

50376  
1994  
273-2

20162572  
50376  
1994  
273-2

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE  
LILLE

THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES DES MATÉRIAUX

par Guillaume BERNARD-GRANGER

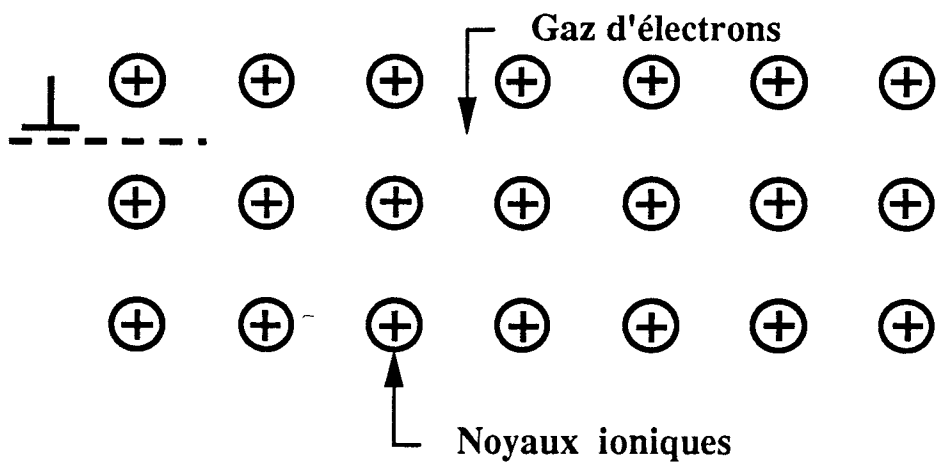
Dévitrication de la phase intergranulaire du nitrure de silicium. Influence sur les propriétés mécaniques à haute température.

Figures

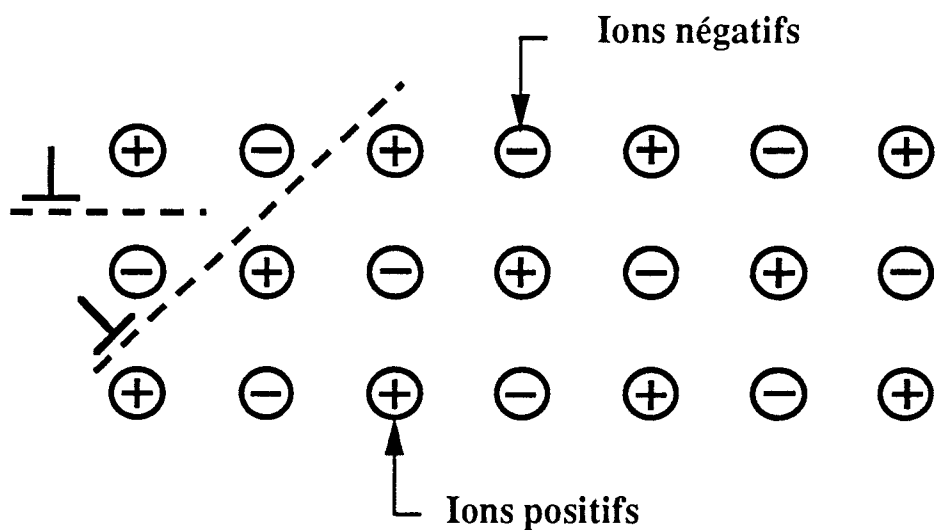
Soutenance le 29 septembre 1994, devant la commission:

P. PERROT (UST Lille)	Président
J.L. BESSON (ENSCI Limoges)	Rapporteur
J. VICENS (ISMRA Caen)	Rapporteur
J. CRAMPON (Université d'Artois)	Examineur
R. SCHALLER (EPF Lausanne)	Examineur
B. CALÈS (Céramiques Desmarquest)	Examineur
R. DUCLOS (UST Lille)	Directeur de thèse

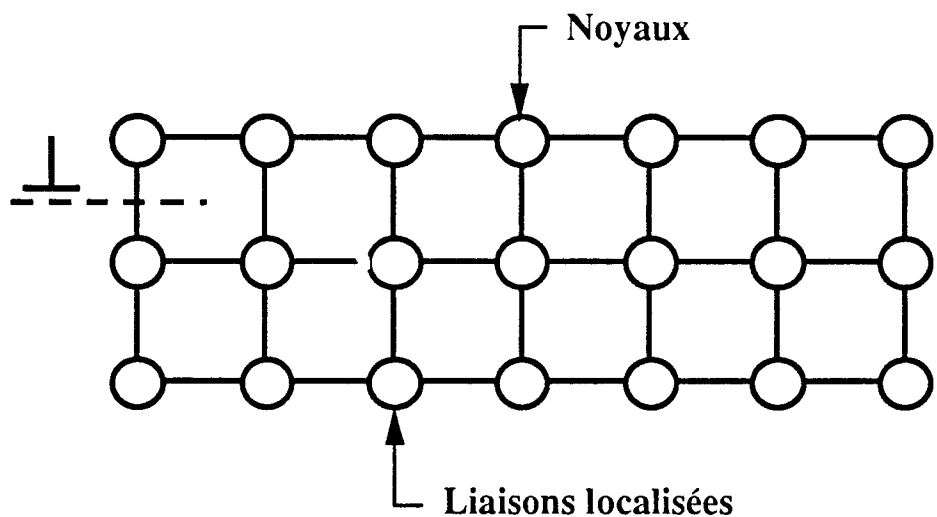
# INTRODUCTION GÉNÉRALE



**Figure 1a: Métal**



**Figure 1b: Céramique ionique**

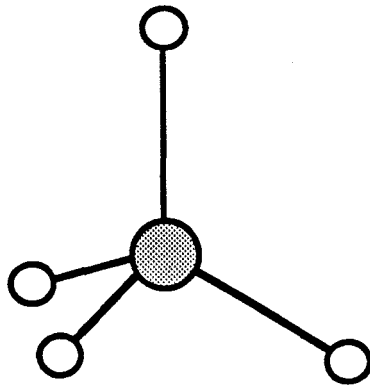


**Figure 1c: Céramique covalente**

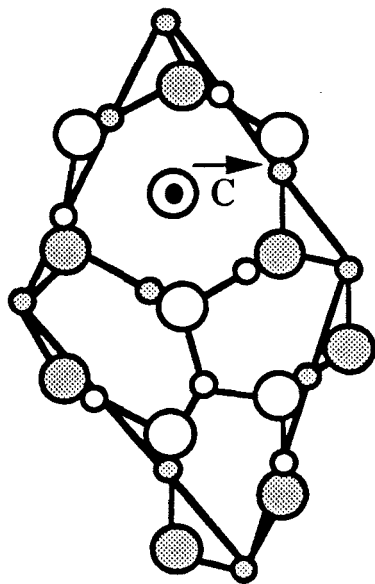
## **CHAPITRE I**

**Le nitrure de silicium dense.**

**Importance de la phase aux joints  
de grains.**

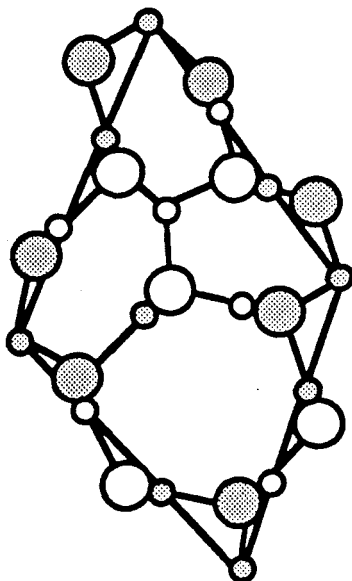


**Figure 1a:** *Tétraèdre SiN<sub>4</sub>*



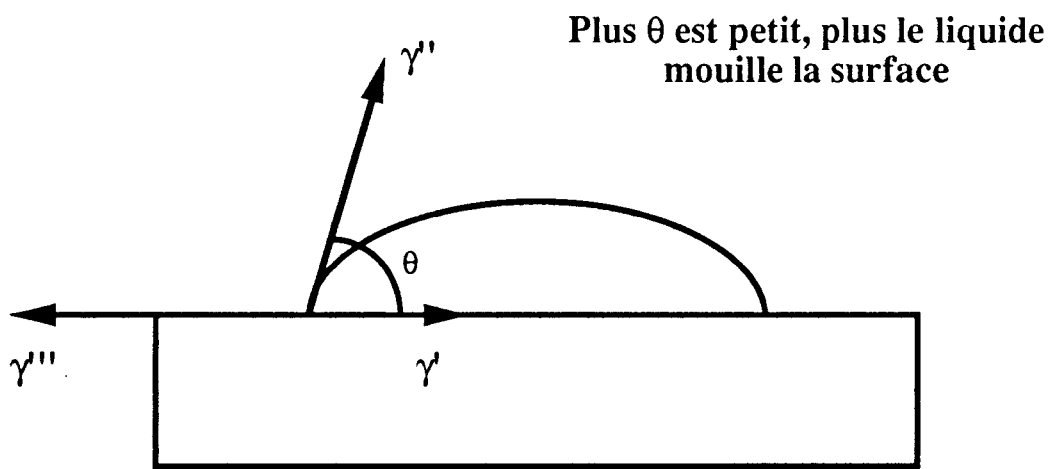
- Si dans le plan A
- Si dans le plan B
- N dans le plan A
- N dans le plan B

**Figure 1b:** *Empilement AB*

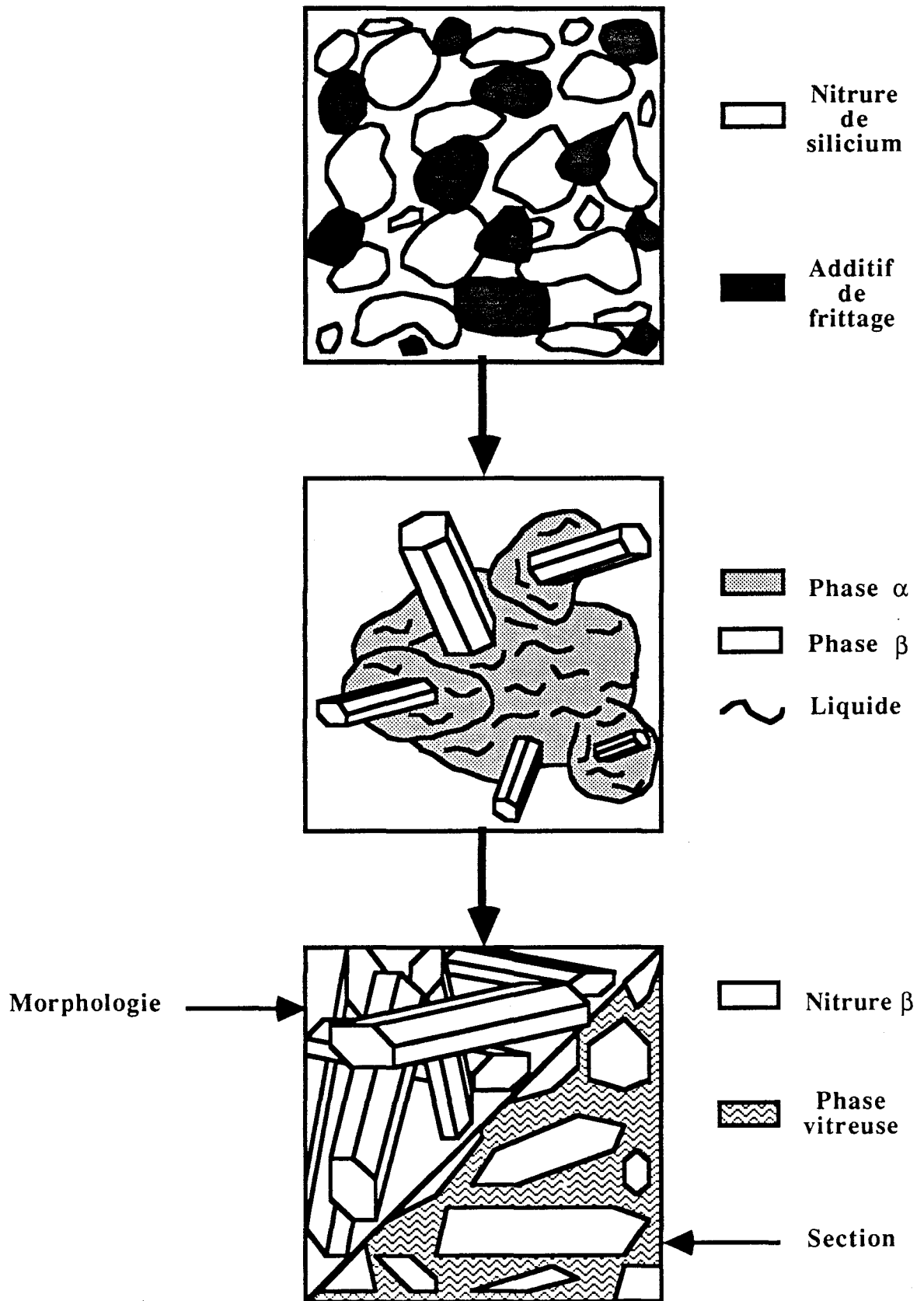


- Si dans le plan C
- Si dans le plan D
- N dans le plan C
- N dans le plan D

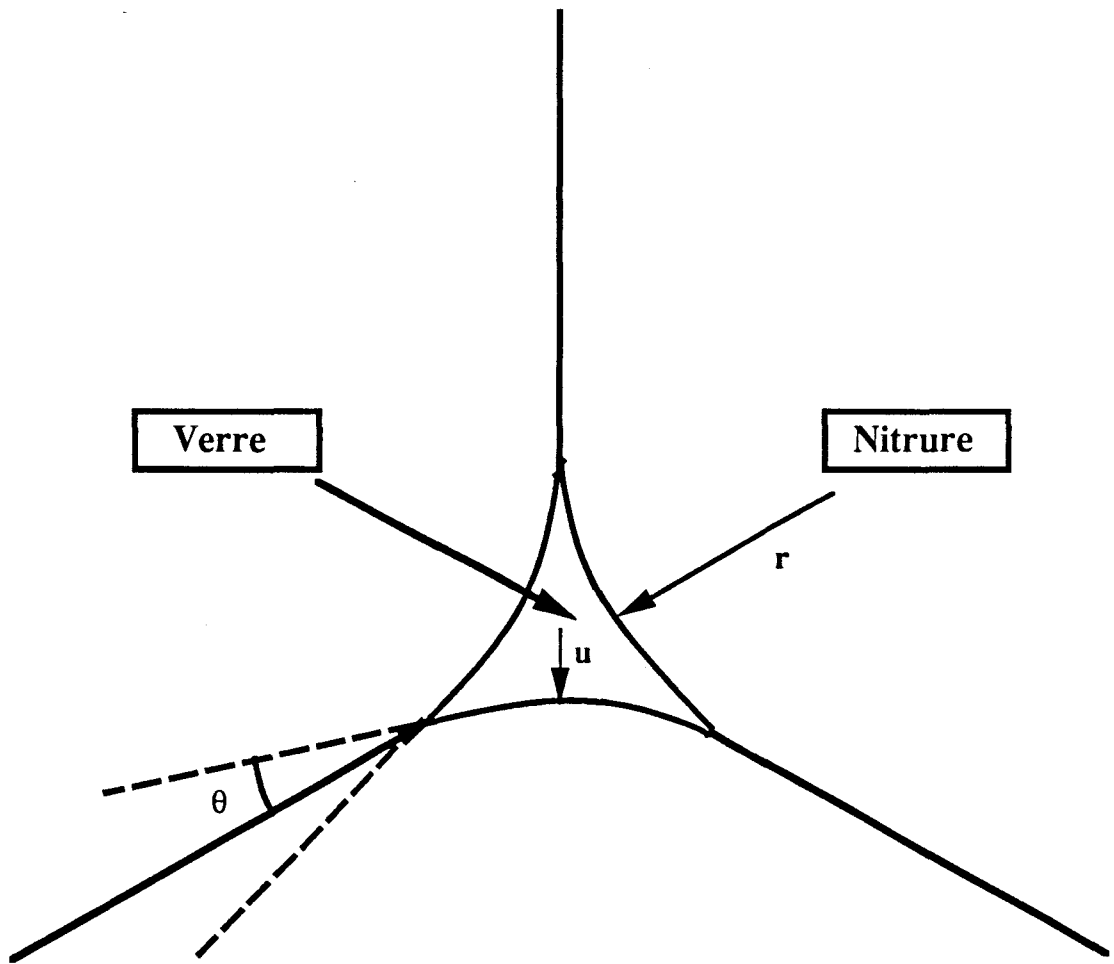
**Figure 1c:** *Empilement CD*



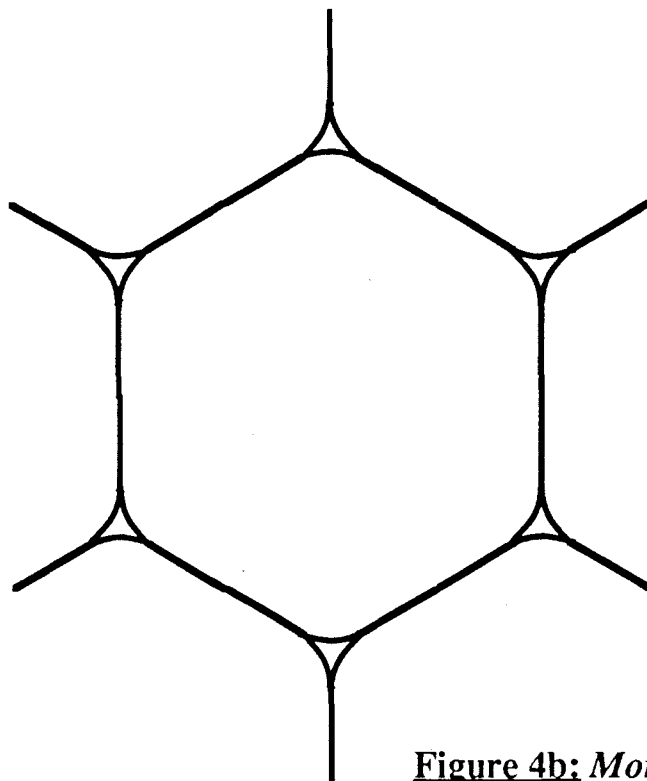
**Figure 2:** *Mouillabilité d'une surface par un liquide*



