseur 600 μm indenté 5 g.

L'échantillon ayant subi une charge de 5 g pour 100 empreintes a été caractérisée par la diffraction des rayons X. Le spectre de diffraction des rayons X correspondant est donné par la figure (IV.1). Ce spectre est identique à celui de l'échantillon témoin. Il ne renferme aucune raie indiquant que cette charge n'a entraîné aucune transformation de phase. Le pic $2\theta = 69^\circ$ est spécifique au substrat de silicium monocristallin d'orientation (100). Nous notons que la formation de phase de Si peut être probable. Les phases formées sont en quantité très faibles non détectées par les rayons X.

Une caractérisation par microspectroscopie Raman ou par microscopie électronique à transmission peut élucider cette considération.

a) Charge 7 g

Nous avons augmenté la charge à 7 g. Le spectre de diffraction des rayons X, donné par la figure (IV.2), renferme plusieurs raies. Ceci indique qu'une importante transformation de phase s'est produite après l'indentation par la charge de 7 g.

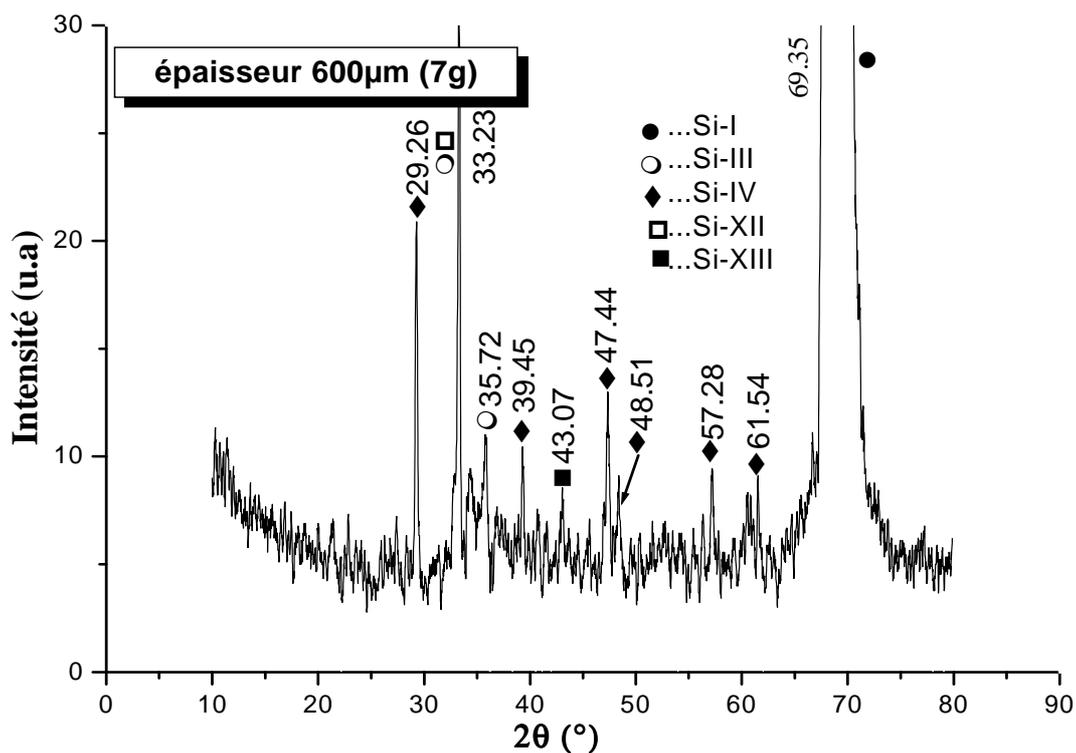


Fig. IV.2 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 600 μm indenté pour 7 g.

Le tableau suivant résume les différentes phases obtenues :

2θ (°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
29.26	Si-IV	
33.23	Si-III/Si-XII	
35.72		Si-III
39.45		Si-I/Si- IV/ Si-III/ Si-XII
47.44		Si-IV
57.28		Si-IV
61.54		Si-IV

Nous pouvons remarquer que les phases formées les plus importantes sont :

Si-IV (hd)/ Si-III (bc8)/Si-XII (r8)

b) Charge 10 g

La figure (IV.3) représente le spectre de diffraction X du silicium massif monocristallin micro indenté avec une charge de 10 g pour 100 empreintes. De ce spectre DRX nous pouvons dire que nous sommes en présence d'un phénomène de transformations de phase plus important :

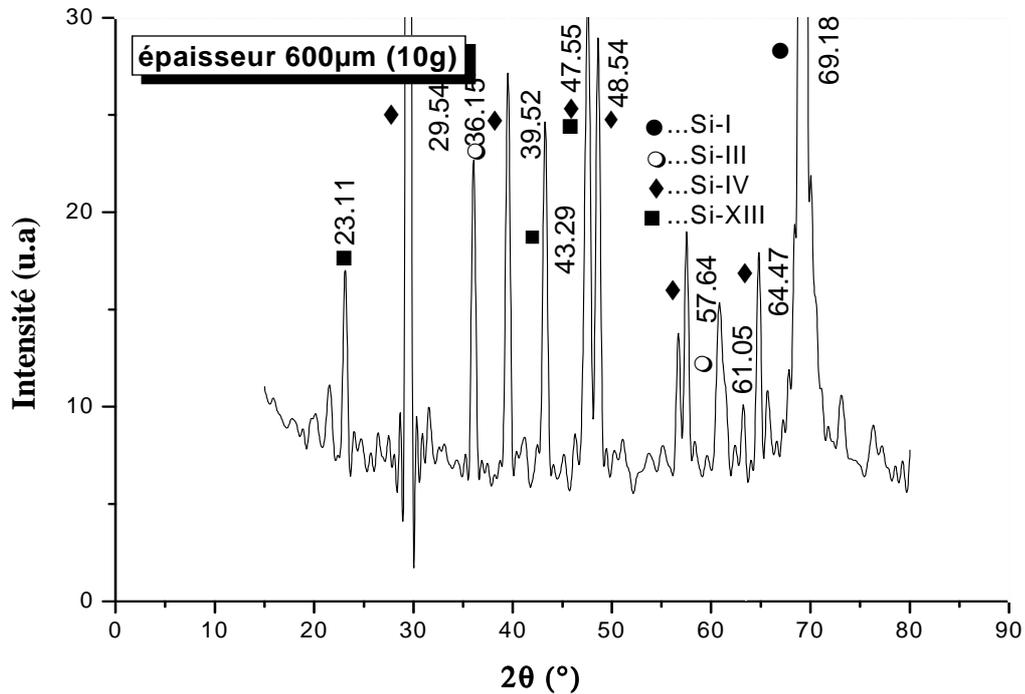


Fig. IV.3 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 600 μm indenté pour 10 g.

- Présence d'un grand nombre de raies

- Les raies observées sont plus intenses

L'apparition de la phase Si-IV en quantité importante, raie à 29° intense et étroite. Ce résultat accidentel contredit ceux rencontrés dans la littérature qui supposent que cette phase (Si-IV) ne se forme qu'après un traitement thermique.

Le tableau suivant résume les différentes phases obtenues :

2 θ (°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
23.11		Si-XIII
29.54	Si-IV	
36.15		Si-III
39.52		Si- IV
43.29		Si- XIII
47.55		Si- XIII /Si-IV
48.54		Si-IV
57.64		Si-IV
61.05		
64.47		Si-IV

c) Charge 12 g

La figure (IV.4) représente le spectre de la diffraction des rayons X du Silicium d'épaisseur 600 μm indenté avec une charge de 12 g pour 100 indentations.

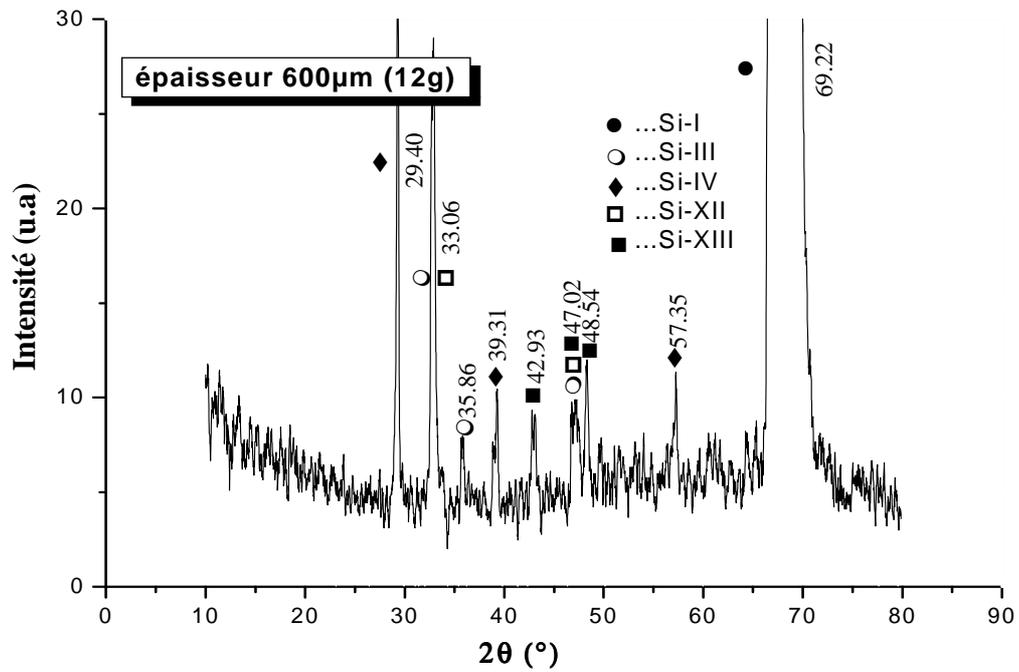


Fig. IV.4 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 600 μm indenté pour 12 g.

Nous pouvons constater de ce spectre la présence d'une importante raie à 33.06°, spécifique à la phase Si-III /Si- XII. Cette phase s'est formée au détriment de la phase Si-IV

Le tableau suivant résume les différentes phases obtenues :

2θ(°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
29.40	Si-IV	
33.06	Si-III /Si- XII	
35.86		Si-III
39.31		Si- IV
42.93		Si- XIII
47.02		Si-I /Si-III /Si- XII/Si- XIII
48.54		Si- XIII
57.35		Si-IV

On a noté que cette charge est plus favorable à la formation des phases Si-III et Si- XII

IV.1.2 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 400 μm

Afin d'étudier l'effet de l'épaisseur du silicium monocristallin sur les transformations de phase après des tests de micro-indentation, nous avons utilisé du silicium massif d'épaisseur de 400 μm . Nous avons réalisé des indentations avec les mêmes charges citées ci-dessus.

a) Charge 7 g

Le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon ayant été indenté par une charge de 7 g est donné par la figure (IV. 5) Il ne renferme qu'une seule raie à 29,26 ° caractéristique de la phase hexagonale diamant Si-IV et une bande indiquant qu'une amorphisation s'est produite après indentation.

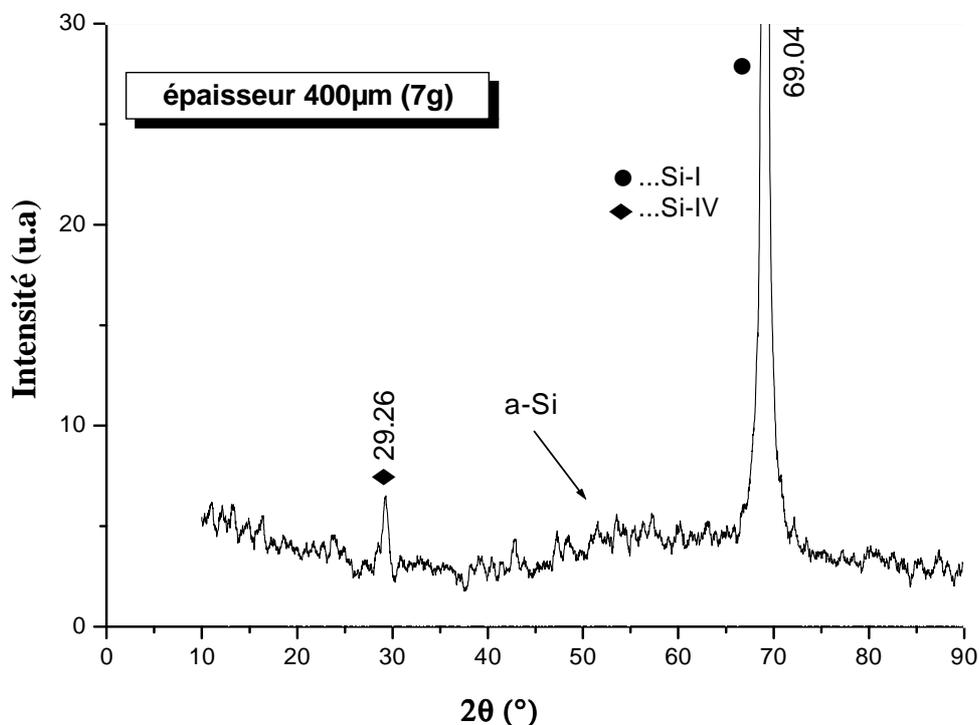


Fig. IV.5 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 400 μm indenté pour 7 g.

b) Charge 10 g

Les phases formées après indentation du silicium par une charge de 10 g sont données par le spectre de diffraction X de la figure (IV.6).

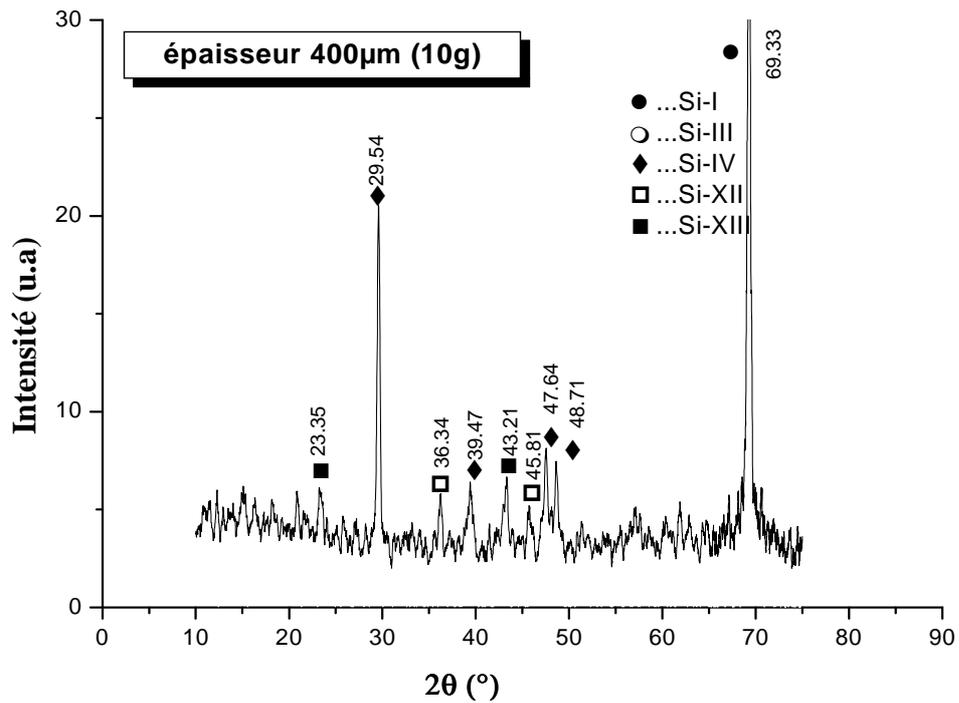


Fig. IV.6 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 400μm indenté pour 10 g.

Il y a formation d'un certain nombre de phases, mais la plus importante phase formée est la phase Si-IV

Le tableau suivant résume les différentes phases obtenues :

2θ(°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
23.35		Si-XIII
29.54	Si- IV	
36.34		Si-XII
39.47		Si-IV
43.21		Si-XIII
45.81		Si-XII
47.64		Si-IV
48.71		Si-IV

c) Charge 12 g

Le spectre de diffraction X de cet échantillon est semblable à celui de l'échantillon indenté avec une charge de 7 g figure (IV. 7) : il y a formation de la phase Si-IV et une amorphisation s'est produite due probablement à un phénomène d'extrusion.

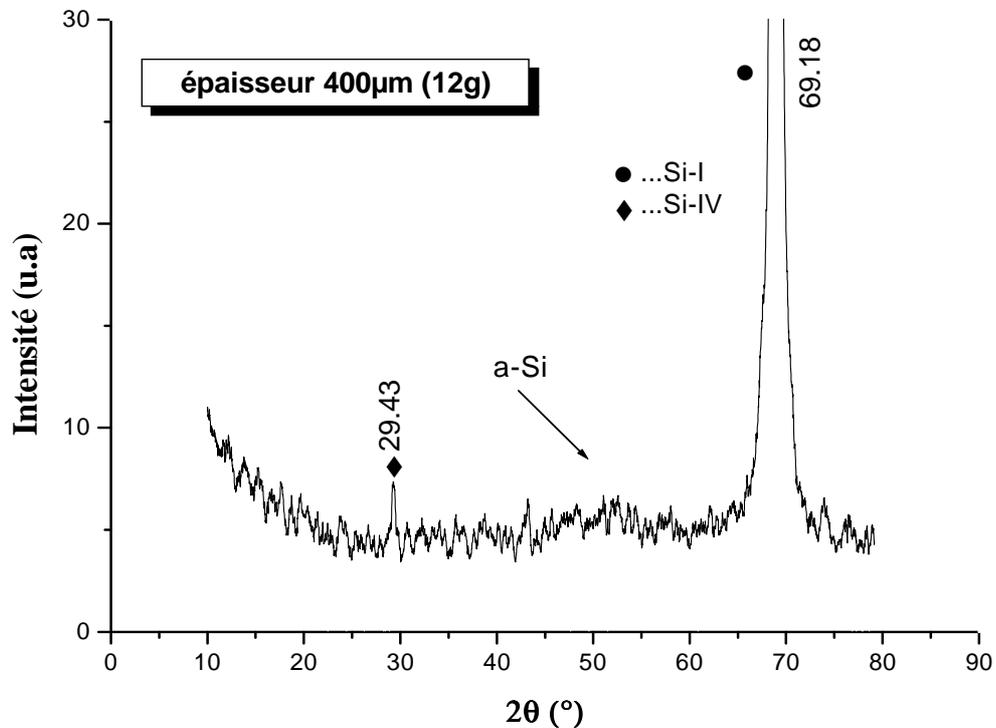


Fig. IV.7 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 400µm indenté pour 12 g.

IV.1.3 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 350µm**a) Charge 7 g**

D'après le spectre DRX de la figure (IV.8), nous pouvons constater la présence d'un phénomène d'amorphisation et ne se forme aucun pic.

Ce résultat ressemble énormément à celui obtenu dans le cas de l'échantillon d'épaisseur 400 µm indenté par la même charge à savoir 7 g sauf que celui-ci présente la formation de la phase Si-IV.