**Figure 3:** *Processus du frittage en phase liquide*



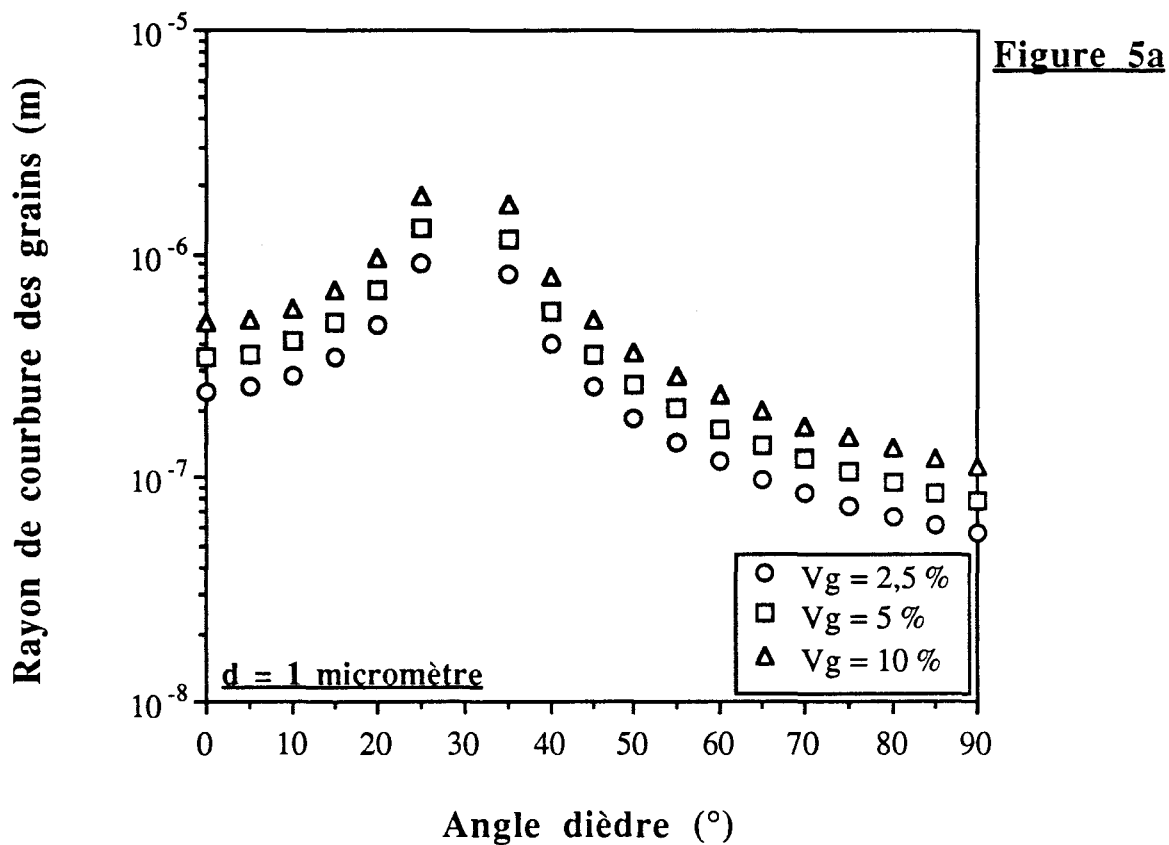
**Figure 4a:** *Morphologie d'un nœud triple*



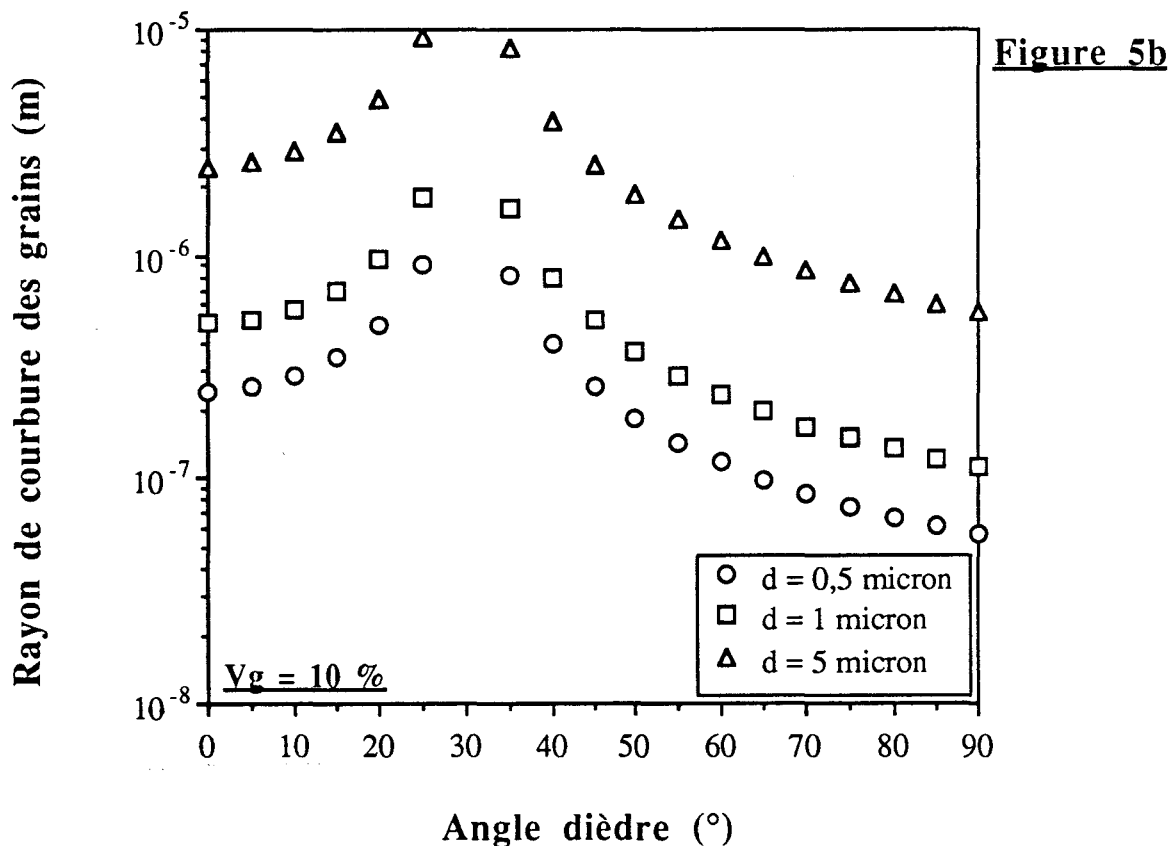
**Figure 4b:** *Morphologie idéale*

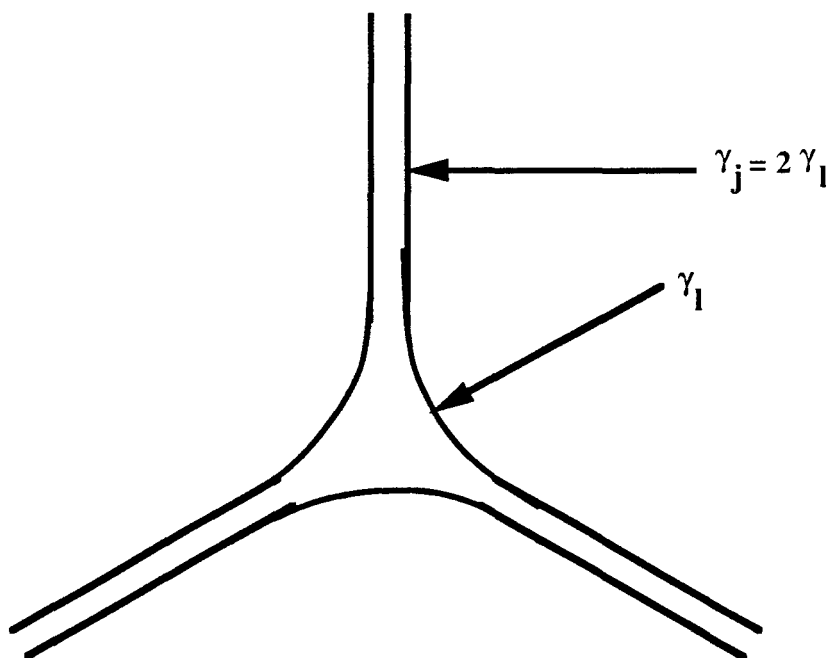


Influence de la quantité de verre et de l'angle dièdre

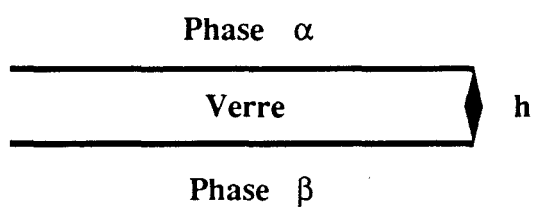


Influence de la taille de grains et de l'angle dièdre





**Figure 6a:** Configuration du nœud triple pour  $\theta = 0$



**Figure 6b:** Equilibre d'un verre entre deux phases cristallines

Epaisseur du film interfacial

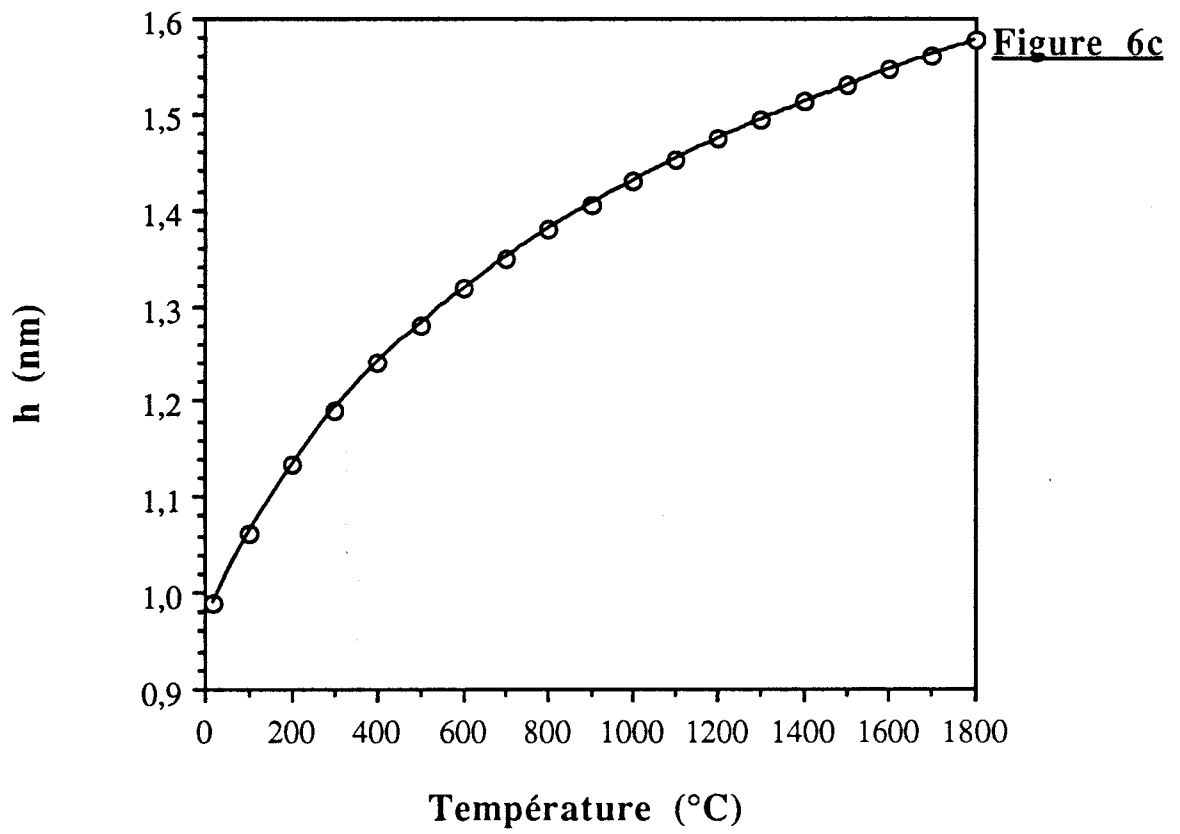
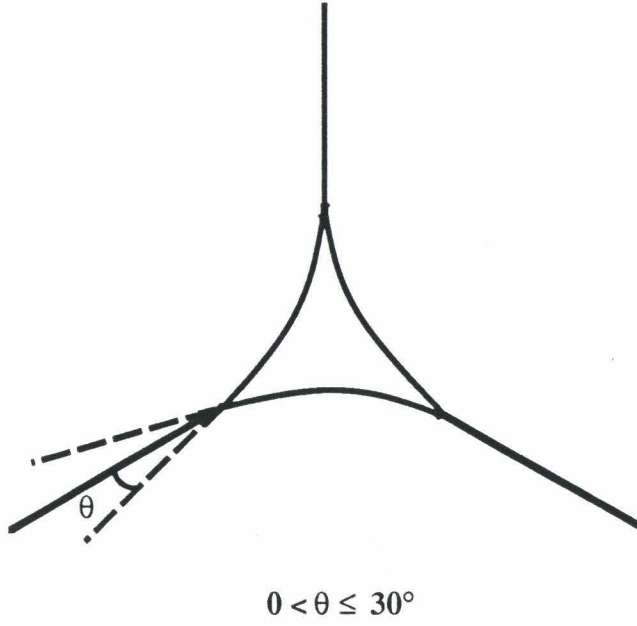
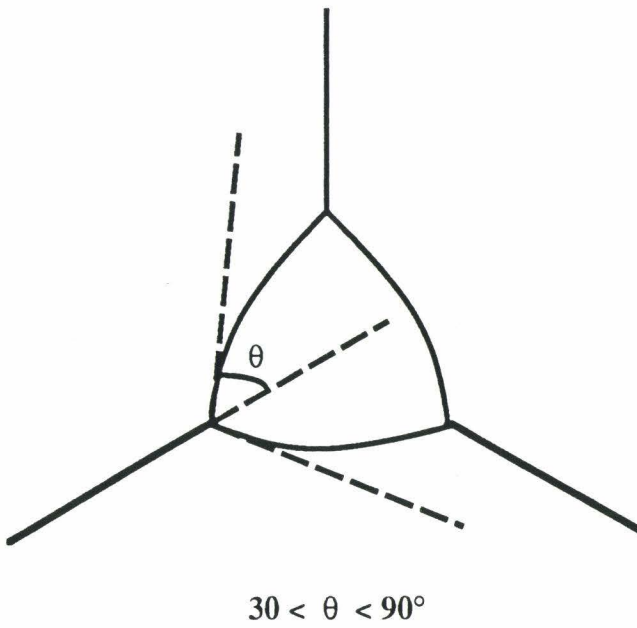


Figure 6c



**Figure 6d:** *Nœud triple pour  $\theta \neq 0$*



**Figure 6e:** *Nœud triple pour  $\theta \neq 0$*

Influence du temps de pressage sur la ténacité [22]

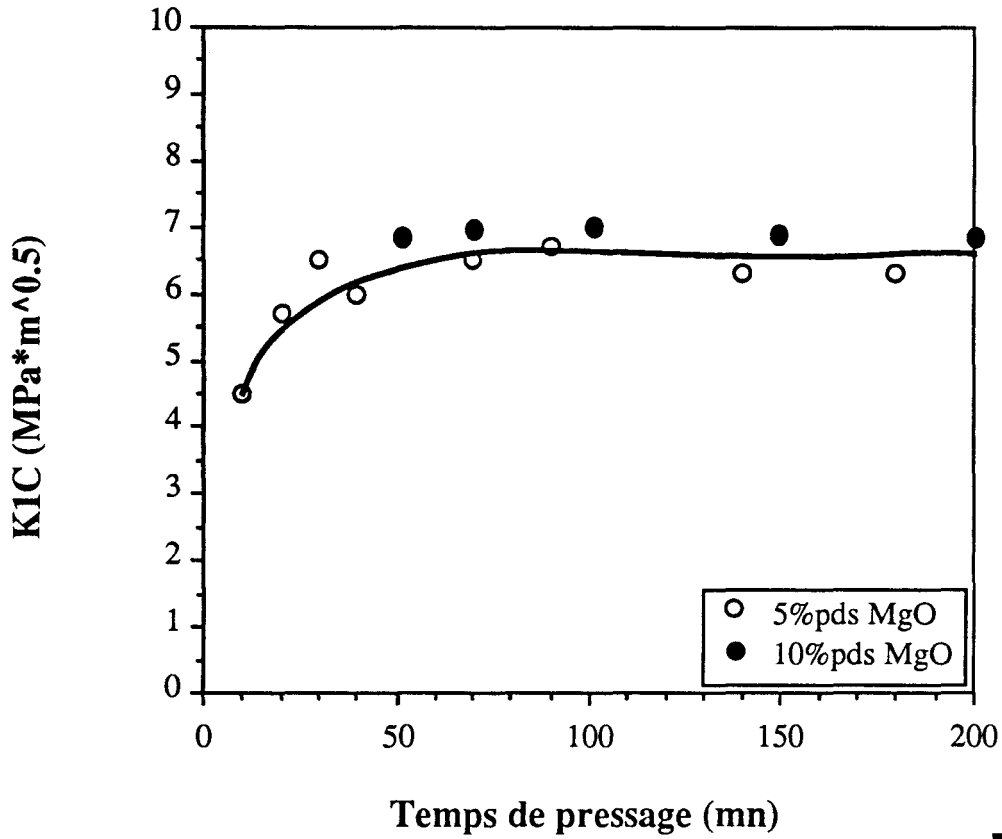
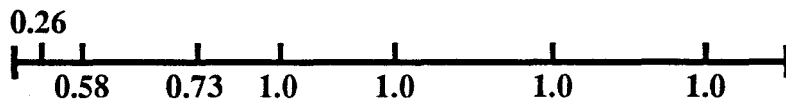


Figure 7a



$\beta$  /  $\beta + \alpha$   
pour 5%pds MgO

Influence du temps de pressage sur la résistance à la flexion [22]