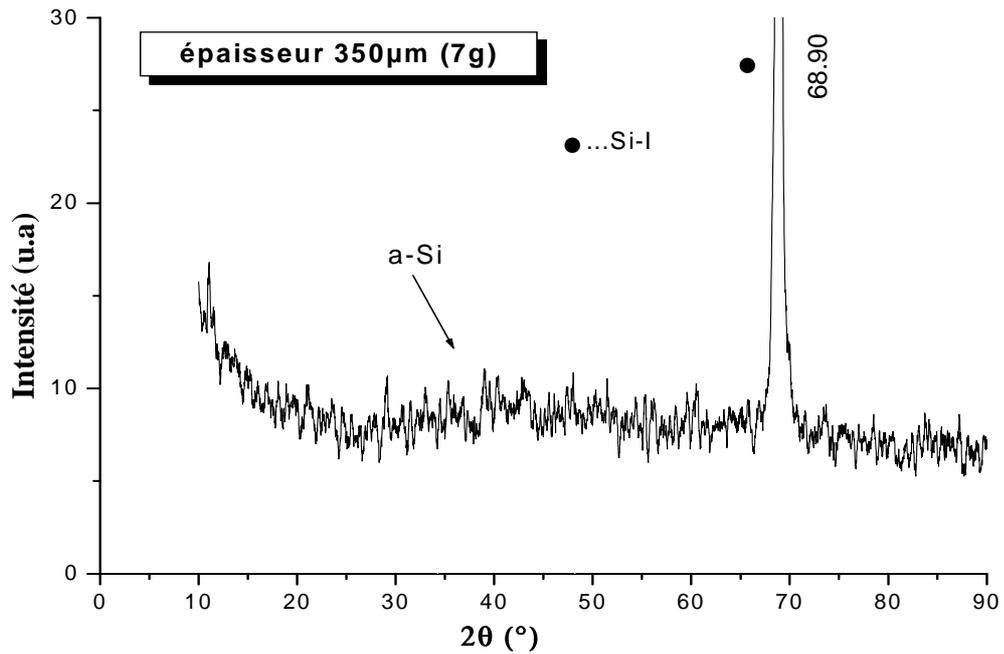


Fig. IV.8 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 350μm indenté pour 7 g.

b) Charge 10 g

En augmentant la charge d'indentation le phénomène de transformations de phase semble être plus important. En effet, il y a une présence d'un grand nombre de pics.

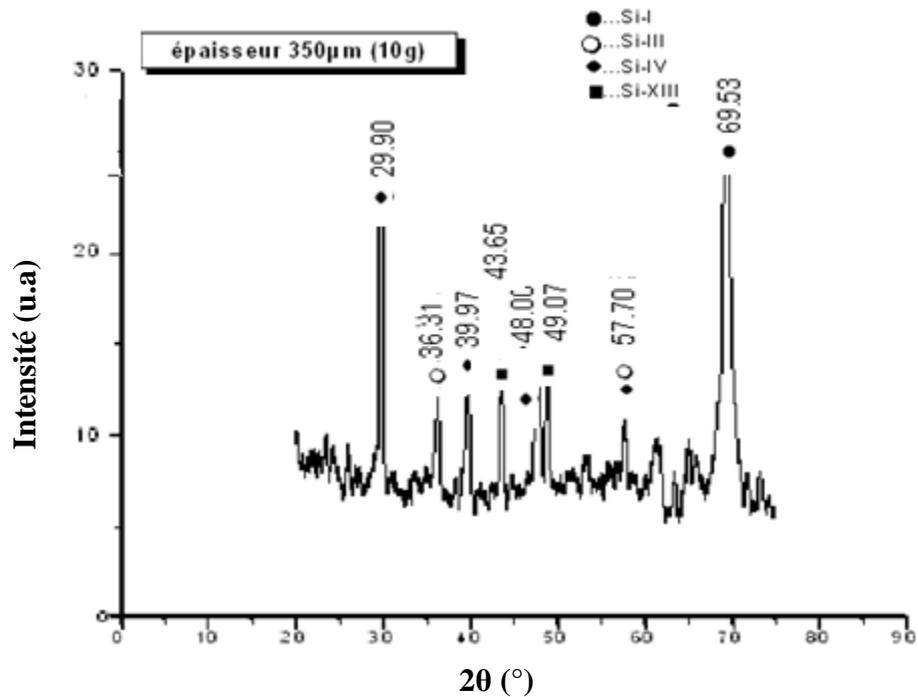


Fig. IV.9 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 350μm indenté pour 10 g.

L'identification de ces pics est donnée par le tableau ci-dessous :

2θ(°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
29.90	Si-IV	
36.31		Si-III
39.97		Si-IV
43.65		Si-XIII
48.00		Si-IV/ Si-XIII
49.07		Si-XIII
57.70		Si-III/ Si-IV

Nous remarquons la formation de presque de toutes les phases : Si-IV (hd)/ Si-III (bc8)/ Si-XIII.

Le pic à 29.90°, spécifique à la phase Si-IV, est le plus intense indiquant que cette phase est la plus dominante. Il est à mentionner que la charge d'indentation 10 g est la plus favorable à la formation de la phase Si-IV et ceci quelque soit l'épaisseur du silicium monocristallin utilisée. Il y a une très grande ressemblance dans les résultats avec l'échantillon d'épaisseur 400 µm indenté avec la même charge.

IV.1.4 Caractérisation des échantillons indentés d'épaisseur 250µm

a) Charge 7 g

Le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon indenté avec une charge de 7 g (100 empreintes) est donné par la figure (IV.10). Ce spectre montre :

- une bande autour de 50° caractéristique d'un état amorphe indiquant qu'une transformation de phase d'un état cristallin à un autre amorphe s'est produite. Ceci est en très bon accord avec les travaux réalisés dans ce sens.
- le pic à 21.91° indique qu'il ya peut être deux phases.
- un pic à se former à 16.34° qui indique la phase Si-XIII
- le pic à 29.10°, spécifique à la phase Si-IV est le plus intense indiquant que cette phase est la plus dominante.
- la formation des phases Si-III/Si-XII qui identifier par le pic à 33.77°

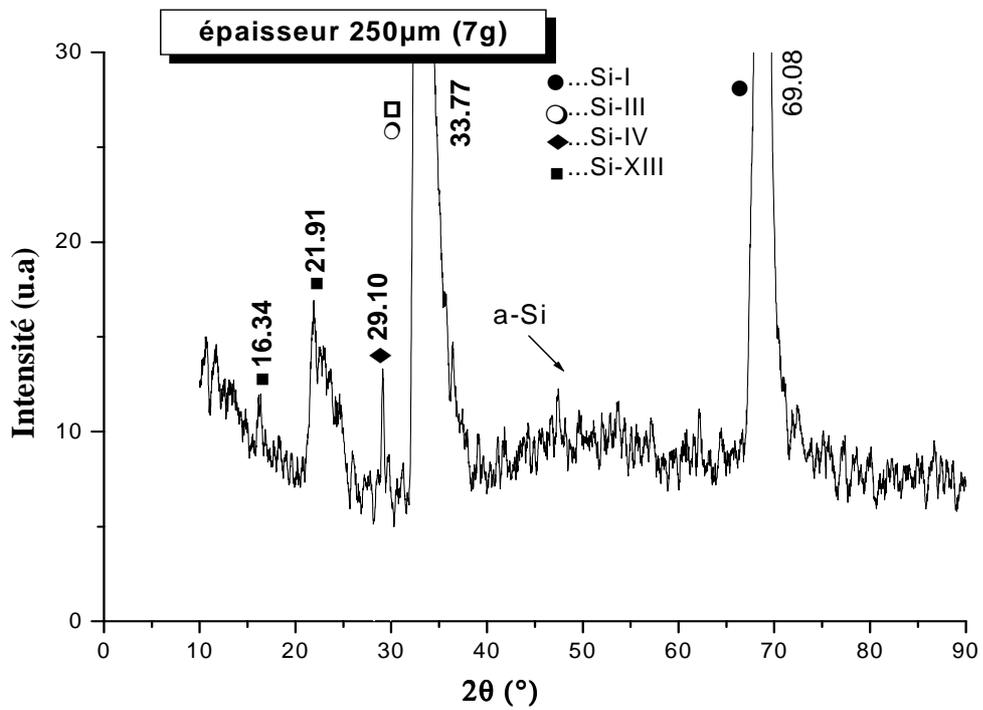


Fig. IV.10 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 250μm indenté pour 7 g.

Les différentes phases obtenues sont indiquées dans le tableau:

2θ(°)	Les phases importantes	Les phases moins importantes
16.34		Si-XIII
21.91	Si-XIII	
29.10	Si-IV	
33.77	Si-III	

b) Charge 10 g

La figure (IV.11) représente le spectre de DRX d'un échantillon d'épaisseur 250 μm indenté avec une charge de 10 g (100 empreintes). Nous pouvons constater la présence d'un seul pic à 29,30° qui est la signature de la phase Si-IV, son intensité est faible.

Comme il a été mentionné au paravant, la formation de cette phase est inattendue, plus particulièrement lorsqu'elle est la seule à se former. Le spectre de diffraction X de cet échantillon est semblable à celui de l'échantillon d'épaisseur 400 μm indenté avec une charge de 12 g, sauf que celui-ci présente un phénomène d'amorphisation figure IV.8.

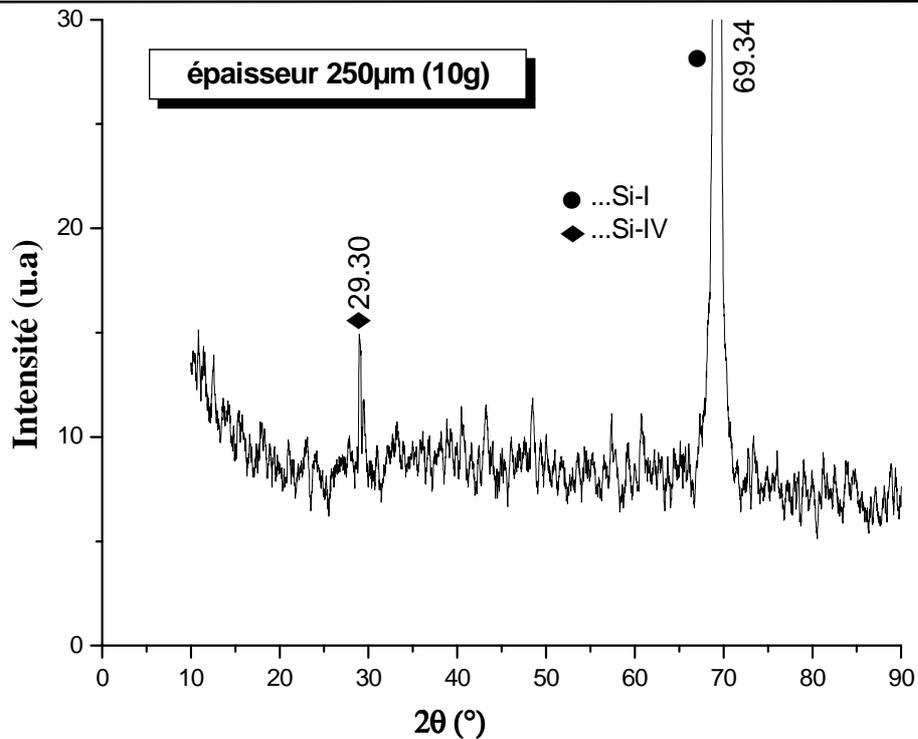


Fig. IV.11 : Spectre de diffraction X de silicium d'épaisseur 250 μ m indenté pour 10 g.

IV.2 Etude de la dureté et de la ténacité

Cette partie est consacrée à l'étude de la dureté et plus particulièrement à la ténacité après indentation du silicium monocristallin d'orientation (100). Nous donnerons les résultats obtenus pour deux charges 5 et 10 g avec différentes épaisseurs.

IV.2.1 Charge 5 g

Pour mesurer la longueur des fissures, On utilise la méthode géométrique. Elle est basée sur l'analyse de la longueur des fissures. La figure (IV.12) montre comment mesurer la longueur des fissures (C) et la taille d'empreinte (d) sur l'empreinte. Cette grandeur est mesurée sur les empreintes d'indentation (Fig. IV.13) à l'aide d'un microscope optique. La mesure de la longueur des fissures se fait entre le centre de l'empreinte et l'extrémité de la fissure.

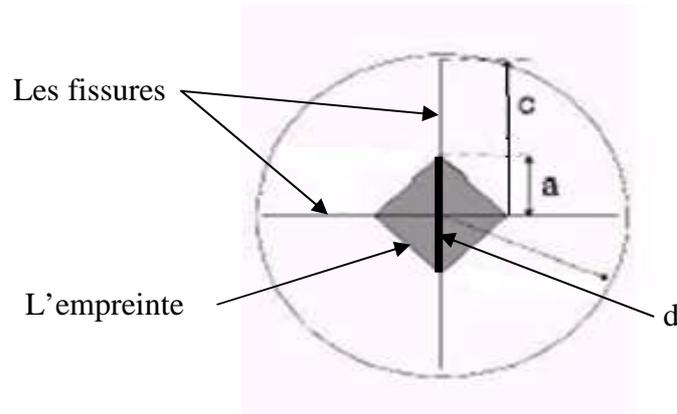


Fig. IV.12 : Mesures de la longueur de fissure (C) et la taille d'empreinte (d) sur l'empreinte.

Avec ces grandeurs, on peut calculer la dureté (H_V) et la ténacité (K_{Ic}) des échantillons indentés. Pour cela, on va appliquer les relations de dureté (H_V) et de la ténacité (K_{Ic}) suivantes [28] :

$$H_V = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

P : la charge appliquée en (N)

d : la taille d'empreinte en (μm)

H_V : la dureté en (GPa)

$$K_{Ic} = \alpha \frac{P}{C^{3/2}} \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2}$$

α : constante est égale à 0.016

P : la charge appliquée en (N)

C : la longueur de fissure en (μm)

E : le module de YOUNG pour le silicium $E = 165 \text{ GPa}$

H_V : la dureté en (GPa)

K_{Ic} : la ténacité en ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

On peut connaître le type de fissure d'après le rapport (C/a) :

Si $C/a > 2.5$ la fissuration est de type médiane et si $C/a < 2.5$ la fissuration est de type halfpenny.

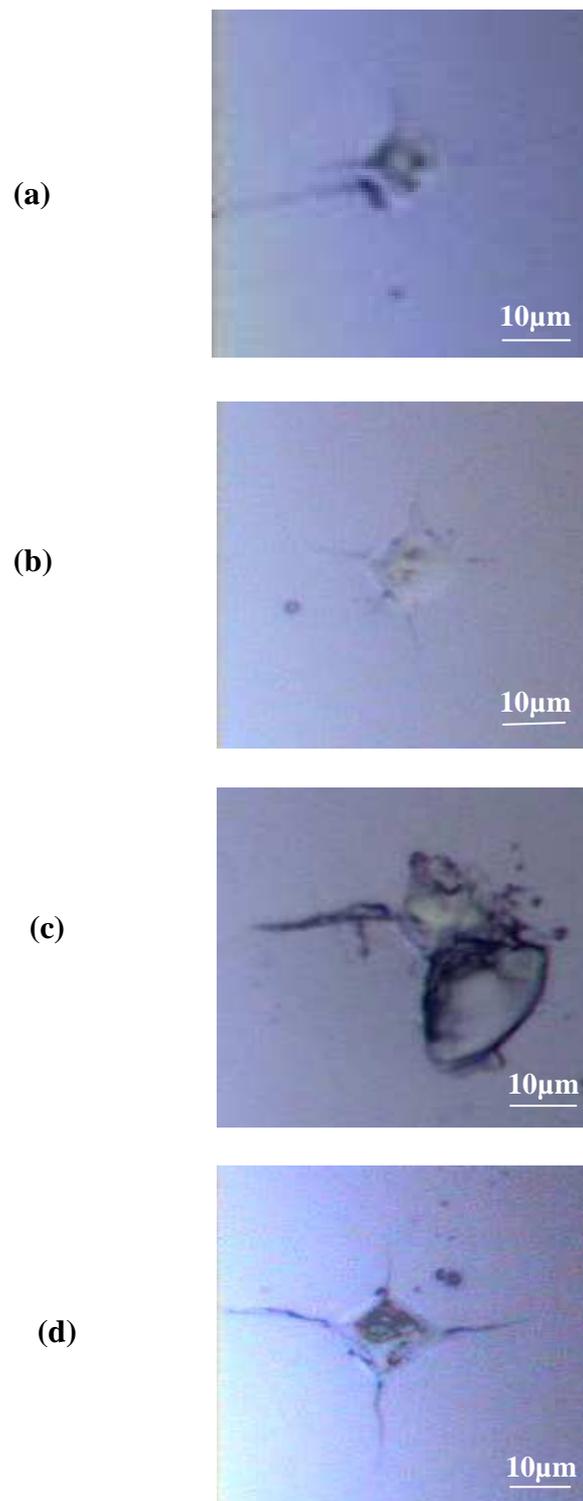


Fig. IV.13 : Micrographie optique des échantillons

- (a) : 5 g épaisseur 600 μm -100.
- (b) : 5 g épaisseur 400 μm -100.
- (c) : 5 g épaisseur 350 μm -100.
- (d) : 5 g épaisseur 250 μm -100.

Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux suivants.

	La longueur de fissure C (μm)	La Taille d'empreinte d (μm)	a (μm)	La dureté H_V (GPa)	La ténacité K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	C/a	Type de fissure
(a)	10.9	8.6	4.3	12.53	8.07	2.53	médian
(b)	13.8	10.6	5.3	8.74	6.78	3.68	médian
(c)	22.3	11	5.5	7.66	3.52	4.05	médian
(d)	25.2	12.2	6.1	6.22	3.25	4.13	médian

Les variations de la dureté et de la ténacité sont données, respectivement, par les courbes des figures (IV.14 et 15).

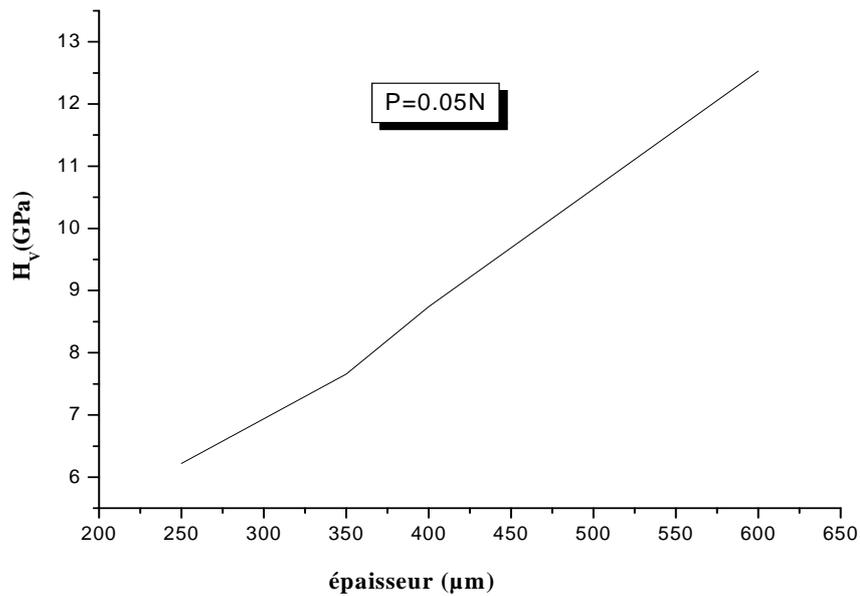


Fig. IV.14 : Dureté en fonction de l'épaisseur pour une charge d'indentation de 5 g.