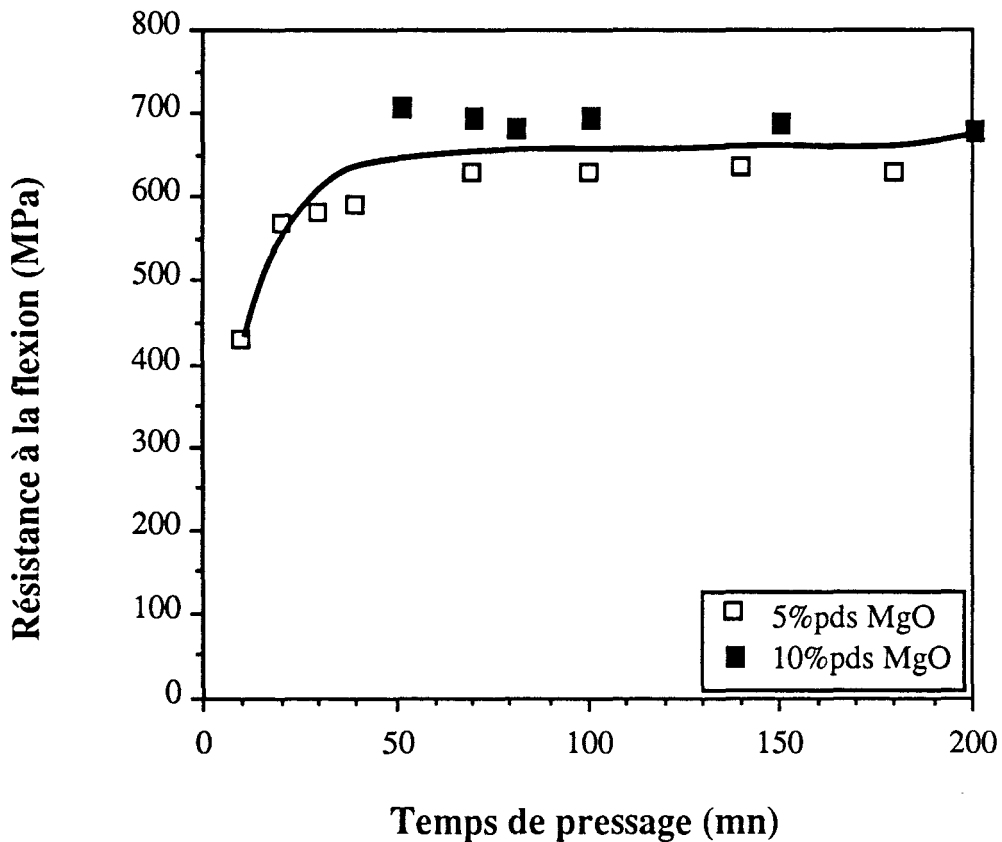
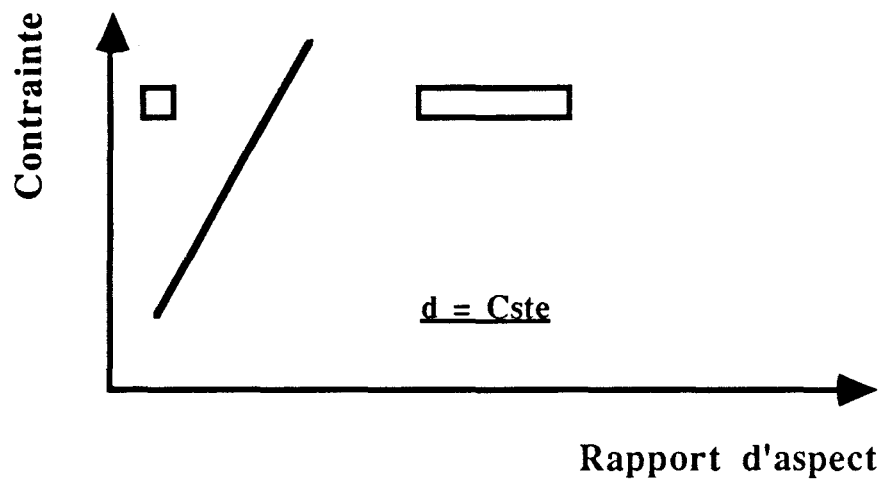
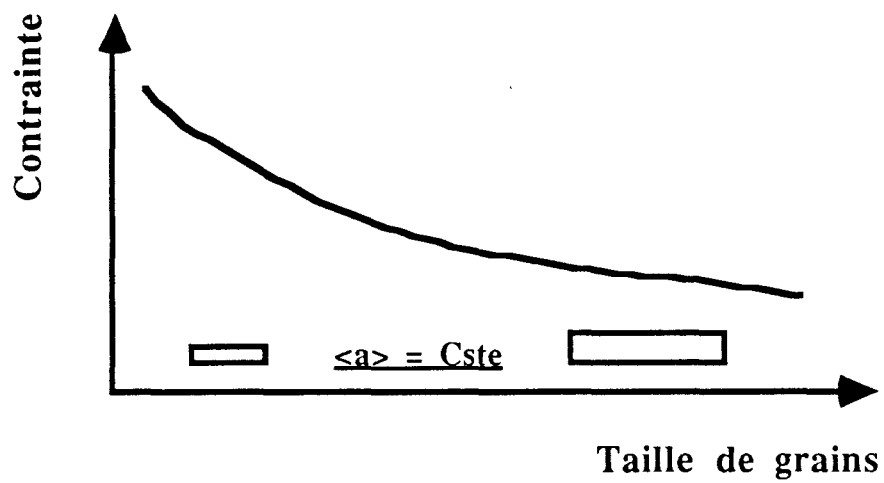


Figure 7b



**Figure 8:** Relation rapport d'aspect contrainte à la rupture [22]



**Figure 9:** Relation taille de grains contrainte à la rupture [22]

Résistance à la flexion à chaud [24, 28-30]

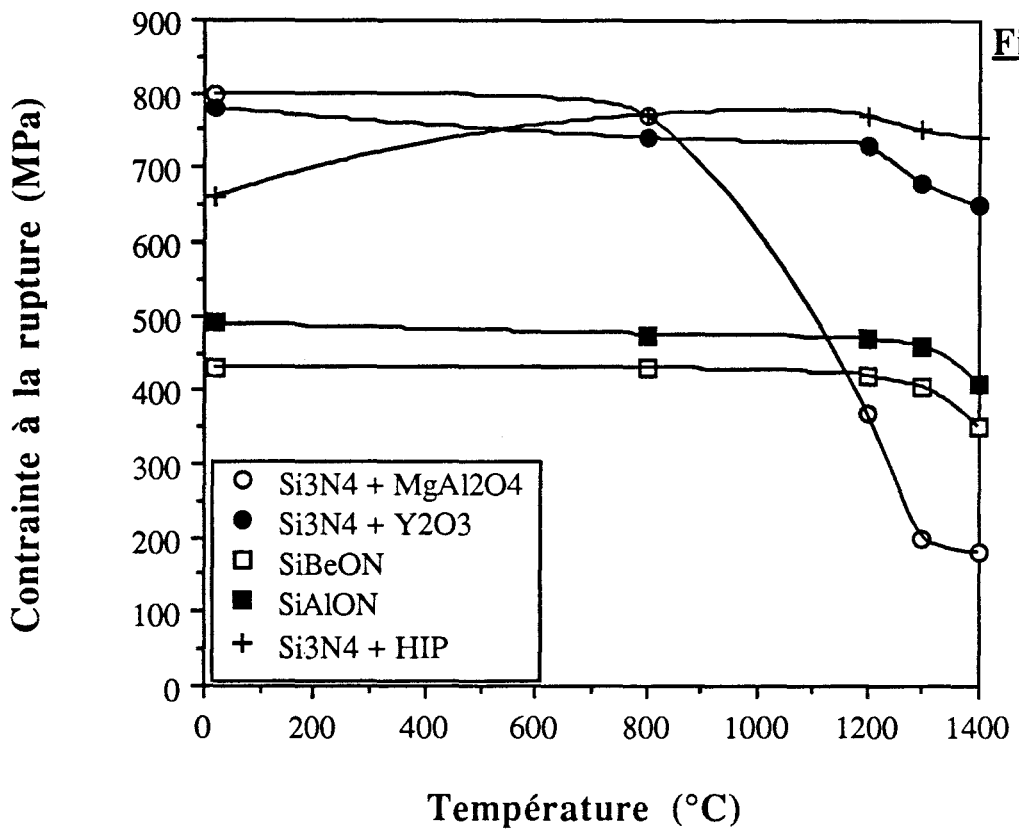


Figure 10

Résistance au fluage [10, 34]

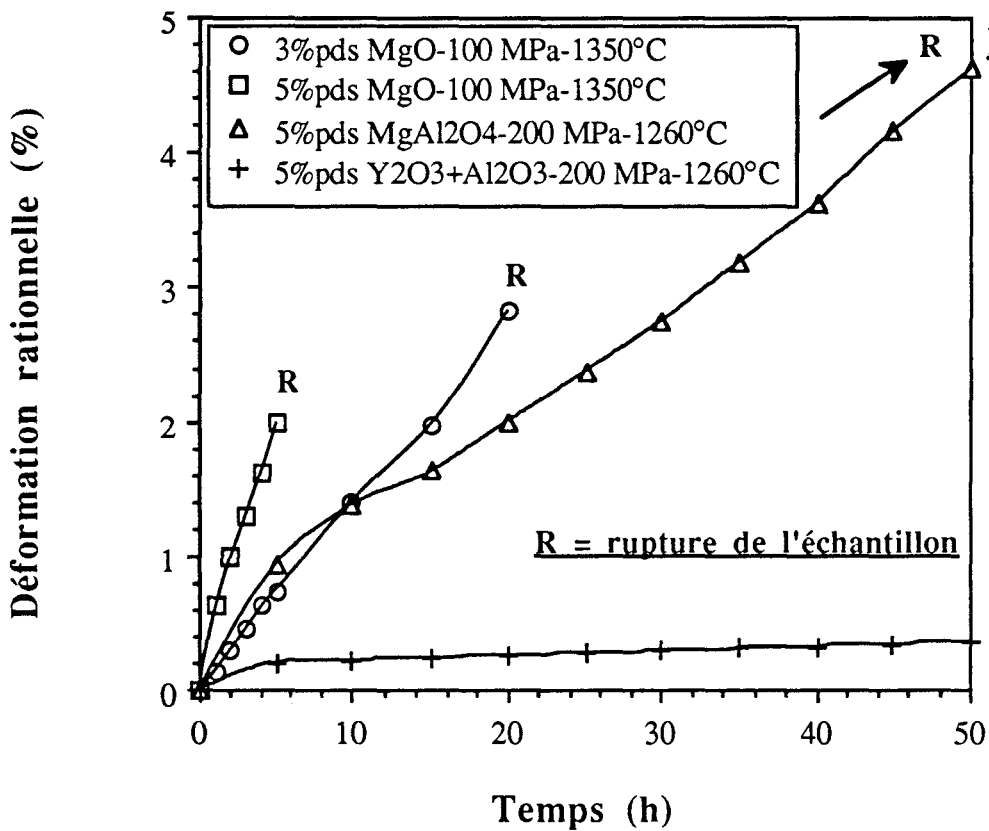
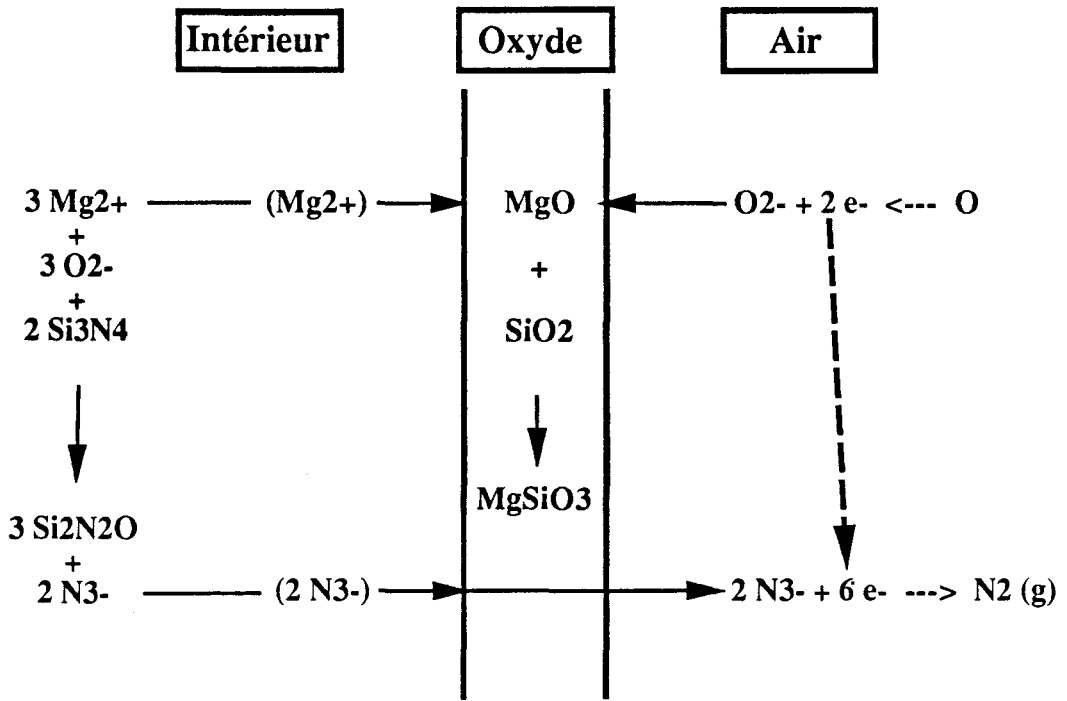
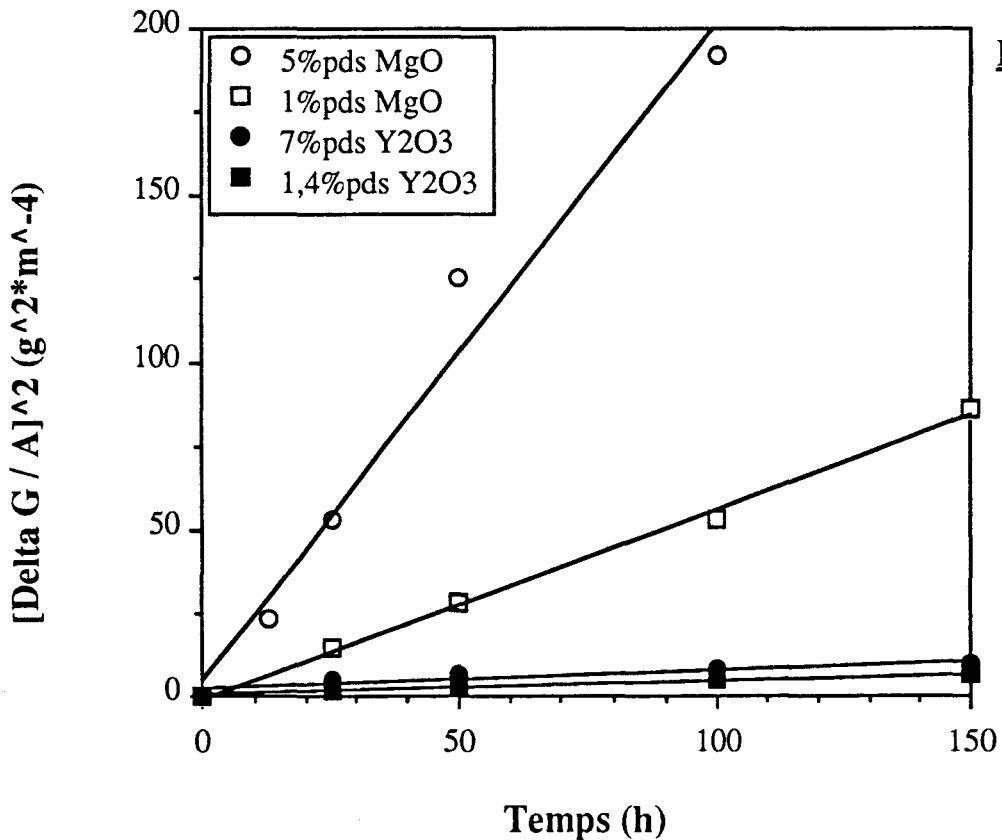


Figure 11



**Figure 12:** Mécanisme d'oxydation du nitrure de silicium ayant pour ajout MgO [10]

Cinétique d'oxydation en fonction des additifs [34]

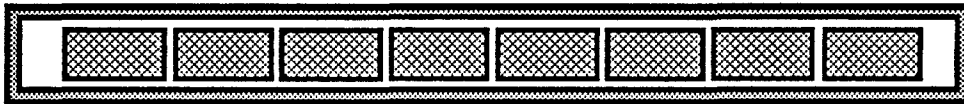




## **CHAPITRE II**

### **Dispositif expérimental:**

- 1) Caractérisations mécaniques**
- 2) Recuits des échantillons**
- 3) Investigations microstructurales.**

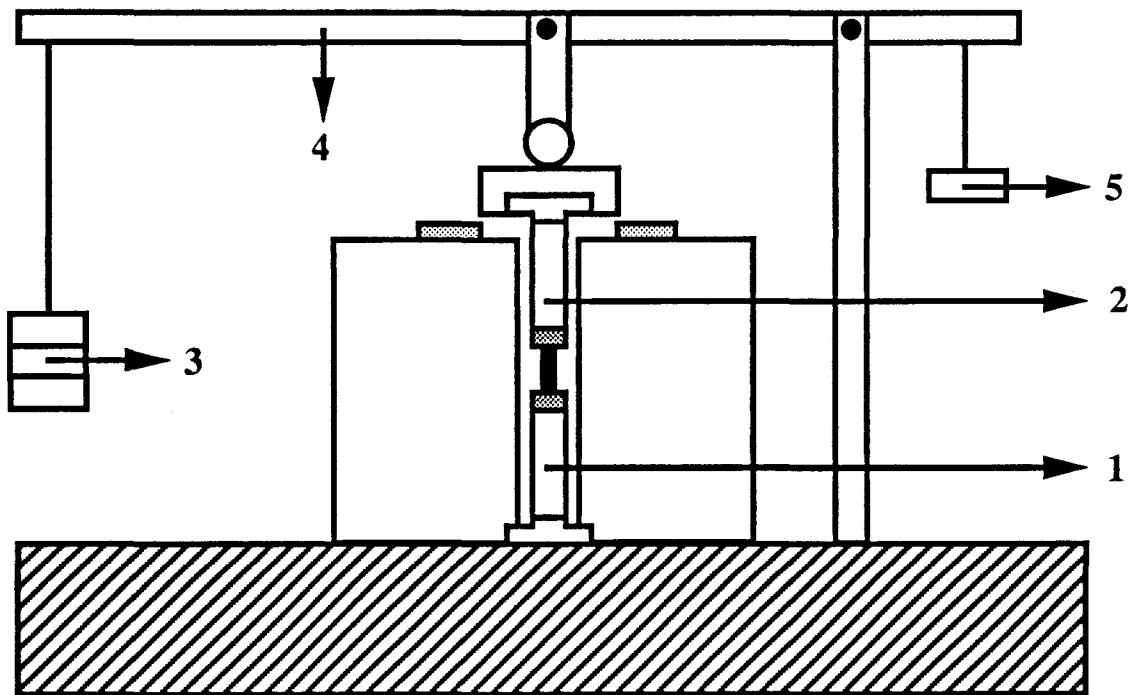


 croûte de frittage

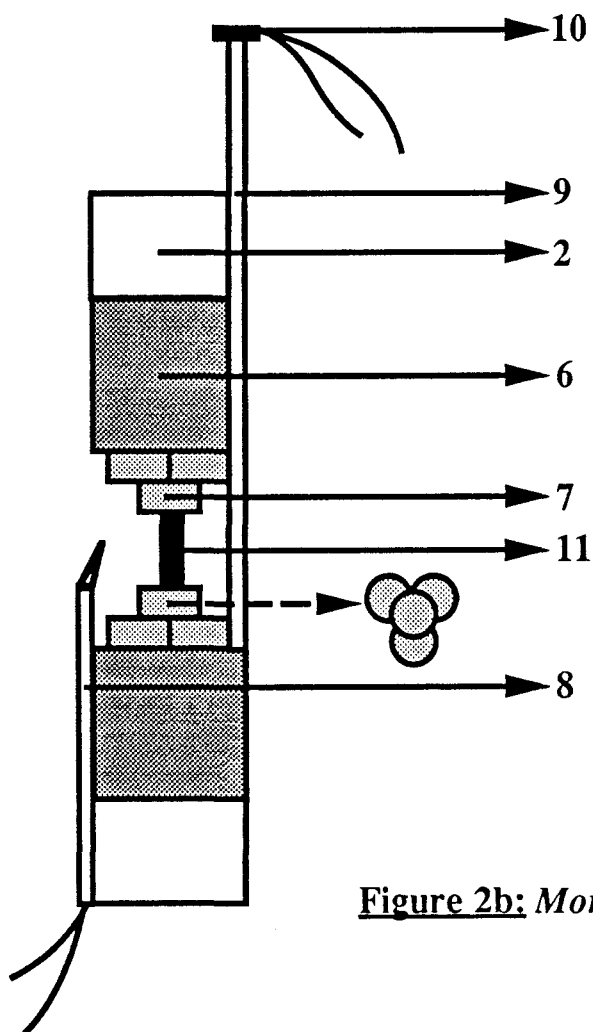
 cœur

 échantillon

**Figure 1: *Echantillons de fluage***

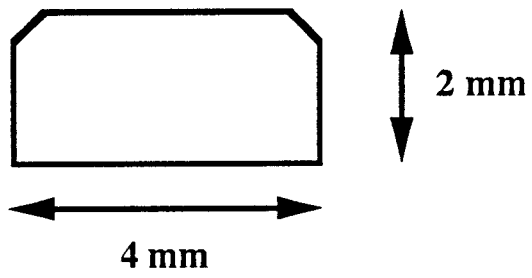
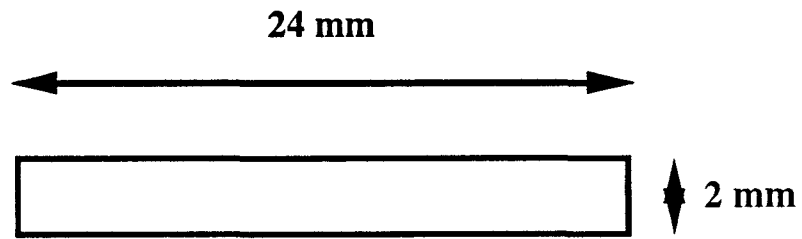


**Figure 2a:** *Dispositif d'application de la charge*

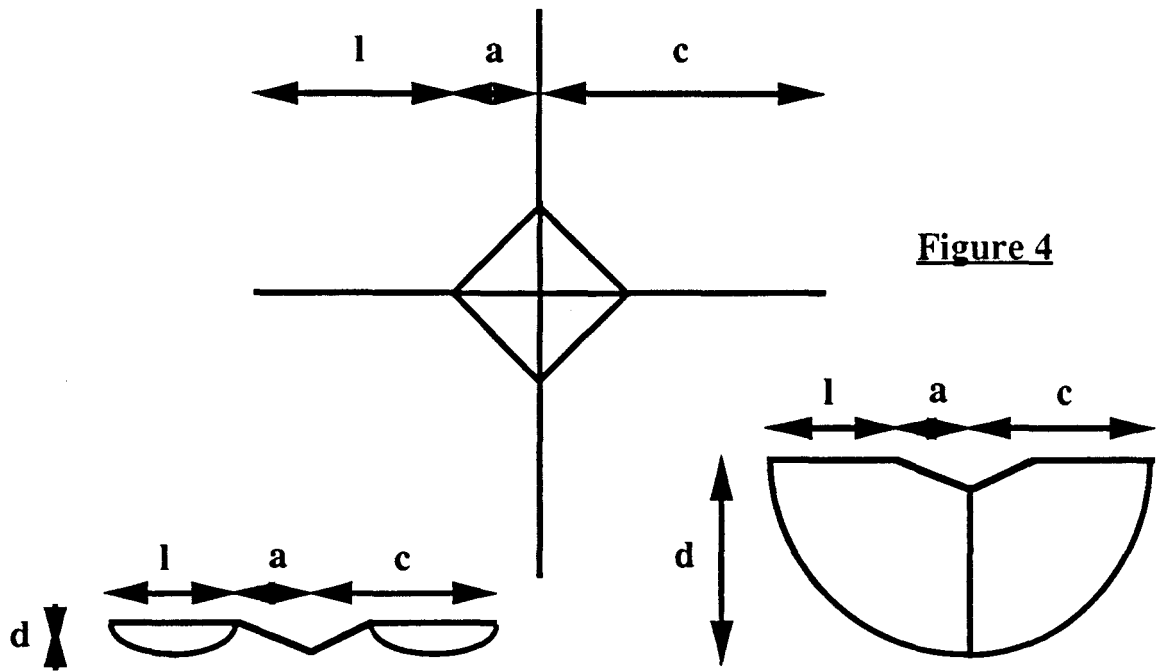


- 1:** piston inférieur
- 2:** piston supérieur
- 3:** charge
- 4:** bras de levier
- 5:** contrepoids
- 6:** sabots en nitrure de silicium
- 7:** pastilles en carbure de silicium
- 8:** thermocouple
- 9:** tige de rappel
- 10:** capteur de déplacement
- 11:** échantillon

**Figure 2b:** *Montage au voisinage de l'échantillon*



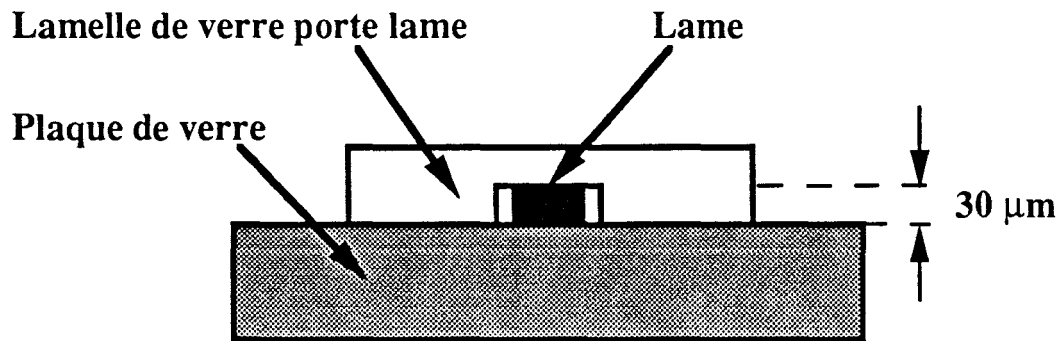
**Figure 3: *Eprouvettes de flexion 3 points***



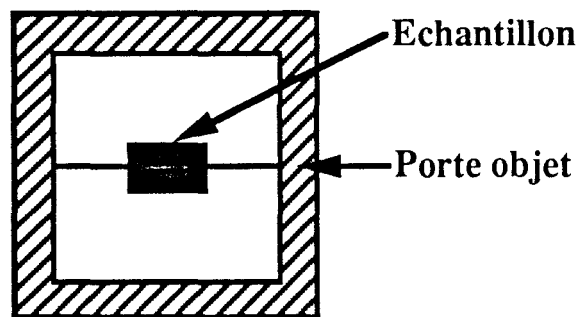
**Figure 4**

*Fissuration selon Palmqvist ( $c/a < 3$ )*

*Fissuration demi-circulaire ( $c/a > 3$ )*



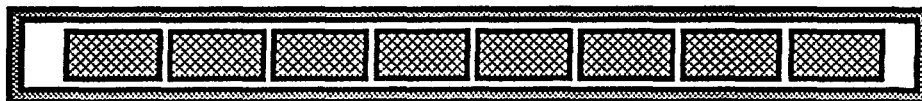
**Figure 5: Prémincissement mécanique**



**Figure 6: Dispositif pour la DRX**


## **CHAPITRE III**

**Dévitrication de la phase  
intergranulaire du nitrure de  
silicium.**




 croûte de frittage

 cœur

 échantillon

a) *Type A*



 croûte de frittage

 cœur

b) *Type B*

**Figure 1:** *Echantillons pour les essais de recuit*

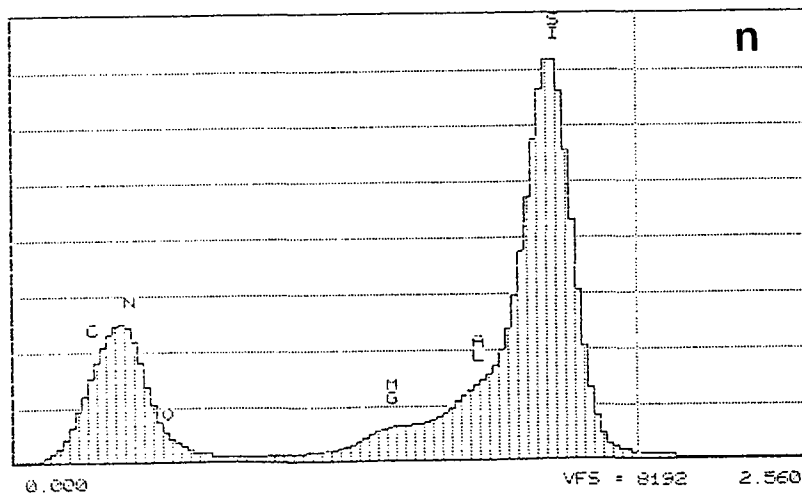
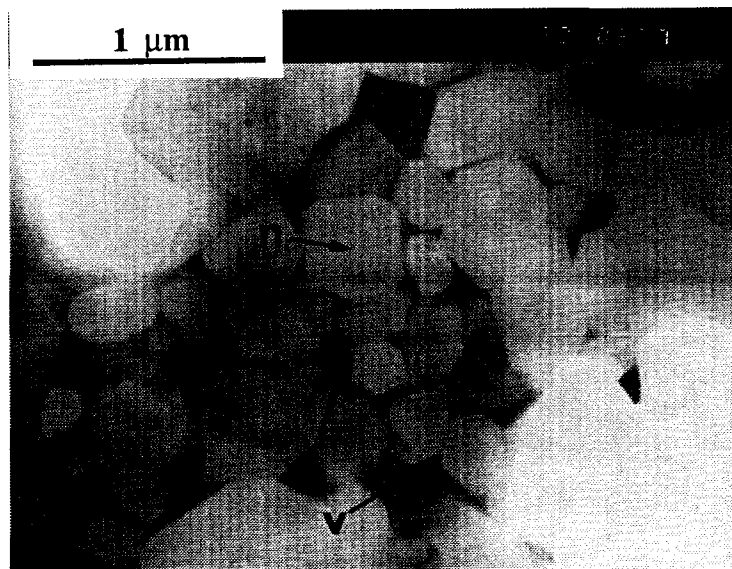
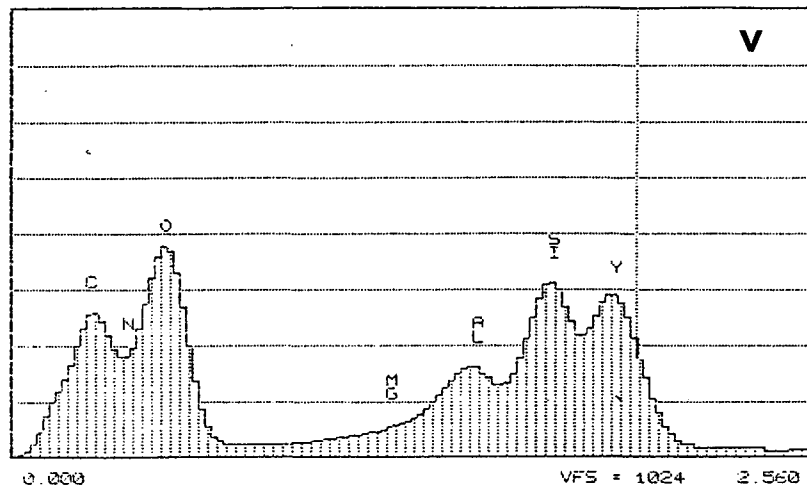


Figure 2a: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Microstructure typique en champ clair



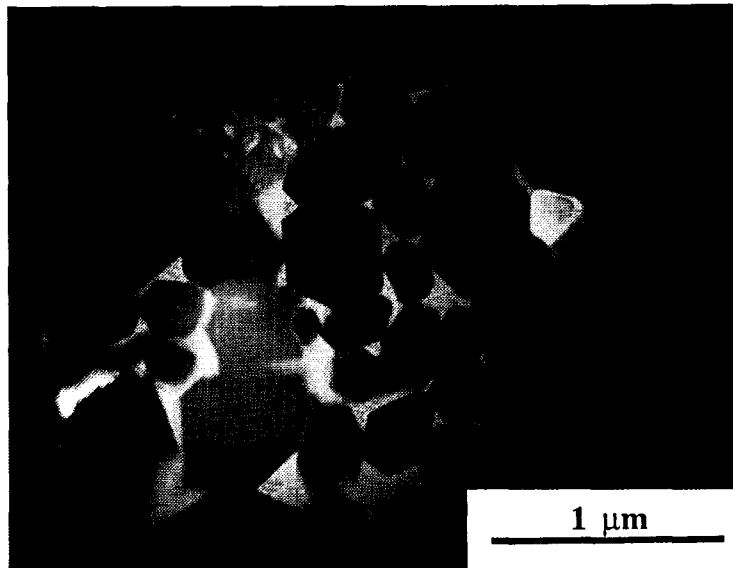


Figure 2b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Microstructure typique en champ sombre

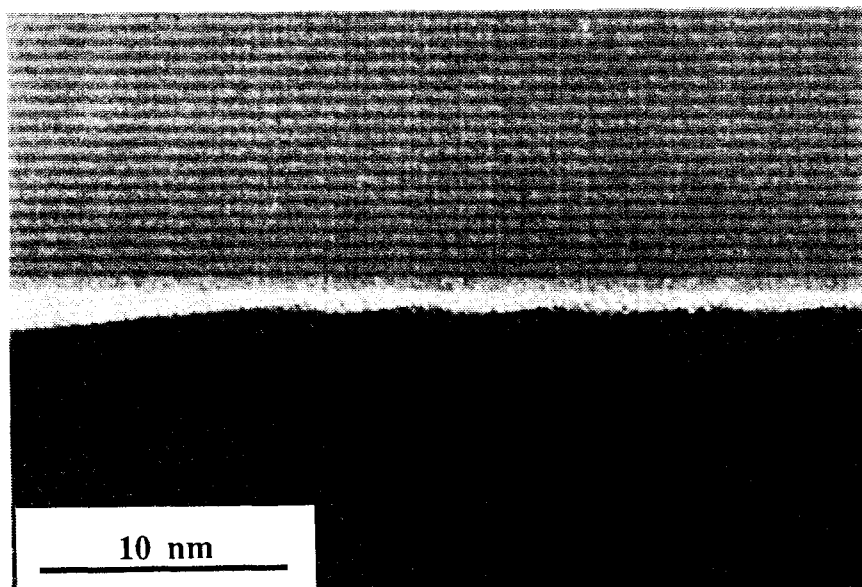


Figure 3: Micrographie en METHR. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Film vitreux interfacial et marches atomiques aux joints

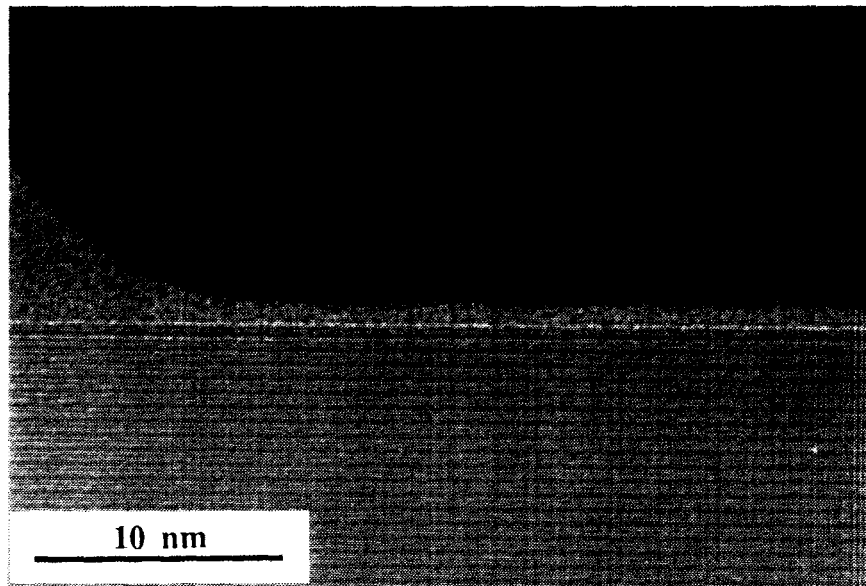


Figure 4: *Micrographie en METHR. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Film vitreux interfacial*

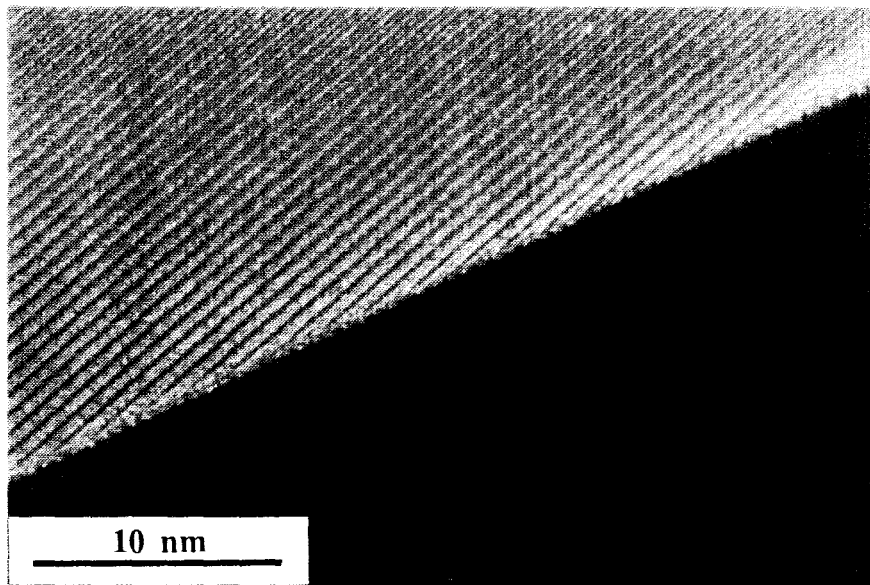


Figure 5: *Micrographie en METHR. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Absence de film vitreux interfacial*

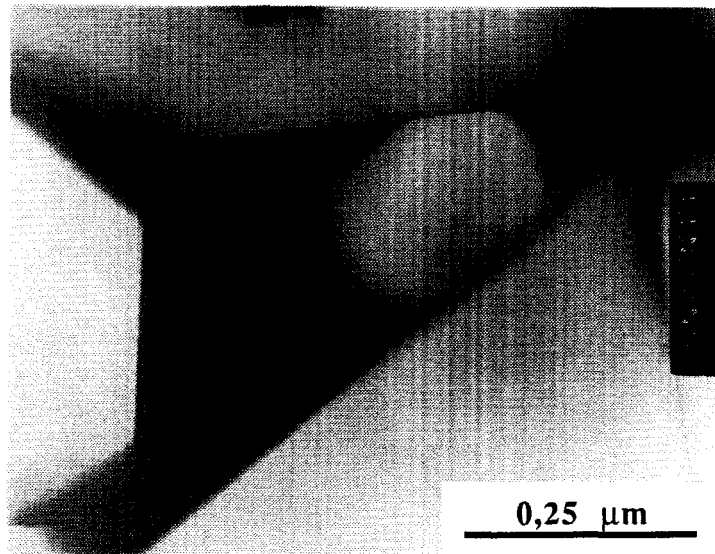


Figure 6a: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Petit grain de nitrure dans poche vitreuse