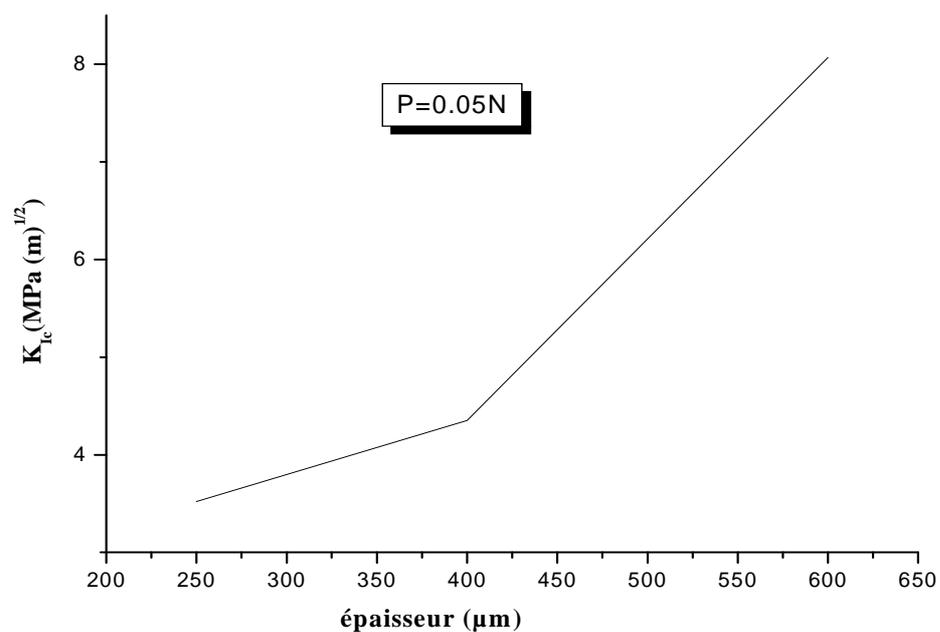


Fig. IV.15 : Ténacité en fonction de l'épaisseur pour une charge d'indentation de 5g.

D'après ces courbes nous pouvons dire que les propriétés mécaniques telles que la dureté et la ténacité varient avec l'épaisseur. Quand on augmente l'épaisseur la dureté augmente et de la même façon pour la ténacité.

Lorsqu'on effectue un essai d'indentation, des fissures se propagent aux sommets de l'empreinte Vickers si la charge appliquée est suffisante.

On distingue, généralement trois types de fissures causées par l'indenteur pyramidal Vickers.

- **Fissure médiane :** elle s'étend en profondeur pendant le chargement et atteint sa taille d'équilibre mécanique à la charge maximale.
- **Fissure radiale :** elle s'étend en surface à partir des angles de l'indenteur, une fois que la charge est supprimée. Elles se développent sous l'effet des contraintes résiduelles.
- **Fissure latérale :** elle provient également de l'action des contraintes résiduelles.

Elle se développe presque parallèlement à la surface et est responsable de l'écaillage.

IV.2.2 Charge 10 g

De la même façon nous avons résumé nos résultats dans les tableaux suivants.

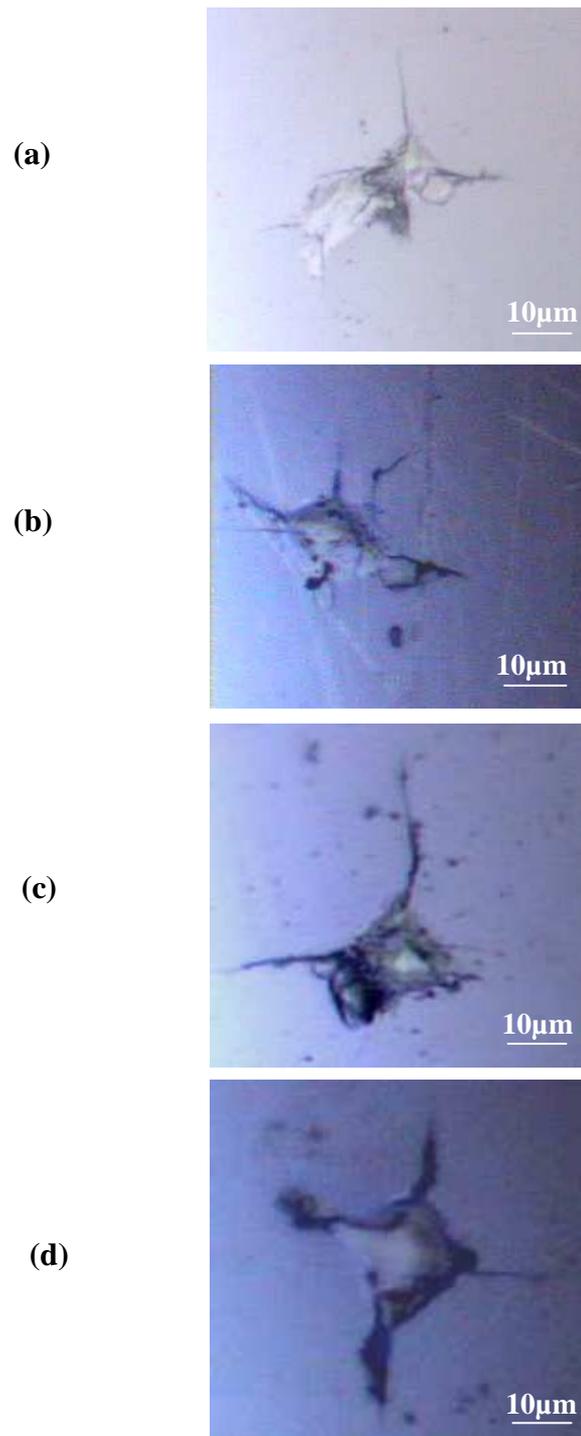


Fig. IV.16 : Micrographie optique des échantillons

(a) : 10 g épaisseur 600 µm-100.

(b) : 10 g épaisseur 400 µm-100.

(c) : 10 g épaisseur 350 µm-100.

(d) : 10g épaisseur 250 µm-100.

	La longueur de fissure C (μm)	La Taille d'empreinte d (μm)	a (μm)	La dureté H_v (GPa)	La ténacité K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	C/a	Type de fissure
(a)	17.4	11.1	5.55	15.05	7.66	3.54	médian
(b)	19.7	11.8	5.9	13.31	4.90	2.94	médian
(c)	25.4	16.9	8.4	7.12	4.10	2.91	médian
(d)	27.2	17.3	8.6	6.19	3.8	3.16	médian

Les figures (IV.17 et 18) montrent les variations de la dureté et de la ténacité.

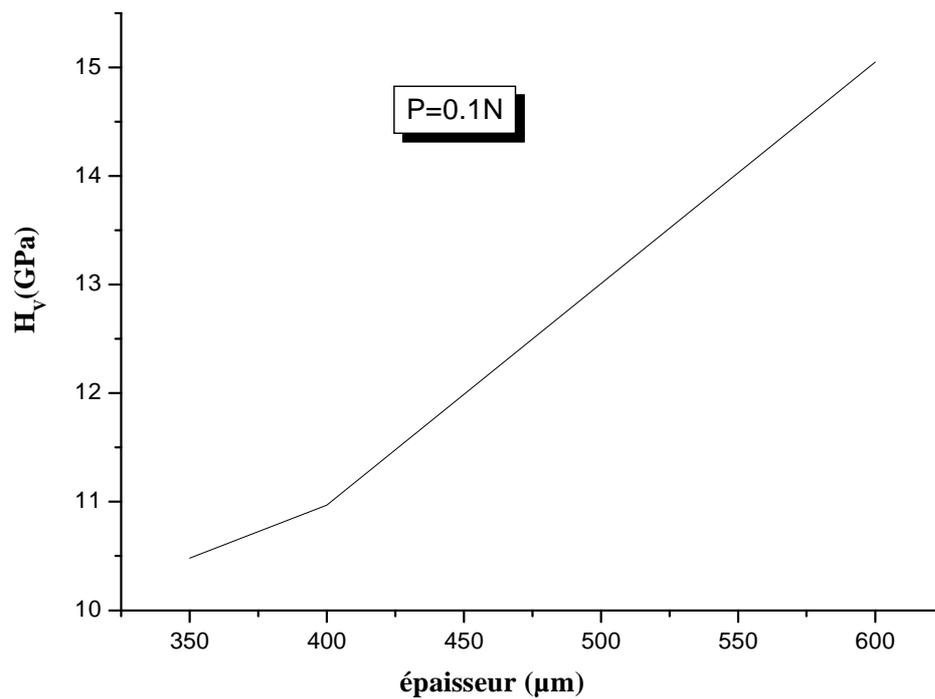


Fig. IV. 17 : Dureté en fonction de l'épaisseur pour une charge d'indentation de 10 g.

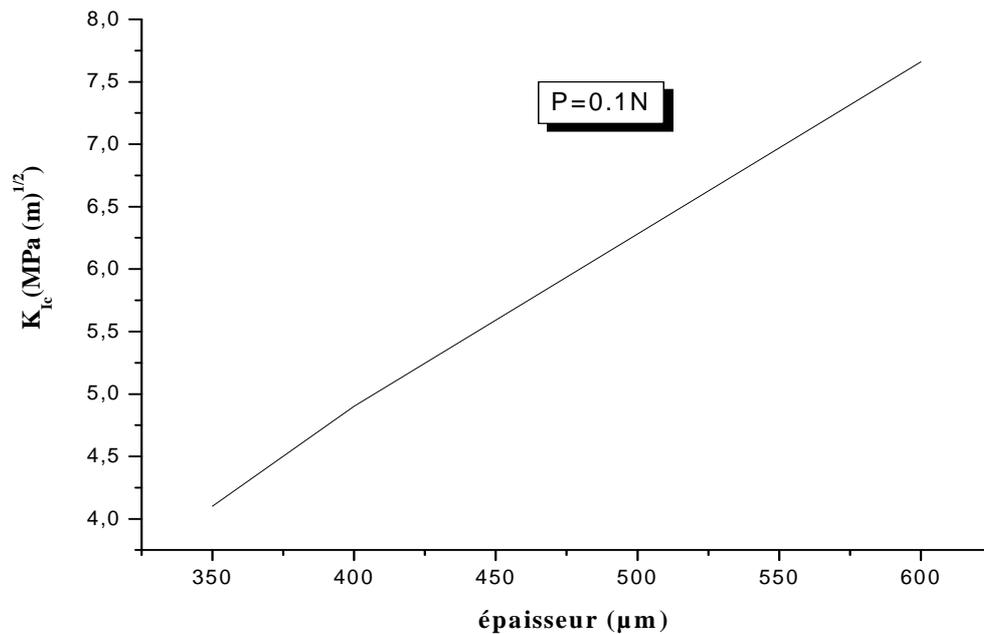


Fig. IV. 18 : Ténacité en fonction de l'épaisseur pour une charge d'indentation de 10 g.