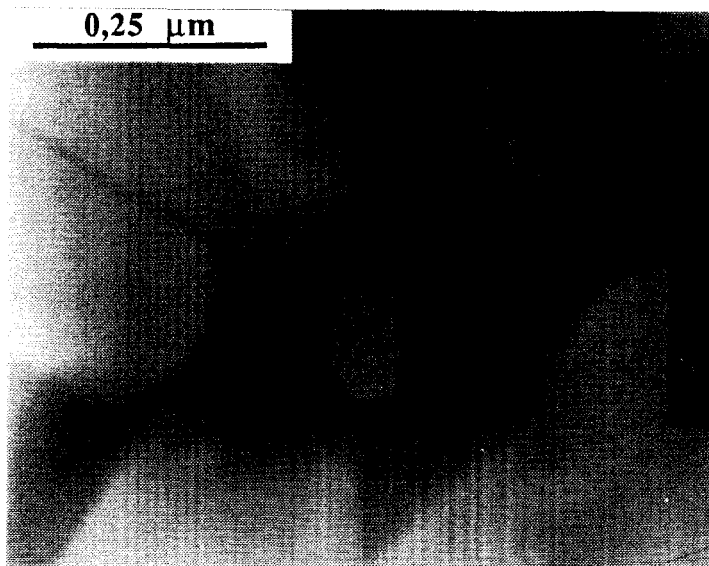
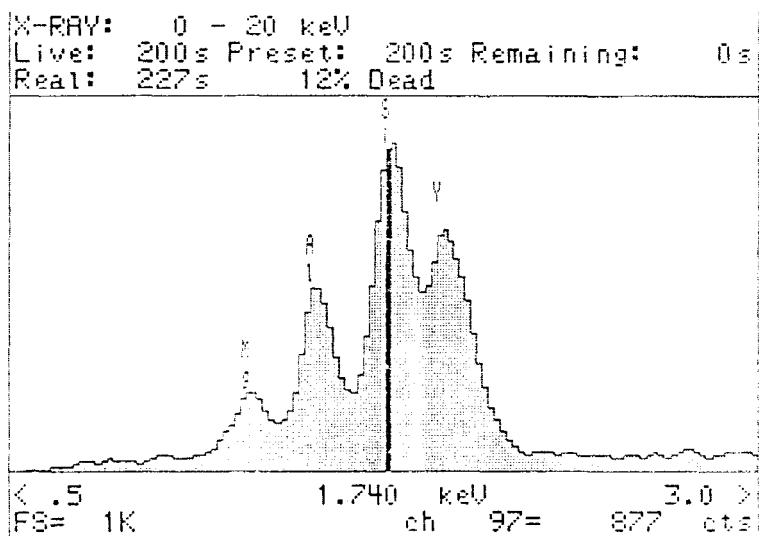
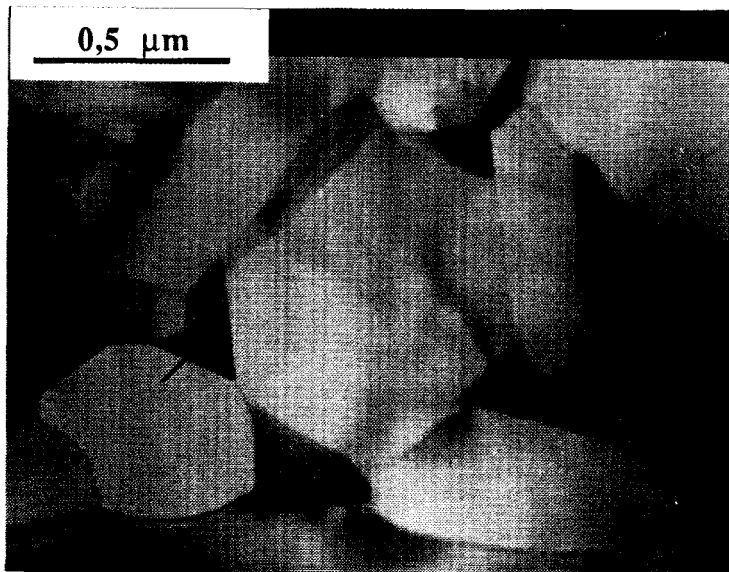


Figure 6b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Petit grain de nitrure dans poche vitreuse



*Figure 7: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 brute de frittage. Phase cristalline aux joints*

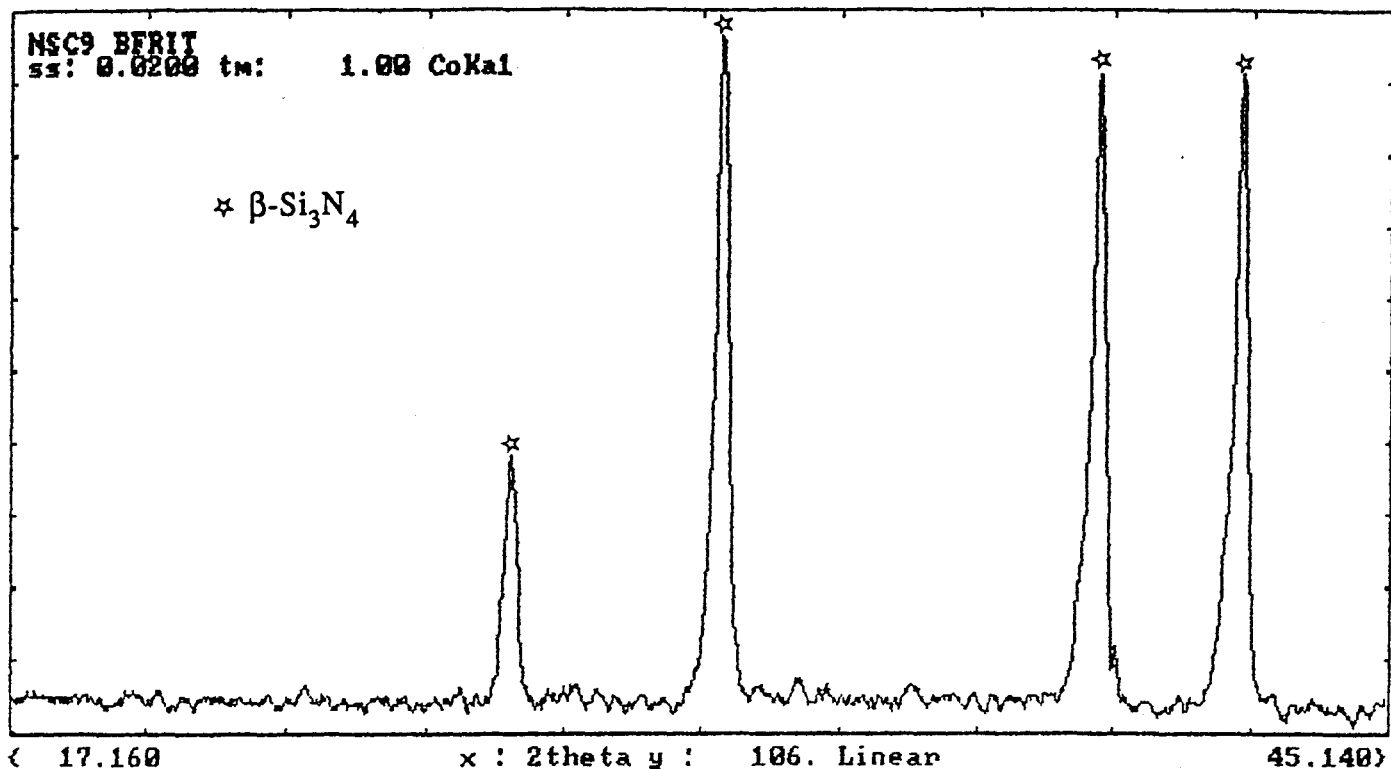


Figure 8: Diagramme de DRX. Nuance NSC9 brute de frittage

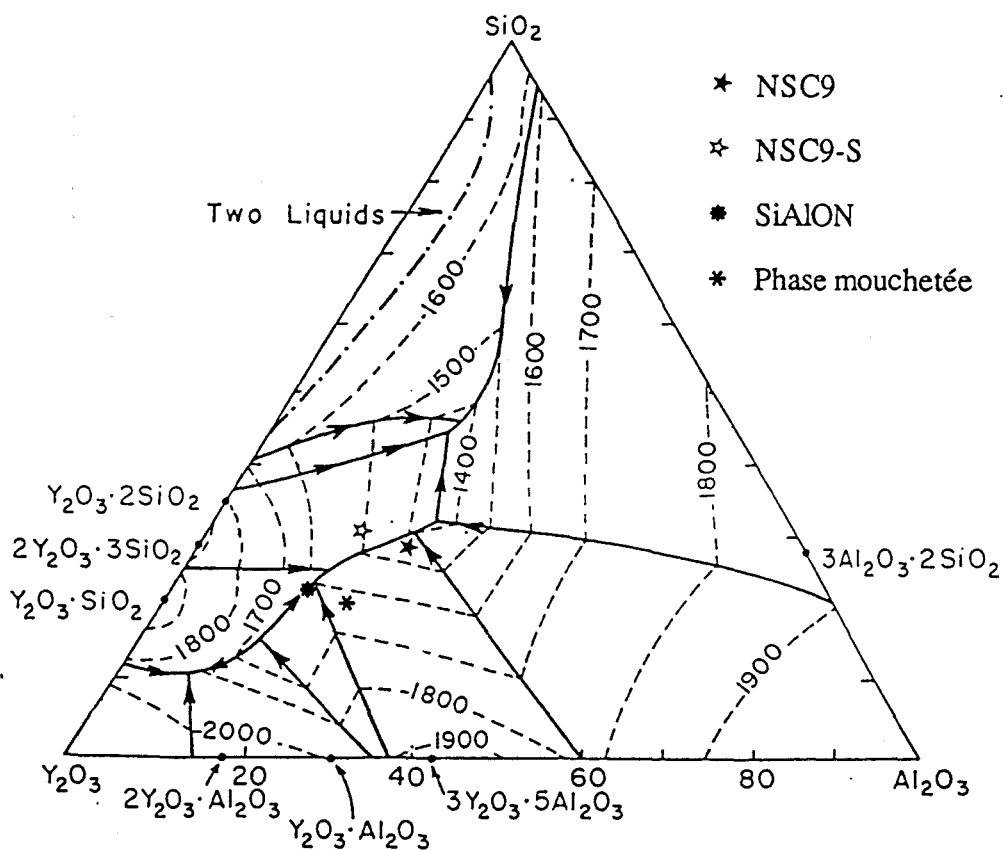


Figure 9: Diagramme de phase pondéral  $\text{SiO}_2$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$

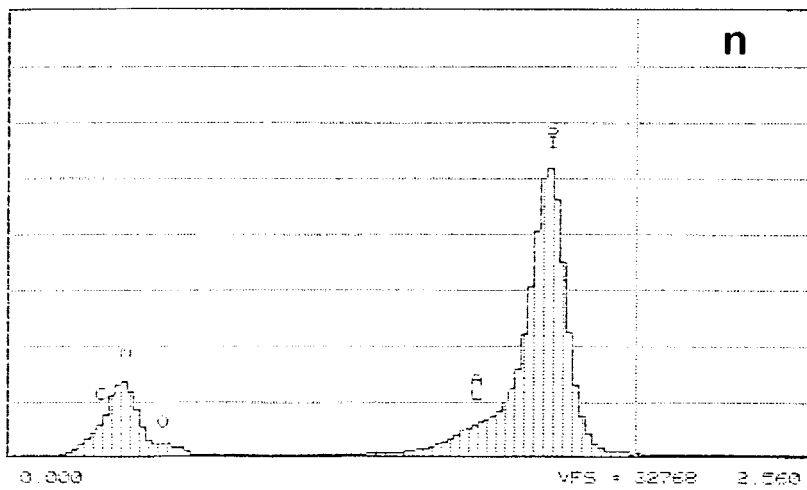
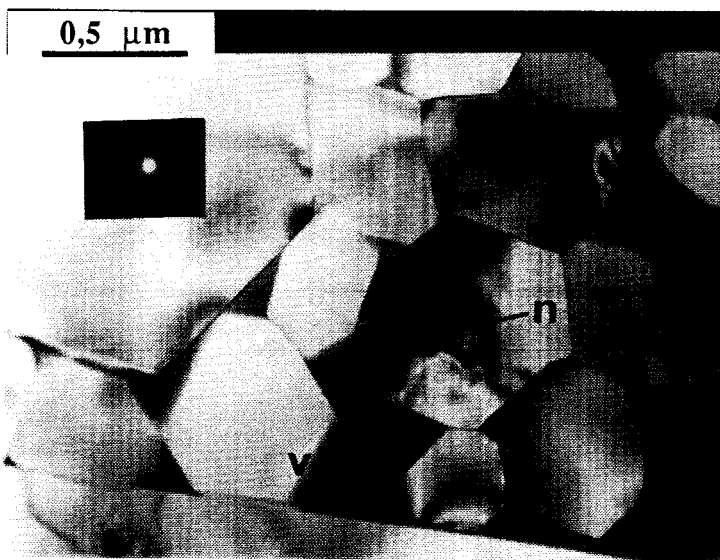
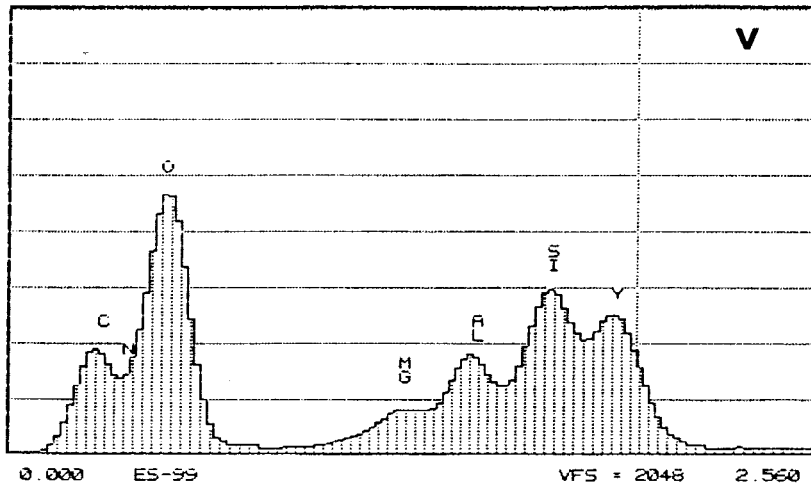


Figure 10: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 brute de frittage. Microstructure typique

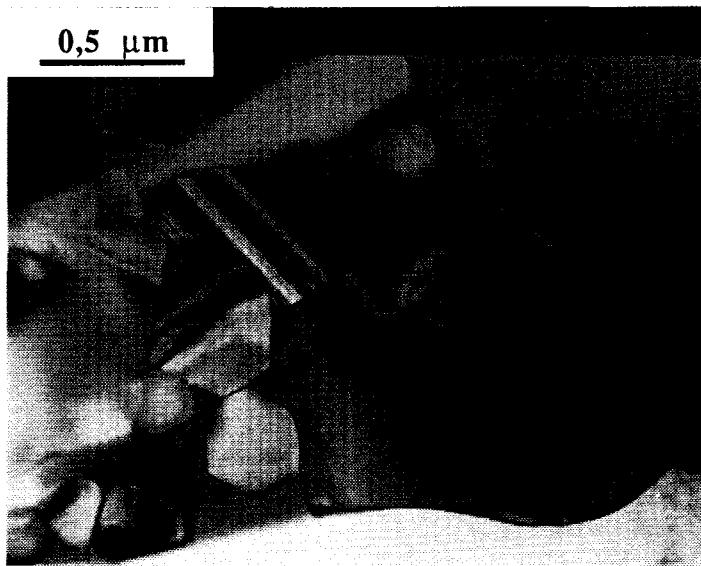


Figure 11: *Micrographie en MET. Echantillon B de la nuance NSC9 brute de frittage. Grain de SiC*

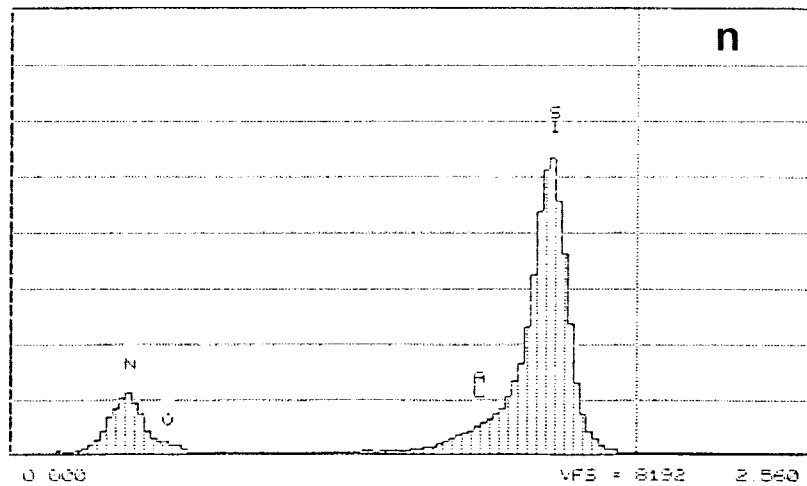
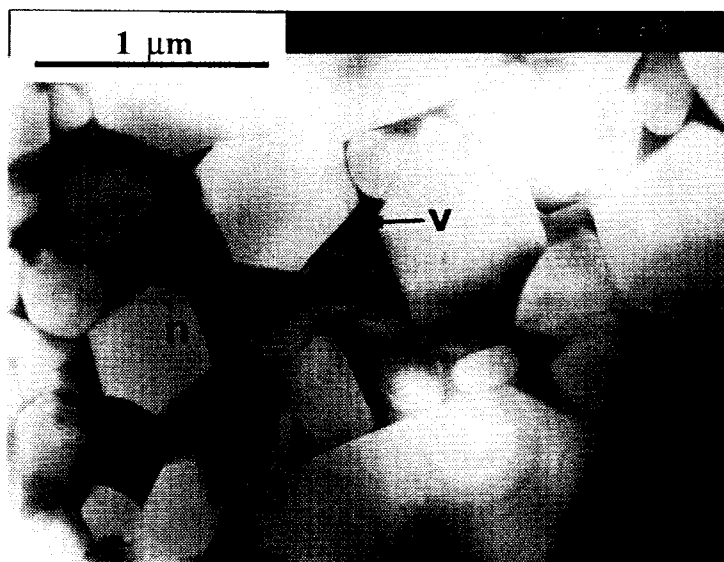
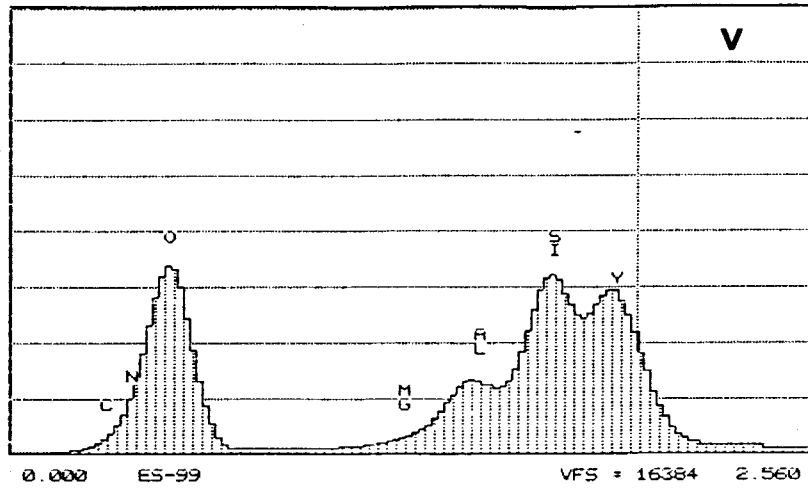


Figure 12: Micrographie en MET et analyse EDS. Nuance NSC9-S brute de frittage. Microstructure typique