Pour la figure (IV.18), la courbe montre la variation de la ténacité en fonction d'épaisseur pour la charge 10g. D'après cette courbe la ténacité est proportionnelle avec l'épaisseur.

Nous avons résumé les résultats de la dureté moyenne et de la ténacité moyenne dans le tableau ci-dessous :

	0.05N	0.1N
Dureté moyenne	13.31	8.74
Ténacité moyenne	5.4	5.11

Nous remarquons que pour ces échantillons le phénomène d'extrusion (écaillage) est le plus dominant.

La figure (IV.19) donne une représentation schématique des positions des empreintes obtenues après indentation du silicium.

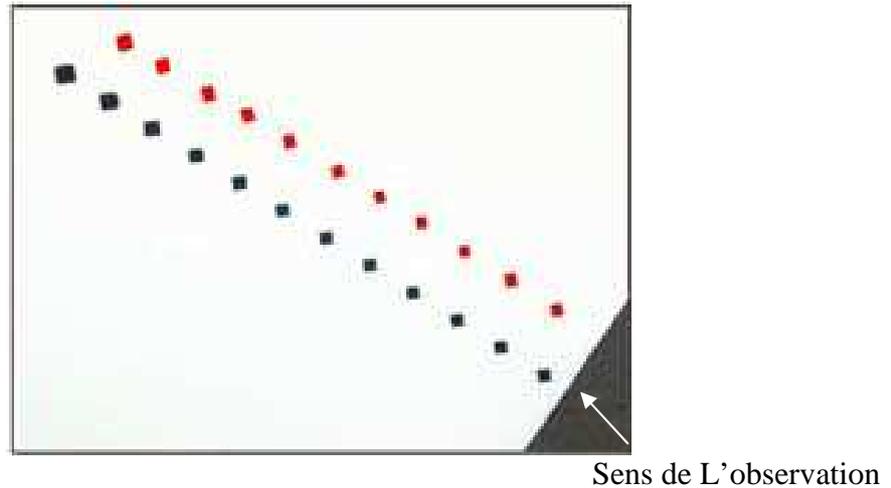


Fig. IV. 19 : Schéma de la position des empreintes [78].

L'espace entre les empreintes devra être suffisamment grand pour que les empreintes ne s'influencent pas l'une l'autre. La déformation plastique autour d'une empreinte causera le durcissement de la plupart des matériaux, donc si les empreintes sont trop rapprochées, le matériau apparaîtra plus dur [78].

Au cours de nos essais d'indentation nous avons choisi un espacement, entre deux empreintes, avoisinant $100\ \mu\text{m}$ bien supérieure à $2C$ qui représente la distance du champ de contrainte comme il est montré dans la figure (IV. 20).

La distance du champ de contrainte $2C$ est $54\ \mu\text{m}$.

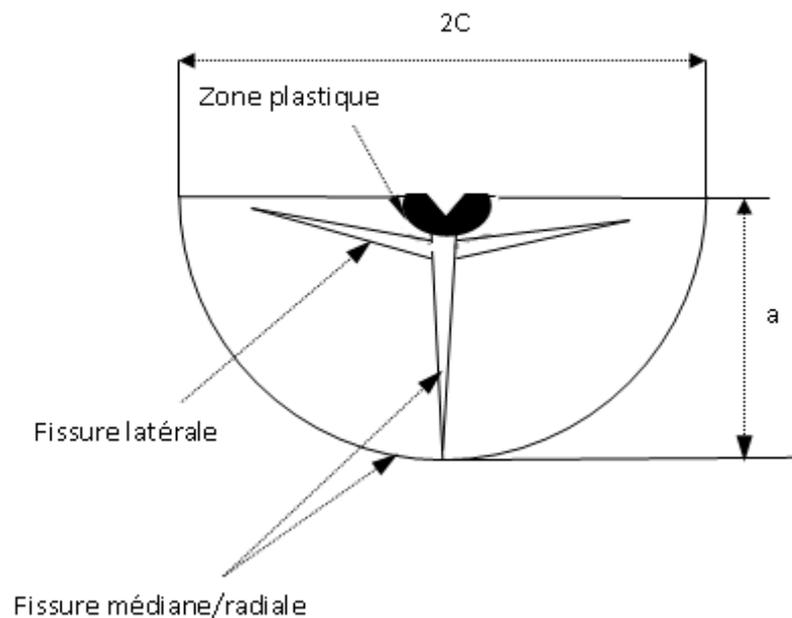


Fig. IV. 20 : Distance de champ des contraintes.

La taille croissante des empreintes vers le centre de l'échantillon indique une dureté décroissante du matériau. Ceci a été observé dans le cas de nos échantillons. En effet, l'observation par MEB a montré que le phénomène d'extrusion devient plus important dans le sens de l'indentation (Fig. IV. 21).

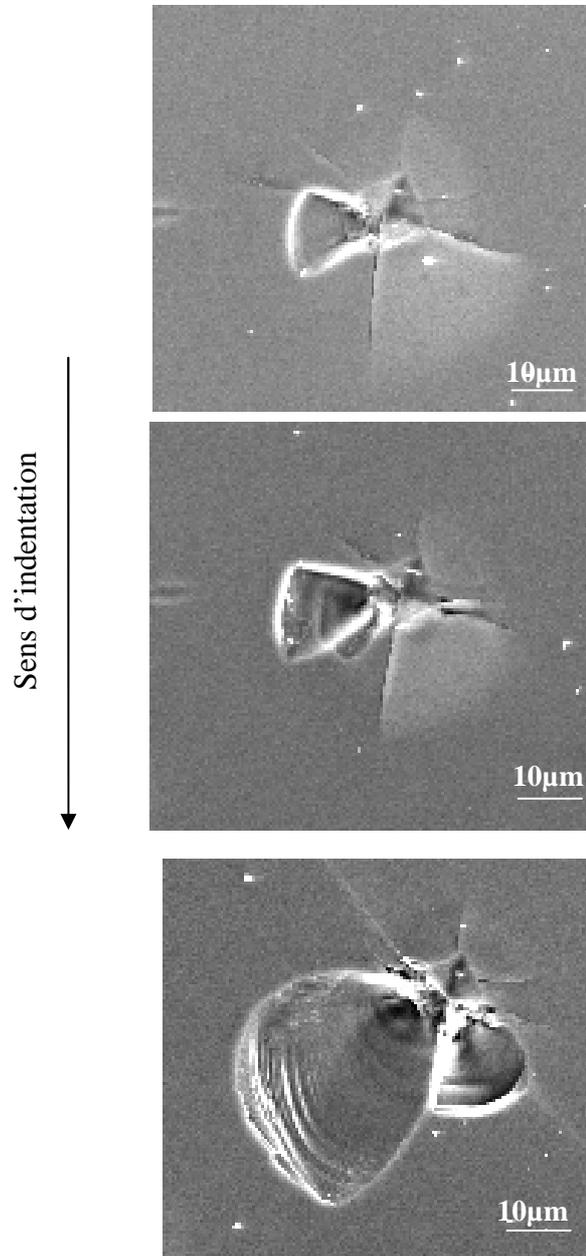


Fig. IV. 21 : Micrographies MEB montrant l'importance du phénomène d'extrusion suivant le sens d'indentation

Le phénomène d'extrusion (écaillage) est dû aux fissures latérales. Les fissures superficielles latérales sont générées au bord de l'impression de contact. Elles se propagent dans le matériau presque parallèle à la surface et sont délimitées par des fissures radiales. Ces fissures,

résultant de la relaxation structurale, apparaissent aux coins de l'empreinte. Les grandes charges produisent des microfissures; déplacement et l'extrusion du matériau (écaillage).

On peut schématiser le développement d'écaillage par la figure (IV. 22) :

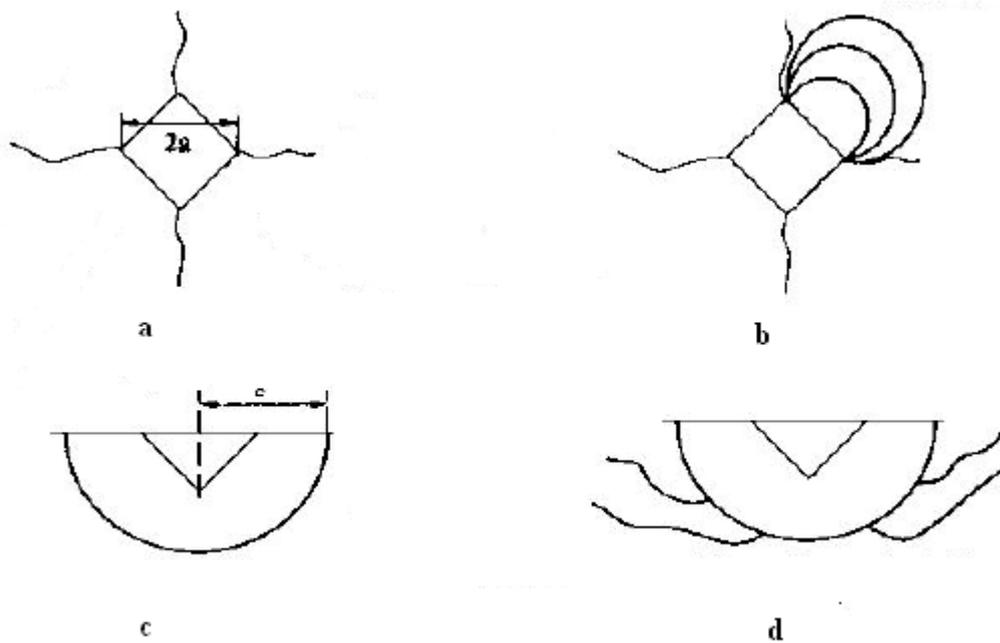


Fig. IV. 22 : Schéma montrant le développement de l'écaillage.