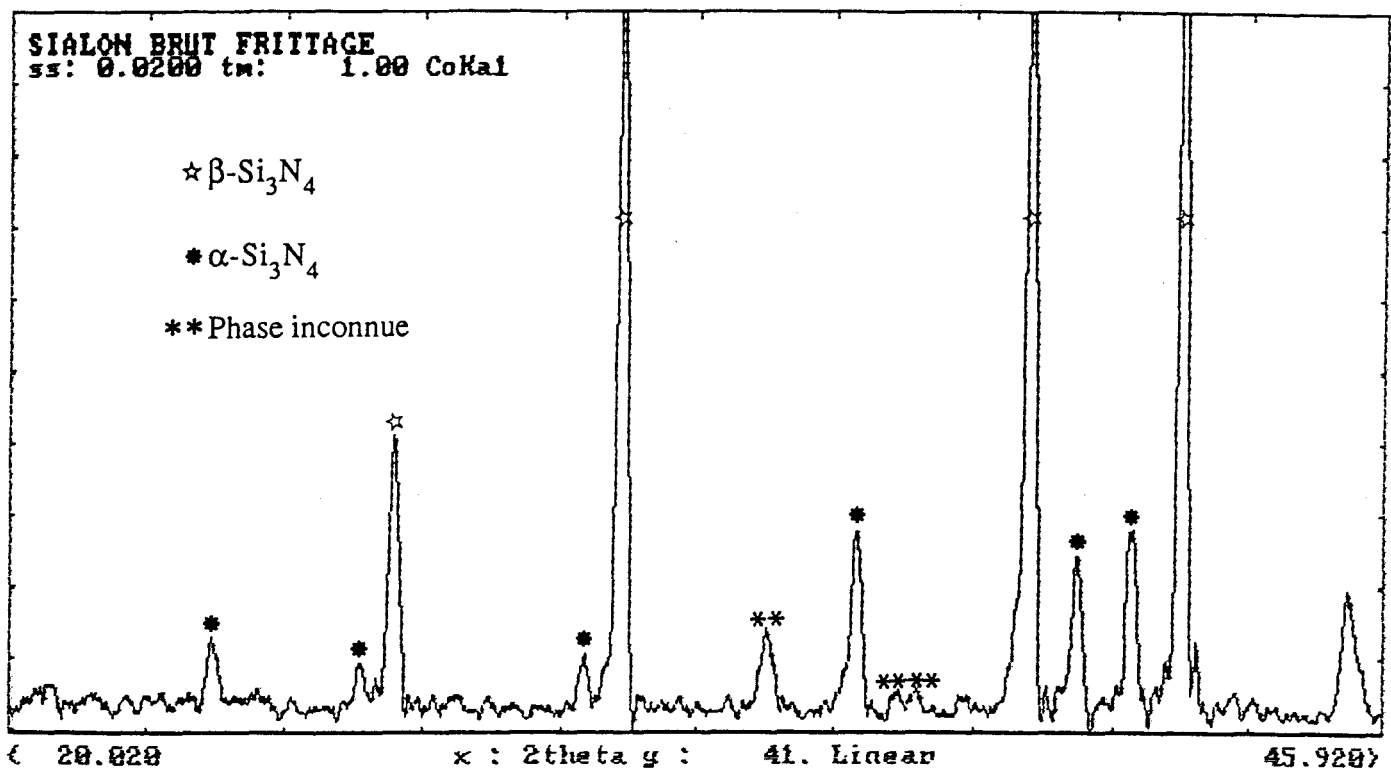
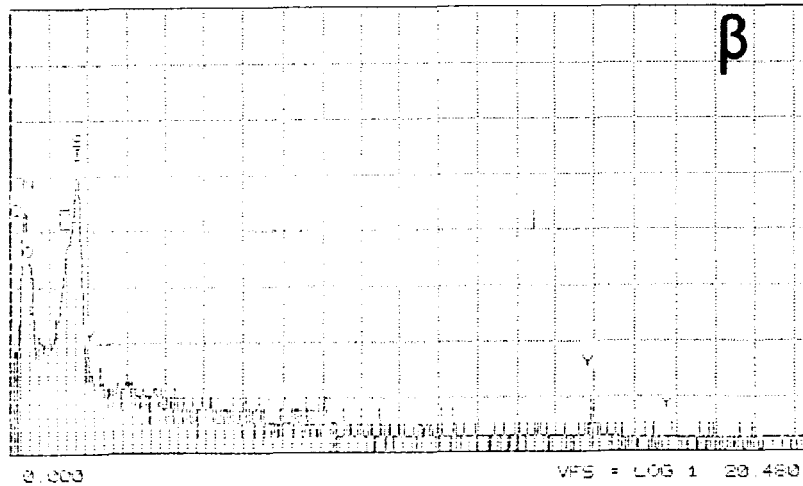
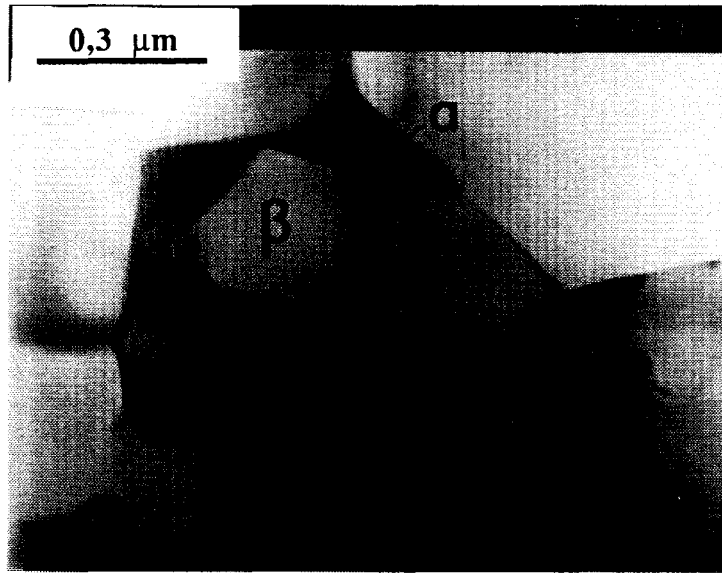
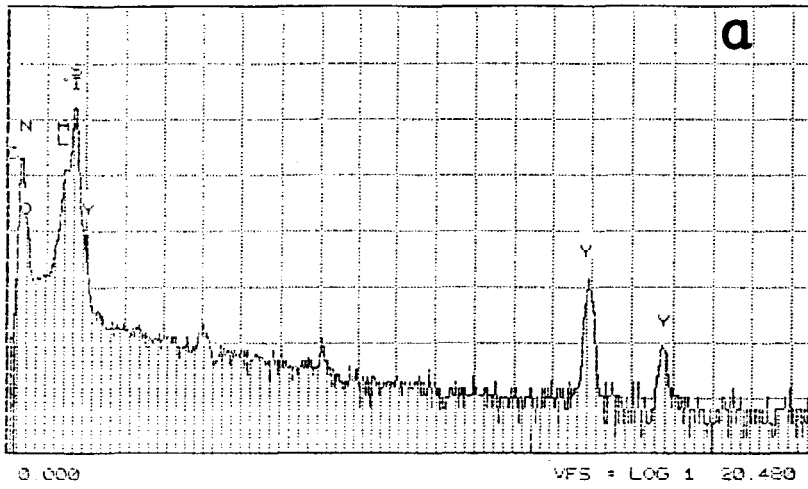
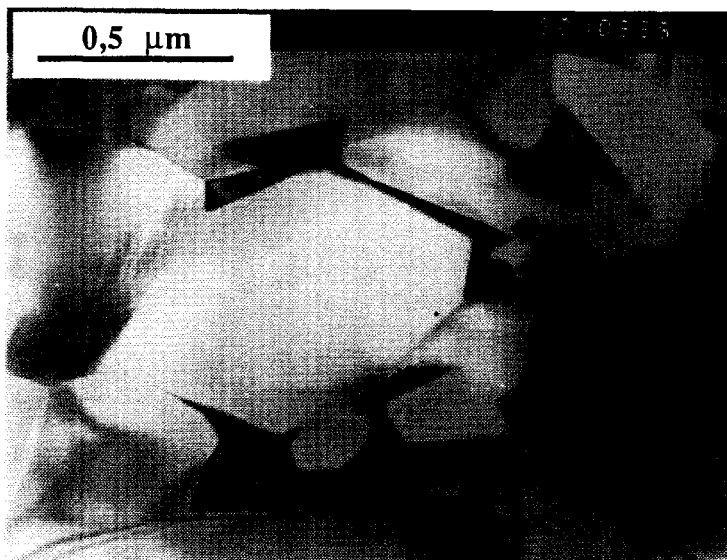


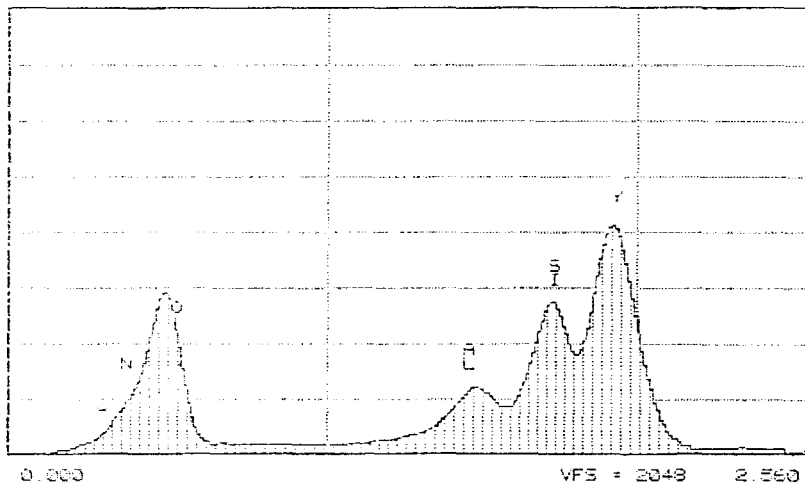
Figure 13: Diagramme de DRX. Nuance SiAlON brute de frittage



**Figure 14:** Micrographie en MET et analyse EDS. Nuance SiAlON brute de frittage. Phases  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  et  $\alpha$ -YSiAlON



UNIVERSITE LILLE I XX TRACOR FRANCE FRI 10-JUN-94 18:14  
 Current: 0.000keV = 0 ROI (0) 0.000: 0.000



*Figure 15: Micrographie en MET et analyse EDS. Nuance SiAlON brute de frittage. Phase cristalline aux joints*

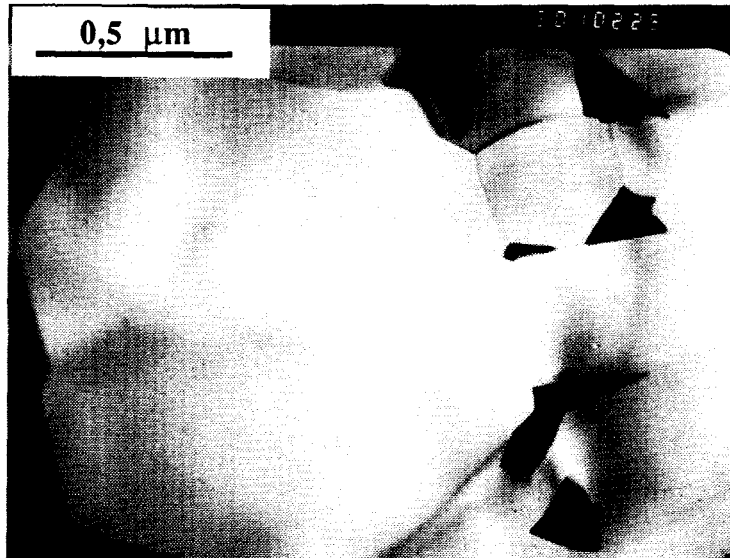


Figure 16: *Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage.  
Phase cristalline aux joints*

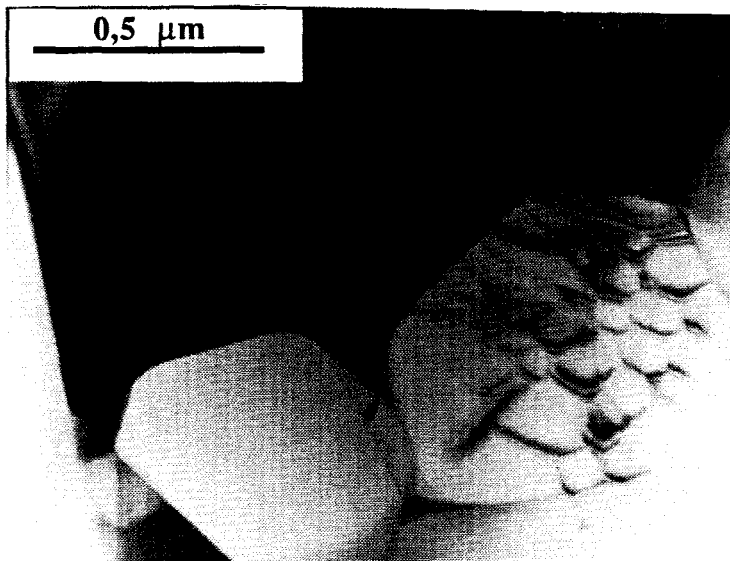


Figure 17: *Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage.  
Phase amorphe résiduelle*

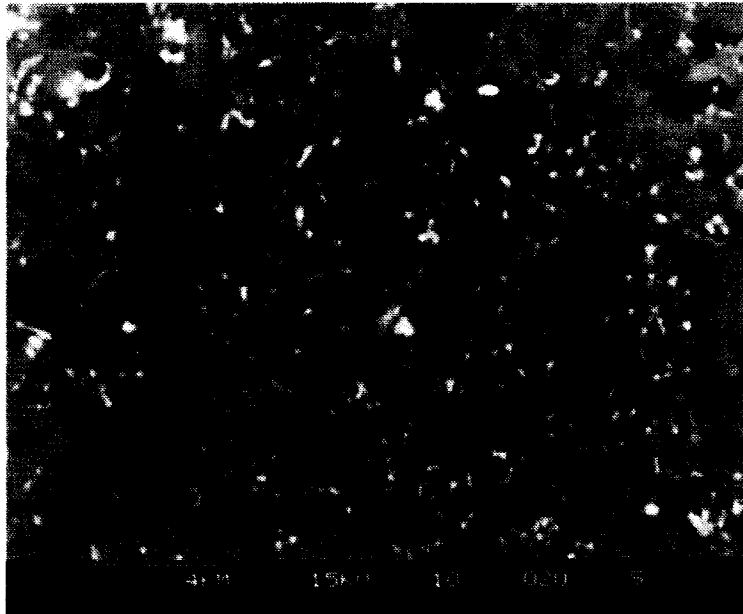


Figure 18: *Micrographie en MEB en électrons rétrodiffusés. Nuance SiAlON brute de frittage. Allure typique*

Résistance à la flexion à chaud des nuances brutes de frittage

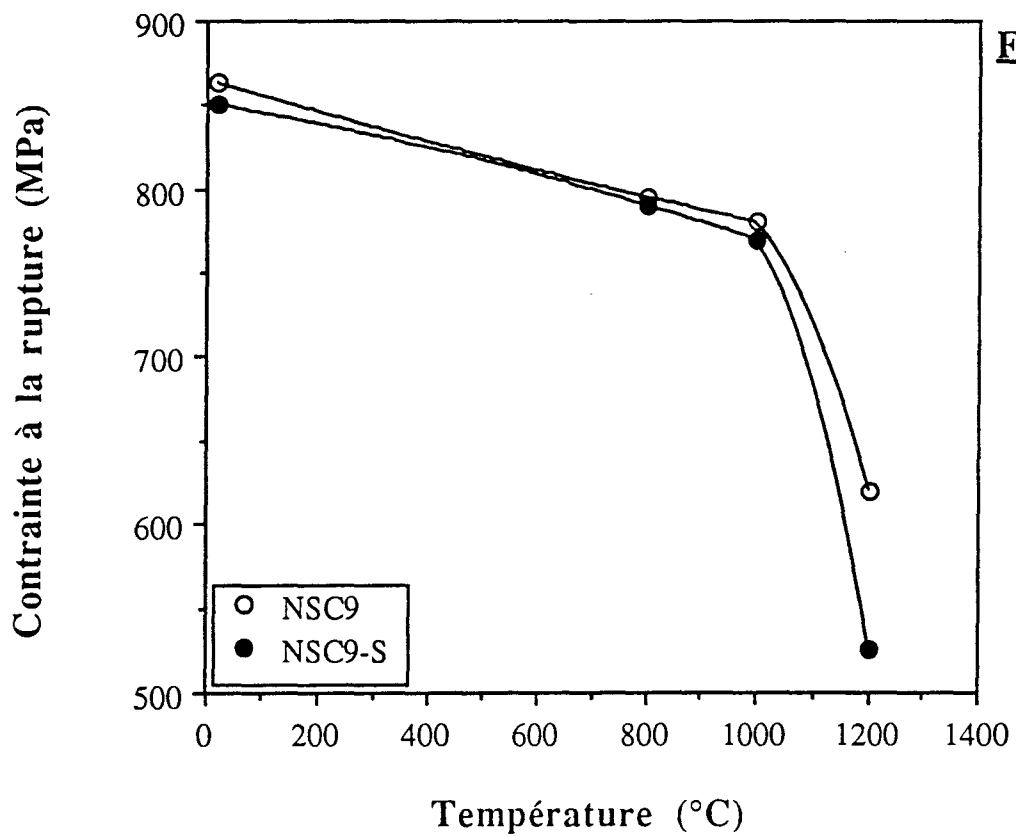


Figure 19

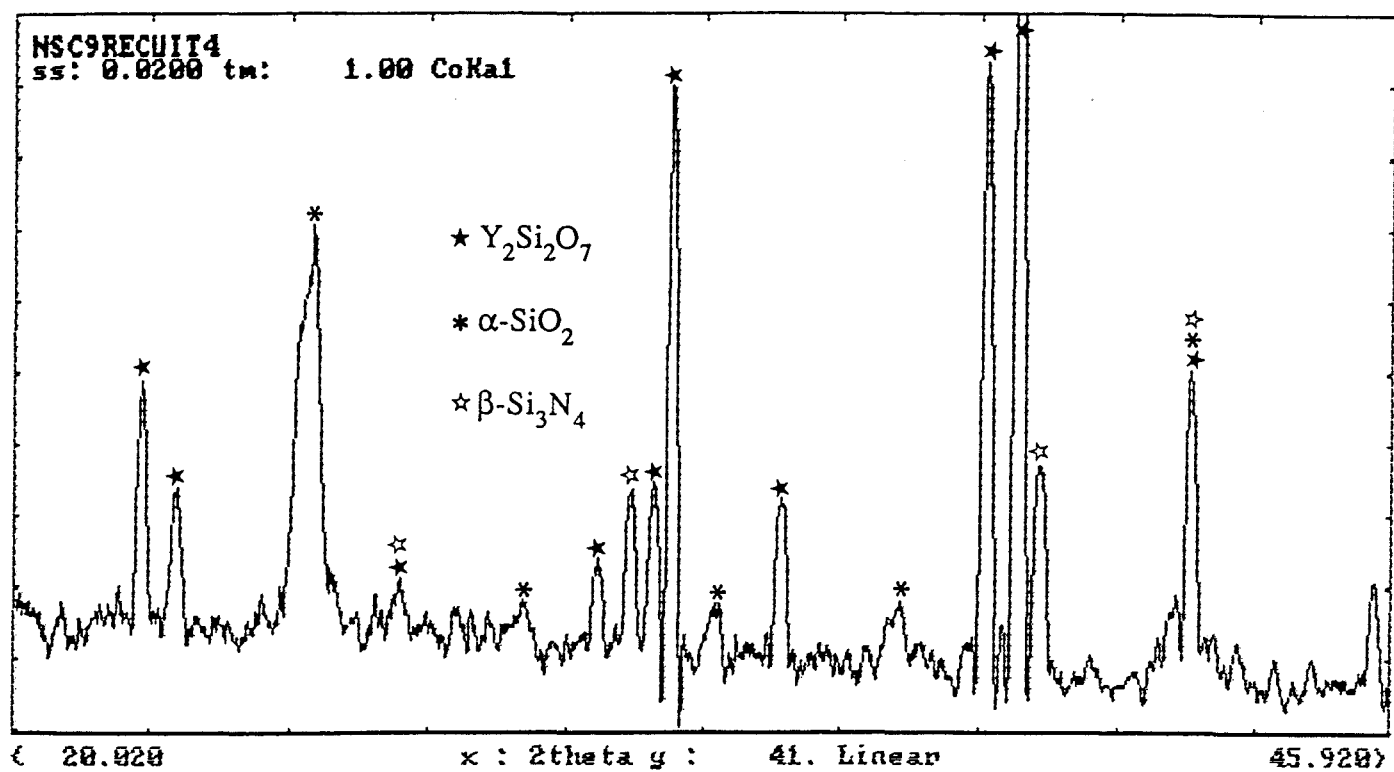


Figure 20: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C

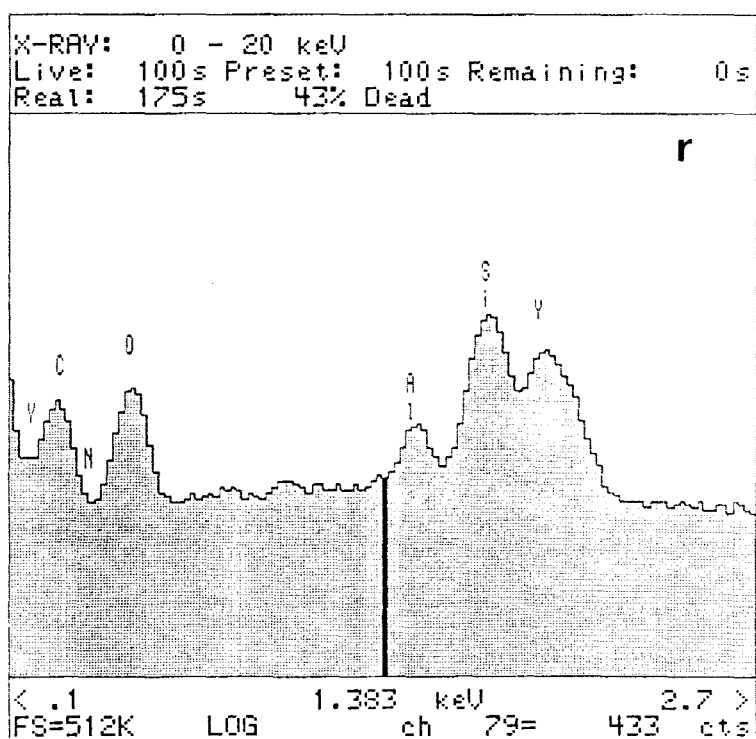


Figure 21: Micrographie en MEB et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Cristallisation d' $Y_2Si_2O_7$



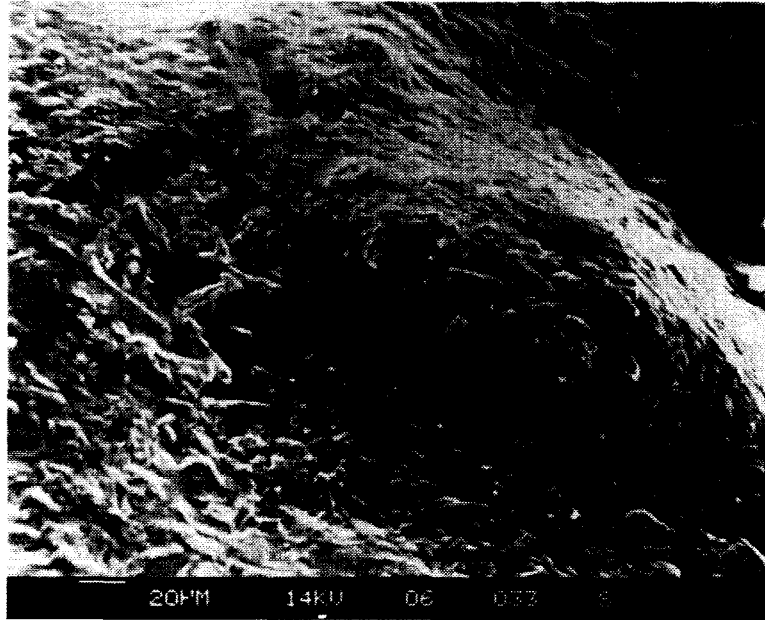
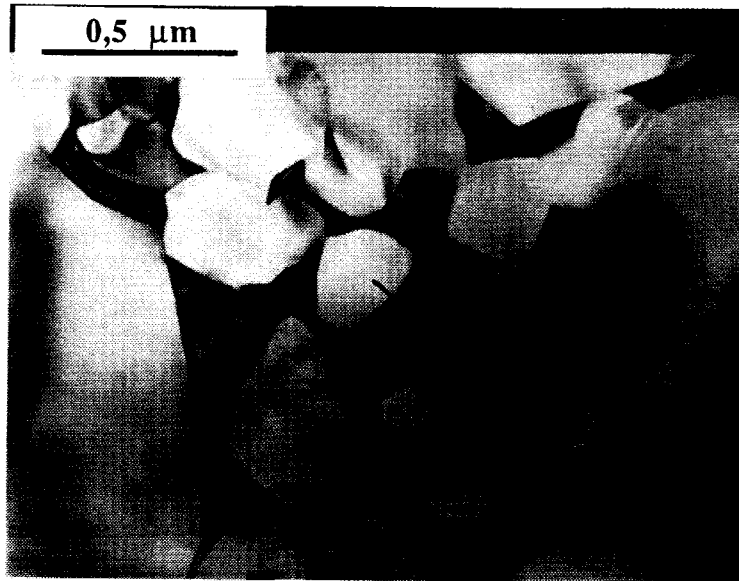
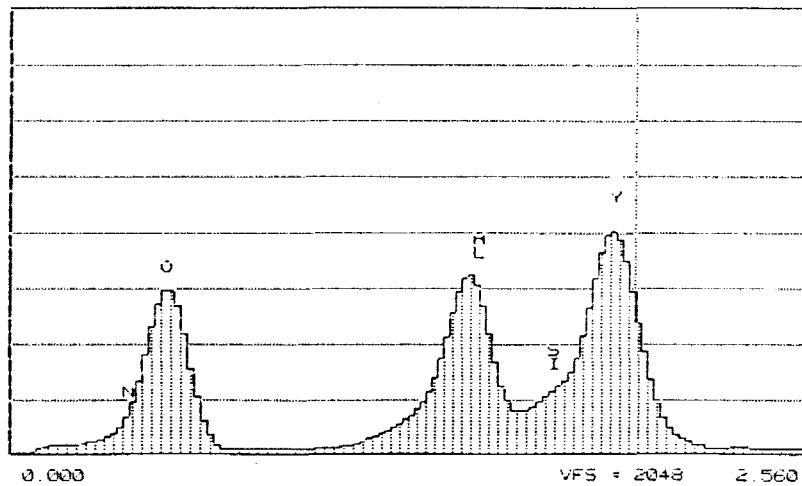


Figure 22: *Micrographie en MEB. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Bulle en surface*



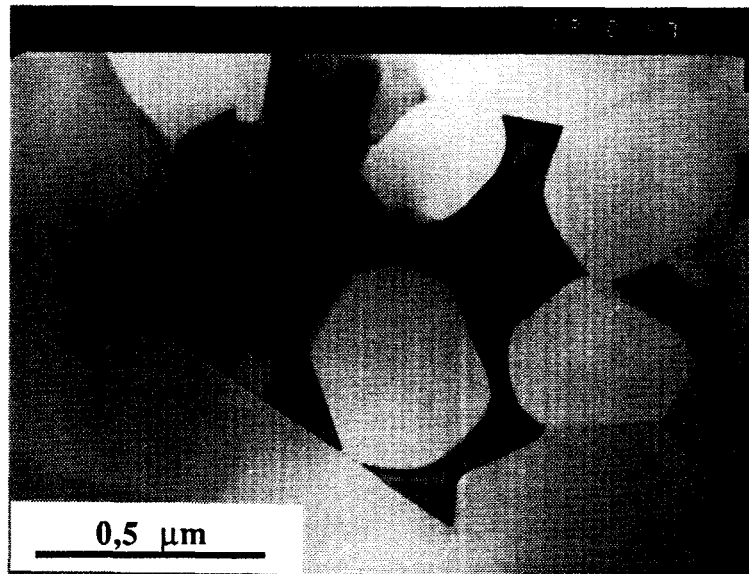
\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE THU 05-DEC-91 14:43  
 Cursor: 0.000keV = 0



*Figure 23a: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Phase YAG (champ clair)*



Figure 23b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Phase YAG (champ sombre)



\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE THU 05-DEC-91 14:45  
Cursor: 0.000keV = 0

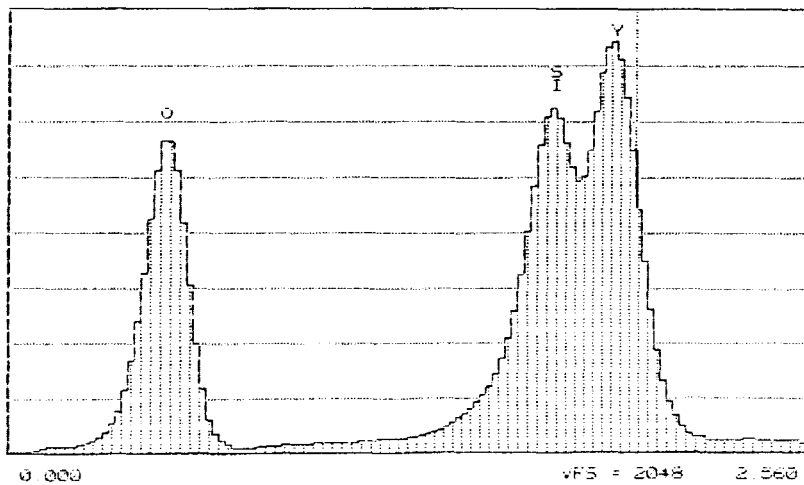
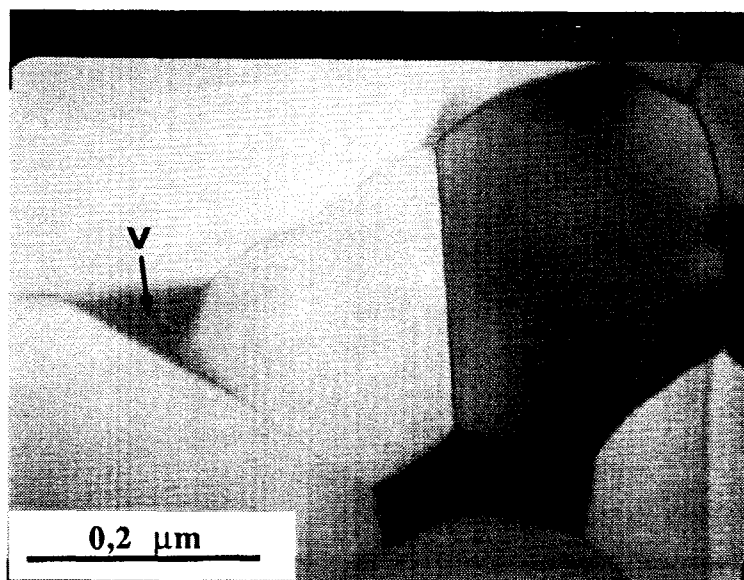
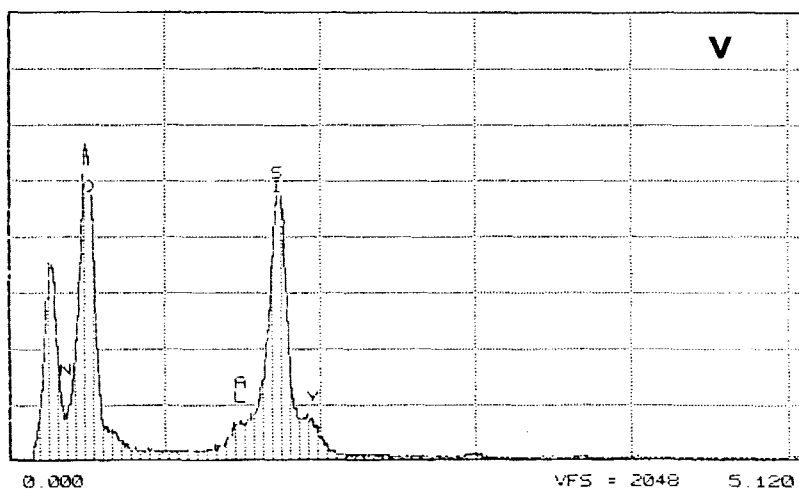


Figure 24: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Phase disilicate d'yttrium



\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE FRI 14-JAN-94 16:59  
 Cursor: 0.000keV = 0 ROI (0) 0.000: 0.000



*Figure 25: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Phase vitreuse résiduelle ayant la composition de la silice*

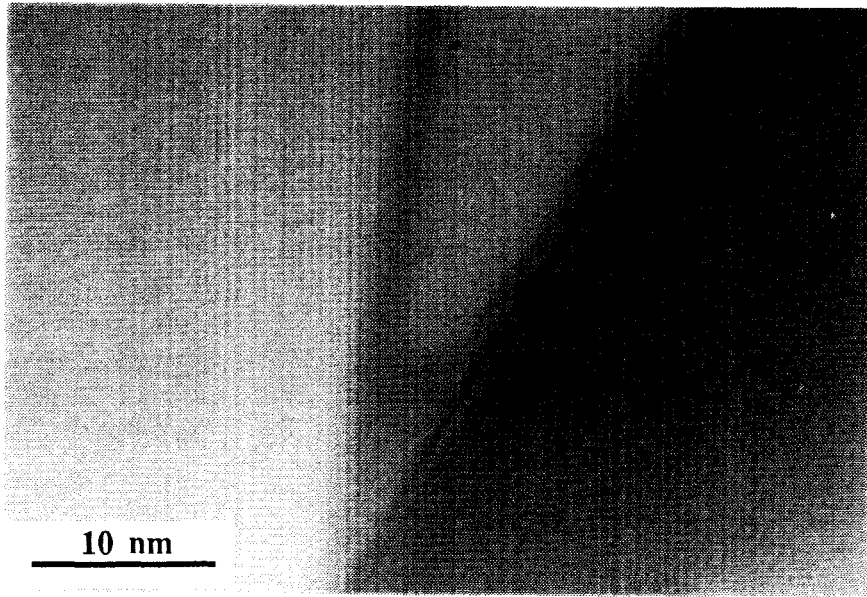


Figure 26: Micrographie en METHR. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Film vitreux résiduel à un interface nitrure - phase recristallisée

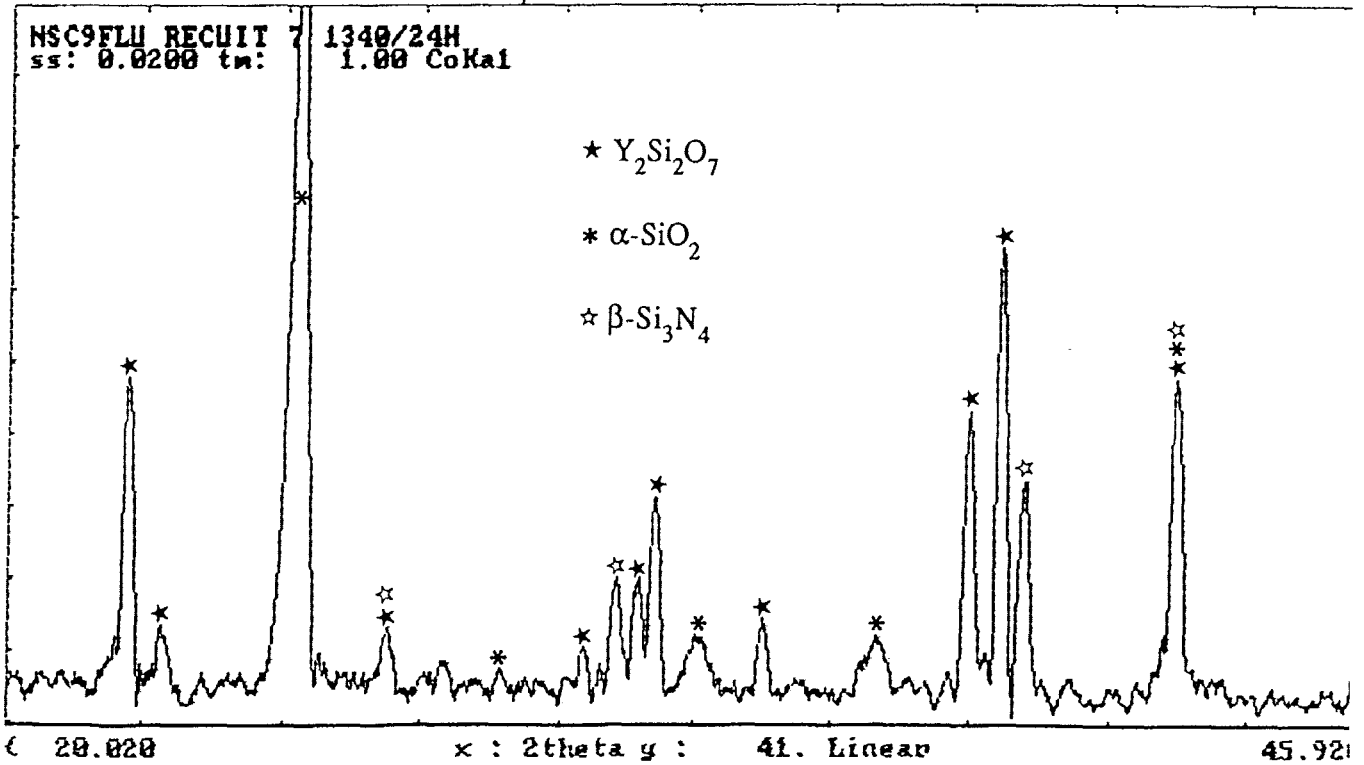


Figure 27: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1340°C

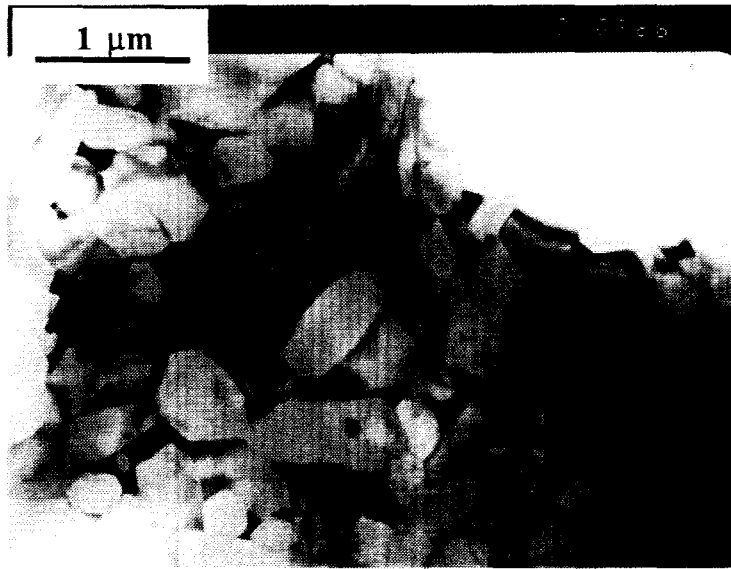


Figure 28a: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1340°C. Plage recristallisée (champ clair)



Figure 28b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1340°C. Plage recristallisée (champ noir)