L'importance de l'écaillage varie, généralement, d'une charge à une autre, il est plus important lorsque celle-ci est forte.

A travers cette étude nous pouvons conclure que le phénomène de transformations de phase est plus important dans des échantillons épais ($600\ \mu\text{m}$ et $400\ \mu\text{m}$) et plus particulièrement pour la charge 10 g. La diminution des épaisseurs entraîne une fragilisation des échantillons.

Durant ce travail nous avons réalisé une étude préliminaire. Nous comptons l'approfondir par des investigations à l'échelle micrométrique.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail de mémoire de magistère a porté sur les transformations de phases, induites par microindentation, dans le silicium monocristallin de différentes épaisseurs.

Il a été axé principalement sur l'effet de l'épaisseur sur la formation de différentes phases.

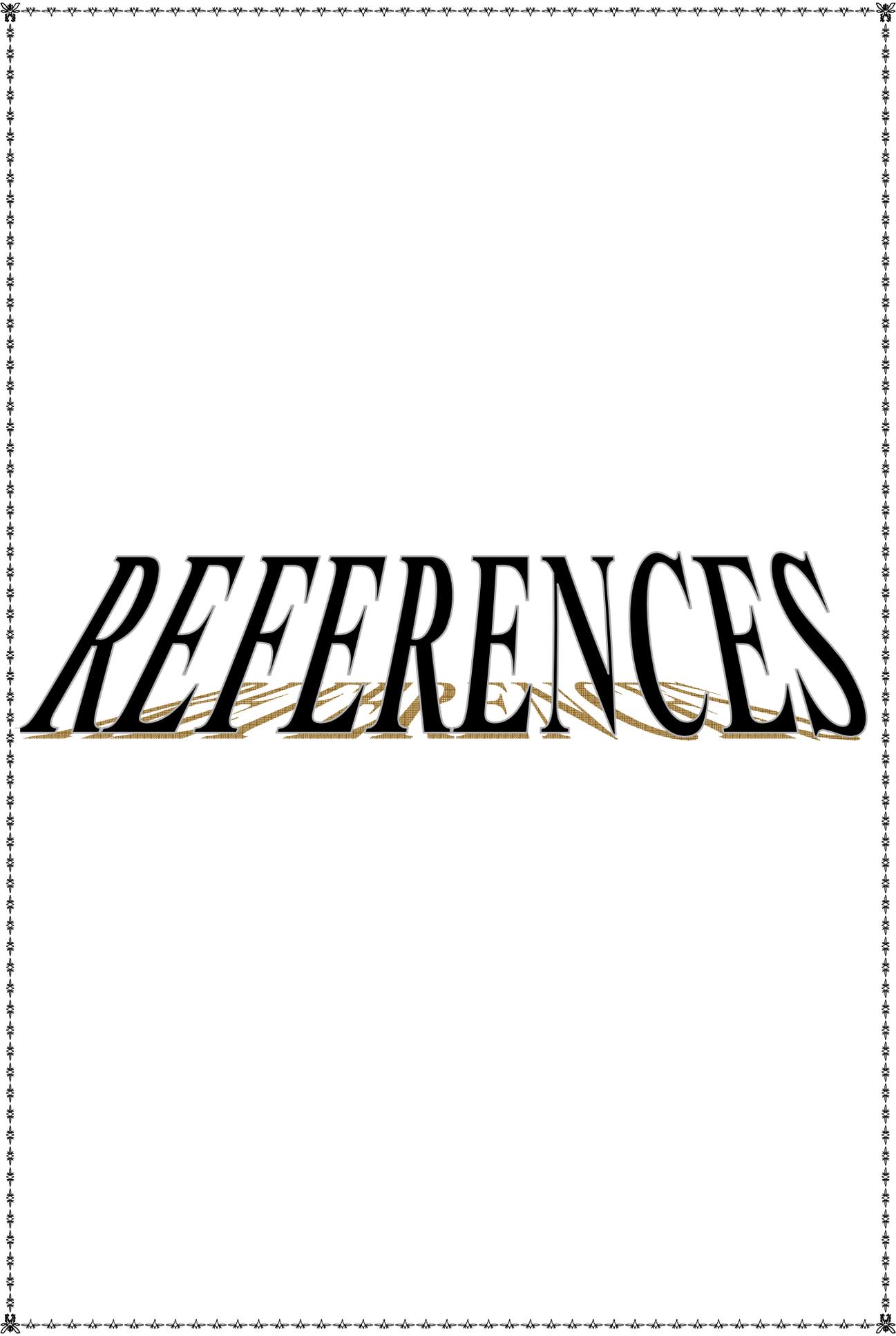
Nous avons effectué une série de tests d'indentation sur silicium Si (100) d'épaisseurs 600, 400, 350 et 250 μm . Différentes charges ont été utilisées 5, 7, 10 et 12g pour 100 indentation (empreintes). Les échantillons, ainsi préparés, ont été caractérisés essentiellement par la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB).

Les analyses par la diffraction des rayons X ont montré la formation des phases ; Si-III, Si-IV, Si-XII, Si-XIII. Pour une épaisseur de silicium Si(100) donnée, la nature et l'importance des phases dépend de la charge appliquée. Cette observation a été constatée dans le cas où l'épaisseur de Si (100) varie.

Les phases Si-IV et Si-XIII ont été décelées dans tous les échantillons indentés. La formation de la phase Si-IV est un peu inattendue car elle peut se produire après un léger chauffage des échantillons. Nous notons que quelques échantillons présentent un phénomène d'amorphisation.

Nos observations ont montré que pour la plus faible charge, à savoir 5g ; aucune phase ne s'est formée. Mais un phénomène d'amorphisation a été détecté dans le cas des épaisseurs 350 et 250 μm .

Enfin, nous nous sommes intéressés à l'étude de la dureté et de la ténacité. Pour ce faire, nous avons caractérisé nos échantillons la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB). Nos mesures de dureté et de ténacité montrent une bonne concordance avec celles rencontrées dans la littérature. Nous avons montré que les fissures formées sont des fissures médianes. Leur importance a entraîné un phénomène d'extrusion.



REFERENCES

REFERENCES

- [1] A. Iost, R. Bigot, *Matériaux et techniques*, hors série, 41, (1996)
- [2] D. Chicot, *Mémoire d'habilitation à diriger des recherches (HDR)*, Université de Lille1, (1996)
- [3] L. Doucet, *Thèse de doctorat*, Institut National Polytechnique de Grenoble, (1996)
- [4] P. Lavel, E. Felder, *Matériaux et techniques n° :1-2*, (1993)
- [5] Wu. Souheng, Marcel Dekker, Book, Rs. 16283, (1982)
- [6] A.V. Pocius, Hanser Publishers, 279, (1997)
- [7] P. Morisset, P. Salmon, CETIM, 976, (1988)
- [8] P. L. Larsson, A. E. Giannakopoulos, E. Söderlund, D.J. Rowcliffe, R. Vestergaard, *Int. J. Sol. Stru*, **33**, N°2, 248, (1996)
- [9] G. Casalino, E. Ghorbel, C. Pappalettere, *Int. Conf. Mater. Eng.*, Gallipoli - Lecce, 226, (1996)
- [10] F. Tancreta, F. F. Osterstockb, *Colloque SF2M Section-Ouest: Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion*, Angers, (2005)
- [11] A.E. Giannakopoulos et S. Suresh, *Scripta Materiala*, **40**(10), 1191, (1999)
- [12] A. E Giannakopoulos, P. L. Larsson, R. Vestergaars, *Int. J. Sol. Stru*, **31**, 19, 2708, (1994)
- [13] J. Gubicza, A. Juhasz et G. Voros, *J. Mater. Sci*, **31**(12), 3109, (1996)
- [14] J.L Loubet., J.M.Georges, O. Marchesini, G. Meille, *Journal of tribology*, **106**, 43, (1984)
- [15] D. Tabor, Clarendon Oxford, Books, (1951)
- [16] P. S. Follansbee, G. B. Sinclair, Part I: Analysis", *Int. J. Sol. Stru*, **20**, 1, 91, (1984)
- [17] E. R. Kral, K. Komvopoulos, D. B. Bogy, *ASME J. Appl. Mec*, **60**, 841, (1993)
- [18] E. R. Kral, K. Komvopoulos, D. B. Bogy, *J. Appl. Mec*, *Transactions of the ASME*, **62**, 20, (1995)
- [19] E. Felder, *Colloque SF2M (Société Française De Matériaux). Section-Ouest: Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion*, Angers, (2005)
- [20] R. Bigot, *Thèse de doctorat*, Université de Lille1, (1995)
- [21] B.R. Lawn, M.V. Swain, *J. Mater. Sci*, **10**, 122, (1975)
- [22] B.R. Lawn, R. Wilshaw, *J. Mater. Sci*, **10**, 1081, (1975)
- [23] R.H. Marion, *ASTM STP 678 Edited by S.W. Freiman Philadelphia*, 111, (1979)
- [24] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, *Acta Metallurgica*, **24**, 956, (1976)
- [25] A.G. Evans, E.A. Charles, *Am. J. Ceram. Soc*, **59**, Issues 7-8, 372, (1976)
- [26] A.G. Evans, *ASTM STP 678 Edited by S.W. Freimann Philadelphia*, 135, (1979)
- [27] J.E. Blendell, *Thèse de doctorat*, Massachussets Institute of Technology, (1979)
- [28] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, *Am. J. Ceram. Soc*, **63**, Issues 9-10, 581, (1980)

- [29] D.B. Marshall et B.R. Lawn. Am. J. Ceram. Soc, **60**, 86, (1977)
- [30] J. Malzbender, J.M.J. den Toonder, A.R. Balkenende, Mater. Sci. Eng, **R36**, 47, (2002)
- [31] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman, J. Mater. Sci. Lett, **1**, 16, (1982)
- [32] D. Chicot, A. Pertuz, F. Roudet, M.H. Staia, J. Lesage, Mater. Sci. Tec, **20**, 884, (2004)
- [33] K.Niihara, Morena, D.P. Hasselman, J. Mater. Sci. Lett, **1**, 13, (1982)
- [34] A.G. Evans, E.A. Charles, Am. J. Ceram. Soc, **59**, 371, (1976)
- [35] C.B." Ponton, R.D. Rawlings, Mater. Sci. Tec, **5**, 865, (1989)
- [36] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, J. Appl. Phys, **66**, 10, 156, (1995)
- [37] R. J. Stephenson, J. Appl. Phys, **22**, 246, (1960)
- [38] B. Bhushan, Handbook of Micro/Nano Tribology, New York, 322, (1995)
- [39] M. Ohring, J. Appl. Phys,**45**, 1102, (1992)
- [40] P.W. Bridgman, Proc. Am. Acad. Arts. Sci, **76**, 70, (1948)
- [41] P. W. Bridgman, Proc. Am. Acad. Arts. Sci, **81**, 251, (1952)
- [42] S. Minomura, and H.G. Drickamer, J. Phys. Chem. Sol, **23**, 456, (1962)
- [43] J.H. Westbrook, and J.J. Gilman, J. Appl. Phys, **33**(7), 2360, (1962)
- [44] J. C. Jamieson, Science, 139, (1963)
- [45] I.V. Gridneva, , Yu. V. Milman, V.I. Trefilov, Phys. Stat. Sol.(a),**14**, 182, (1972)
- [46] G.M. Pharr, , W.C. Oliver, , D.R. Clarke, Scripta Metallurgica **23**(11), 1952, (1989)
- [47] D.L. Callahan, , J.C. Morris, J. Mater. Res., **7**(7), (1992)
- [48] J.J. Gilman, Mat. Res. Innovat, **1**, 76, (1997)
- [49] J. C. Morris, , D.L. Callahan, , J. Kulik, Am. J. Ceram. Soc, **78**(8), 2020, (1995)
- [50] G. M. Pharr, W. C. Oliver, R. F. Cook, P. D. Kirchner, M. C. Kroll and T. R. Dinger, J. Mater. Res.**7**, 961, (1992)
- [51] J. Jang, M.J. Lance, S.Q. Wen, Y Ting. G. M.Tsui and Pharr, Acta Materialia **53**, 1770, (2005)
- [52] R.A. Flinn, , P.K. Trojan, Engineering materials and their applications, 4th edition, Houghton Mifflin Company, (1990)
- [53] A. Mujica , A. Rubio , A. Munoz, , R.J. Needs, Phys. Rev. Mod, **75**, 912, (2003)
- [54] V. I. Trefilov, V. A. Borisenko, G. G. Gnesin, I. V. Grindneva, Y. V. Milman and S. I. Chugunova, Dokl. Acad. Nauk. SSSR **239**, 579, (1978)
- [55] P. Mc. Millan, B. Pirou and R. Couty, J. Chem. Phys. **81**, 4234, (1984)
- [56] J. C. Lambropoulos, S. Xu and T. Fang, Am. J Ceram. Soc. **79**, 1441, (1996)
- [57] M. Yoshida, A. Onodera, M. Ueno, K. Takemura and O. Shimomura, Phys. Rev. **B48**, 10587, (1993)
- [58] M. T. Yin and M. L. Cohen, Phys. Rev. Lett. **50**, 2006, (1983)
- [59] M. Grimsditch, Phys. Rev. **B34**, 4373, (1986)

- [60] M. Grimsditch, A. Polian and A. C. Wright, Phys. Rev. **B54**, 152, (1996)
- [61] Y. K. Vohra and T. S. McCauley, Diam. Relat. Mater. **3**, 1087, (1993)
- [62] M. Hanfland and K. Syassen, Res. **3**, 242, (1990)
- [63] Y. Sakamoto, P. Entel, J. Hafner, W. W. Schmahl, K. G. Nickel and A. Kailer, Phys. Rev, **B**, (1999)
- [64] R. J. Kobliska, S. A. Solin, M. Selders, R. K. Chang, R. Alben, M. F. Thorpe and D. Weaire, Phys. Rev. Lett. **29**, 725, (1972)
- [65] G. M. Pharr, W. C. Oliver, R. F. Cook, P. D. Kirchner, M. C. Kroll, T. R. Dinger, D. R. Clarke, J. Mater. Res. **7**, 972, (1992)
- [66] I. V. Gridneva, Y. V. Milman and V. I. Trefilov, Phys. Stat. Sol., (a) **14**, 177, (1972)
- [67] Y. G. Gogotsi, S. N. Dub, A. Kailer and K. G. Nickel, J. Mater. Res, (1999)
- [68] K. Minowa, and K. Sumino, Phys. Rev. Lett, **69**(2), 325, (1992)
- [69] A.P. Gerck; D. Tabor, **271**(5647), 733, (1978)
- [70] L.C. Zhang , I. Zarudi , J. Zou , W. McBride, Appl. Phys. Lett, **85**, 934, (2004)
- [71] A. B. Mann, D. van Heerden, J. B. Pethica, T. P. Weihs, J. Mater. Res. **15**, 1754, (2000)
- [72] A. B. Mann, D. van Heerden, J. B. Pethica, P. Bowes, T. P. Weihs, A. Philos. Mag. **82**, 1921, (2002)
- [73] Y. G. Gogotsi, V. Domnich, S. N. Dub, A. Kailer, K. G. Nickel, J. Mater. Res. **15**, 879, (2000)
- [74] A. Kailer, Y. G. Gogotsi and K. G. Nickel, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **499**, 225, (1998)
- [75] Ge. Debin, PhD Thesis, Université Drexel, (2004)
- [76] J. Crain, G. J. Ackland, J. R. Maclean, R. O. Piltz, P. D. Hatton and G. S. Pawley, Phys. Rev. **B50**, 13043, (1994)
- [77] Struers A/S, Pederstrupvej 84 DK-2750 Ballerup, Denmark, (2010)
- [78] I. Zarudi , L.C. Zhang, J. Mater. Res., **19**(1), 337, (2004)

ABSTRACT

This work relates to the study of the phase transformations induced by micro-indentation tests carried out on (100) single-crystal silicon for various thicknesses 600, 400, 350 and 250 μm . Various loads (5, 7, 10 and 12 g) were used during this work for 100 prints thoroughly spaced.

The samples, thus prepared, were characterized by X-rays diffraction (XRD), optical microscopy and the scanning electronic microscopy (SEM).

The observations showed that for the weakest load, namely 5g, no phase was formed. But a amorphisation phenomenon of was detected in the case of thicknesses 350 and 250 μm .

The nature and the importance of the obtained phases depend on the applied load. This observation was noted when the Si thickness varies. Si-IV and Si-XIII phases were detected in all indented samples.

Hardness and toughness measurements, carried out by optical and SEM micrographs, show a good agreement with those met in the literature.

Key words: single-crystal silicon, Microindentation, X-rays diffraction,
Optical microscopy, scanning electronic microscopy, Phase transformations,
Hardness, toughness.

المخلص

هذا العمل يخص الدراسة التحولات الطورية التي تحدث بواسطة الآثار المجهرية فوق السليكون أحادي التبلور ذو سمك 250,350,400,600 ميكرو متر.

الكتل المستعمل (12 غ, 10 غ, 7 غ, 5 غ) في هذا العمل ل 100 اثر متباعين بصفة متساوية التقنيات المستعملة لدراسة هذه العينات هي:

✓ مطيافية الأشعة السينية.

✓ المجهر الضوئي .

✓ المجهر الماسح الالكتروني.

الملاحظات التي تشاهد للكتل الضعيفة 5 غ , عدم تشكل طور لكن تشكل ظاهرة اللاتبلور التي حدثت في حالة السمك 250 و350 ميكرو متر

نوعية الاطوار المتشكلة و أهميتها مرتبطان بالكتل المطبق. هذه الملاحظات مستوحات من السليكون ذو السمك المختلف

الاطوار Si-IV و Si-XIII موجودة في كل العينات.

قياسات الصلادة والصلابة عن طريق الصور المستنتج من المجهر الضوئي و المجهر الماسح الالكتروني اكدت ما تم اكتشافه في بحوث سابقة.

الكلمات المفتاحية :

✓ السليكون أحادي التبلور.

✓ الآثار المجهرية.

✓ مطيافية الأشعة السينية.

✓ المجهر الماسح الالكتروني.

✓ الصلادة.

✓ الصلابة.

Résumé

Ce travail de mémoire de magistère concerne l'étude des transformations de phase obtenues après des tests d'indentation effectués sur du silicium monocristallin d'orientation (100) pour différentes épaisseurs 600, 400, 350 et 250 μm . Différentes charges (5, 7, 10 et 12 g) ont été utilisées au cours de ce travail pour 100 empreintes minutieusement espacées.

Les échantillons, ainsi préparés, ont été caractérisés, essentiellement, par la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB).

Les observations ont montré que pour la plus faible charge, à savoir 5g, aucune phase ne s'est formée. Mais un phénomène d'amorphisation a été détecté dans le cas des épaisseurs 350 et 250 μm . La nature et l'importance des phases obtenues dépendent de la charge appliquée. Cette observation a été constatée dans le cas où l'épaisseur de Si (100) varie. Les phases Si-IV et Si-XIII ont été décelées dans tous les échantillons indentés.

Les mesures de dureté et de ténacité, réalisées à partir des micrographies optiques et MEB, montrent une bonne concordance avec celles rencontrées dans la littérature. Nous avons montré que les fissures formées sont des fissures médianes. Leur importance a entraîné un phénomène d'extrusion.

Mots Clés : Silicium monocristallin, Micro-indentation, Transformations de phase, DRX, MEB, Microscopie optique, Dureté, Ténacité