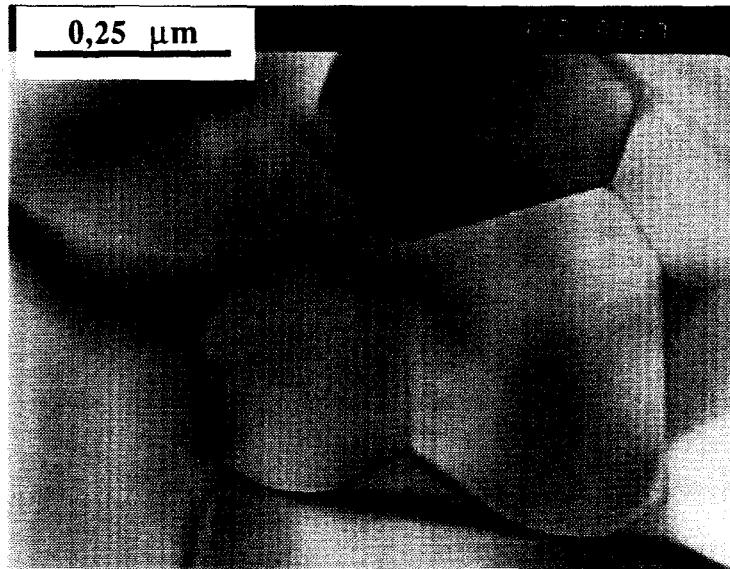


Figure 29: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1340°C. Phase vitreuse résiduelle

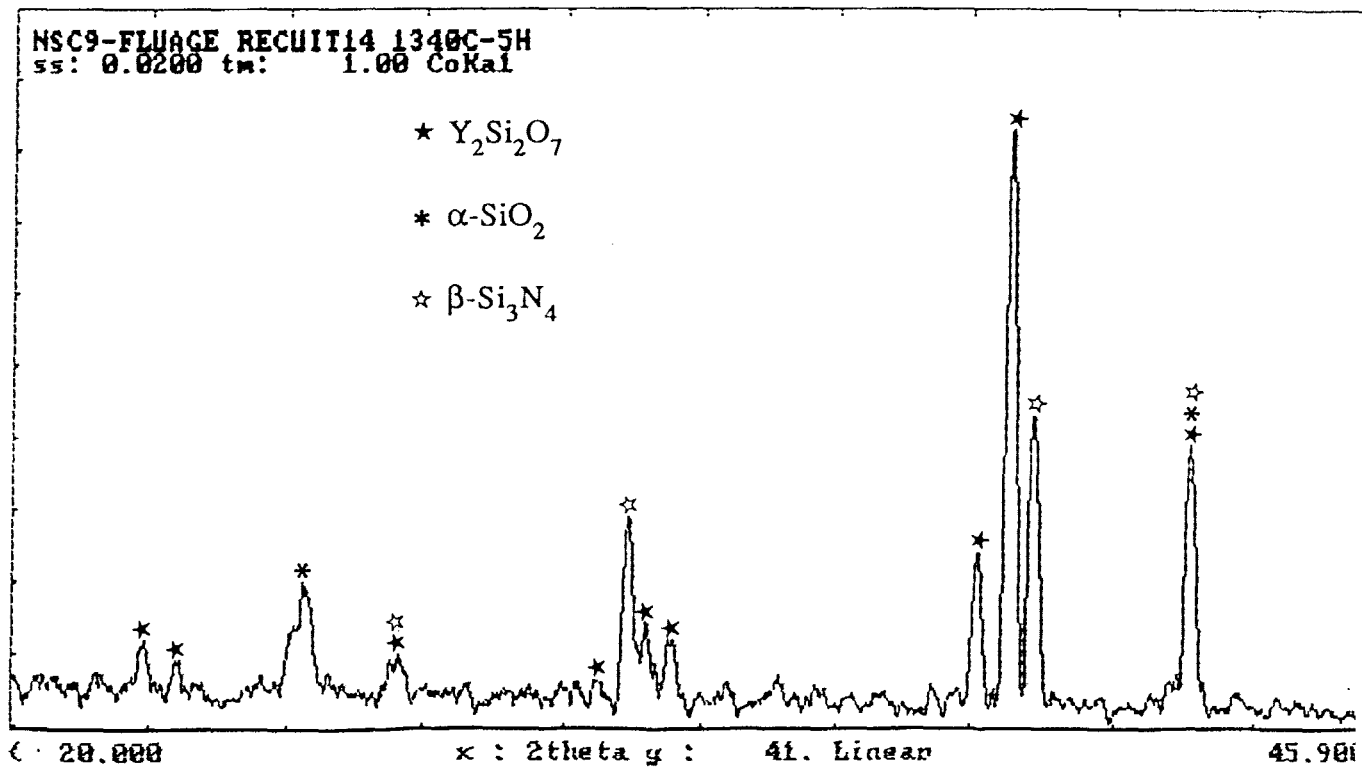
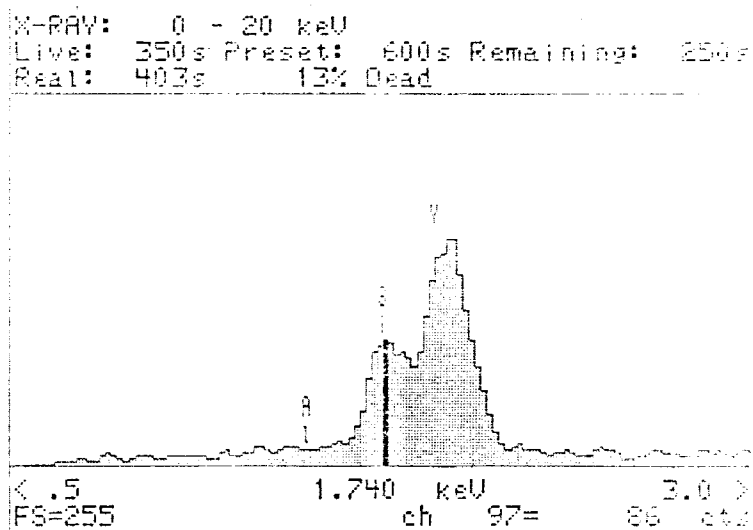
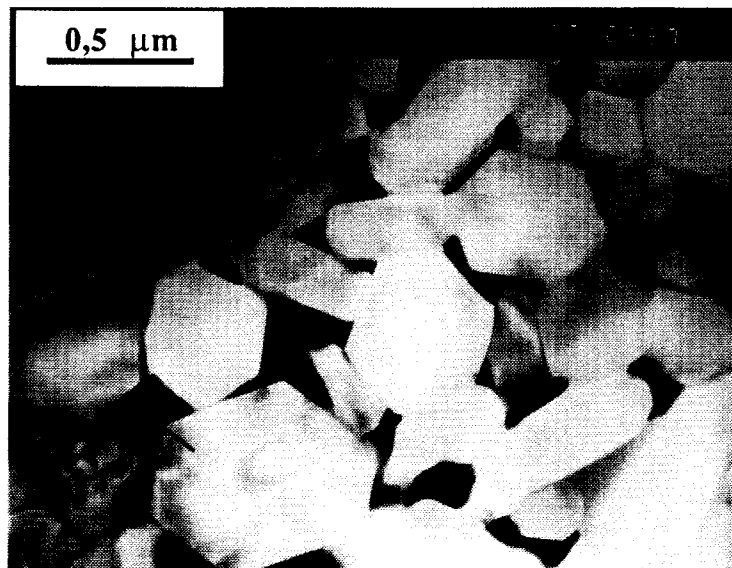


Figure 30: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à 1340°C





*Figure 31a: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à 1340°C. Phase Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> (champ clair)*

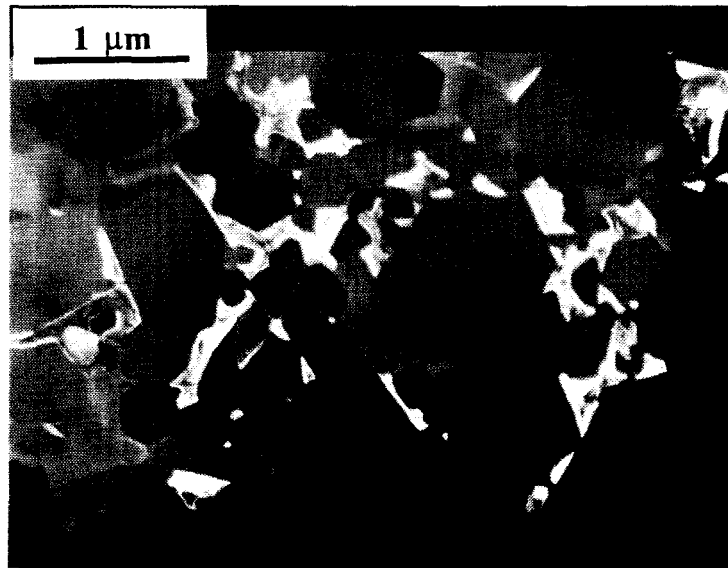


Figure 31b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à  $1340^\circ C$ . Phase  $Y_2SiO_5$  (champ sombre)

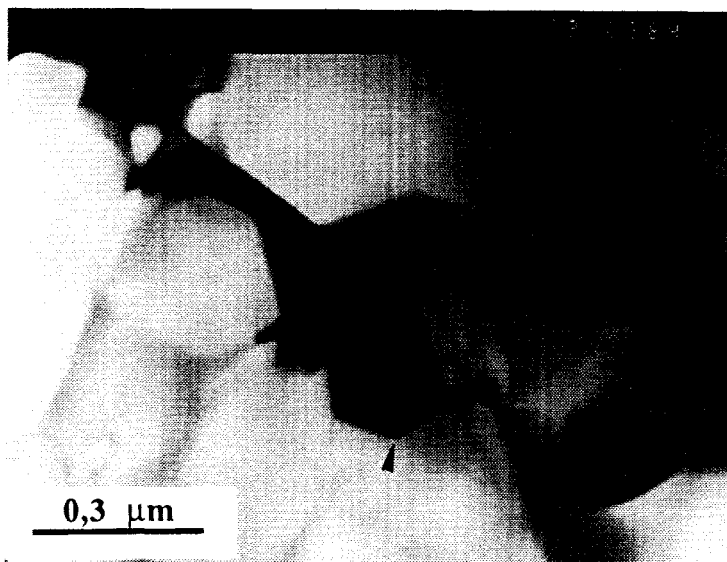


Figure 32: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à  $1340^\circ C$ . Fronts de cristallisation

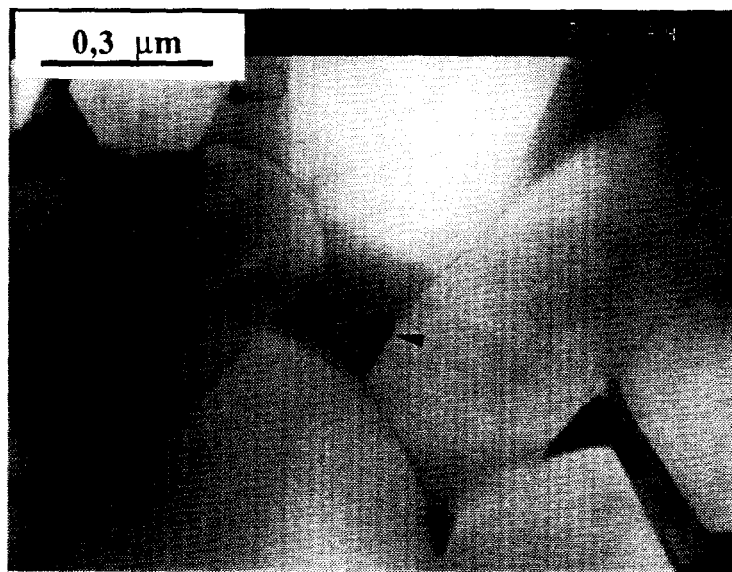


Figure 33: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à 1340°C. Petit cristal dans une poche de verre

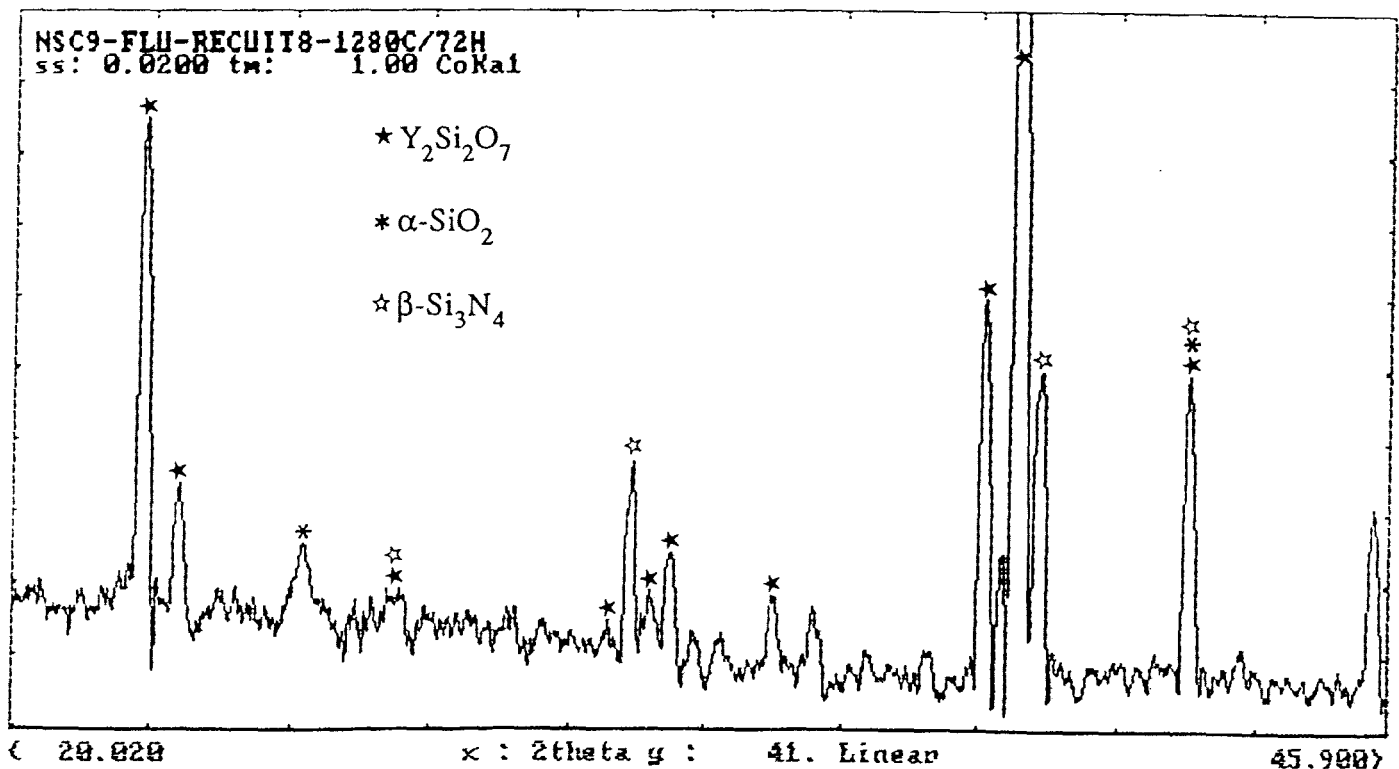


Figure 34: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1280°C

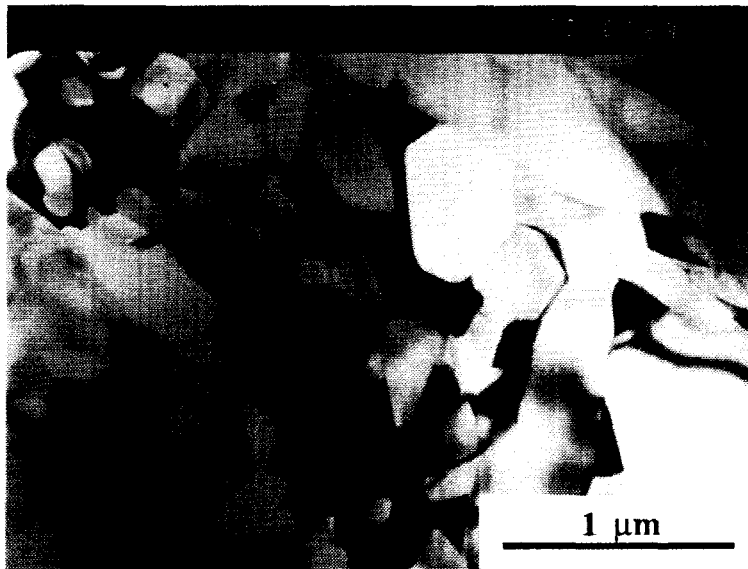
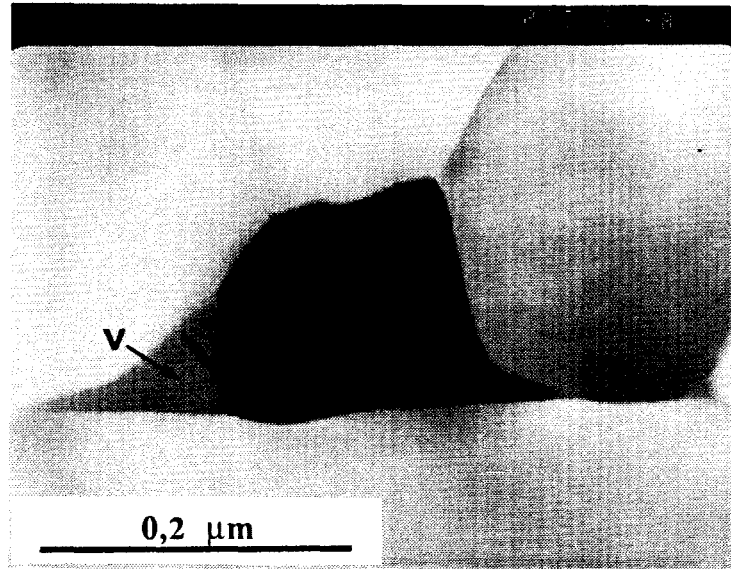
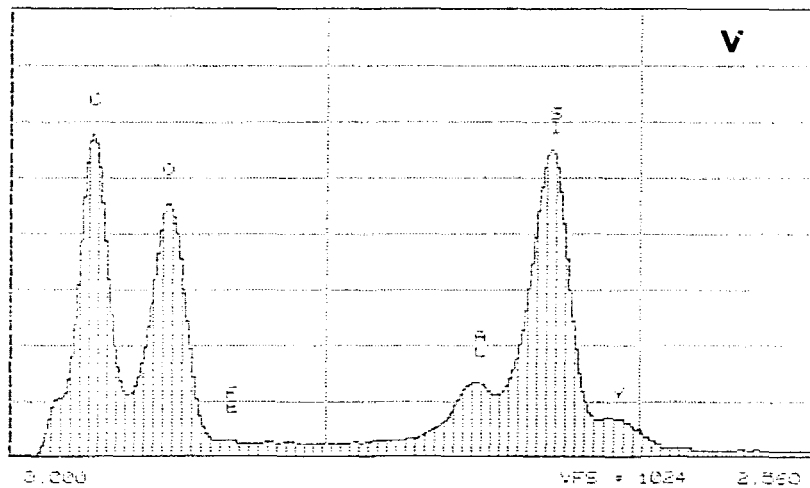


Figure 35: *Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1280°C. Plage recristallisée*



\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE MON 06-050-93 17:19  
 Cursor: 0 000kev = 0 ROI (0) 0.000: 0.000



**Figure 36:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1280°C. Phase vitreuse résiduelle ayant la composition de la silice

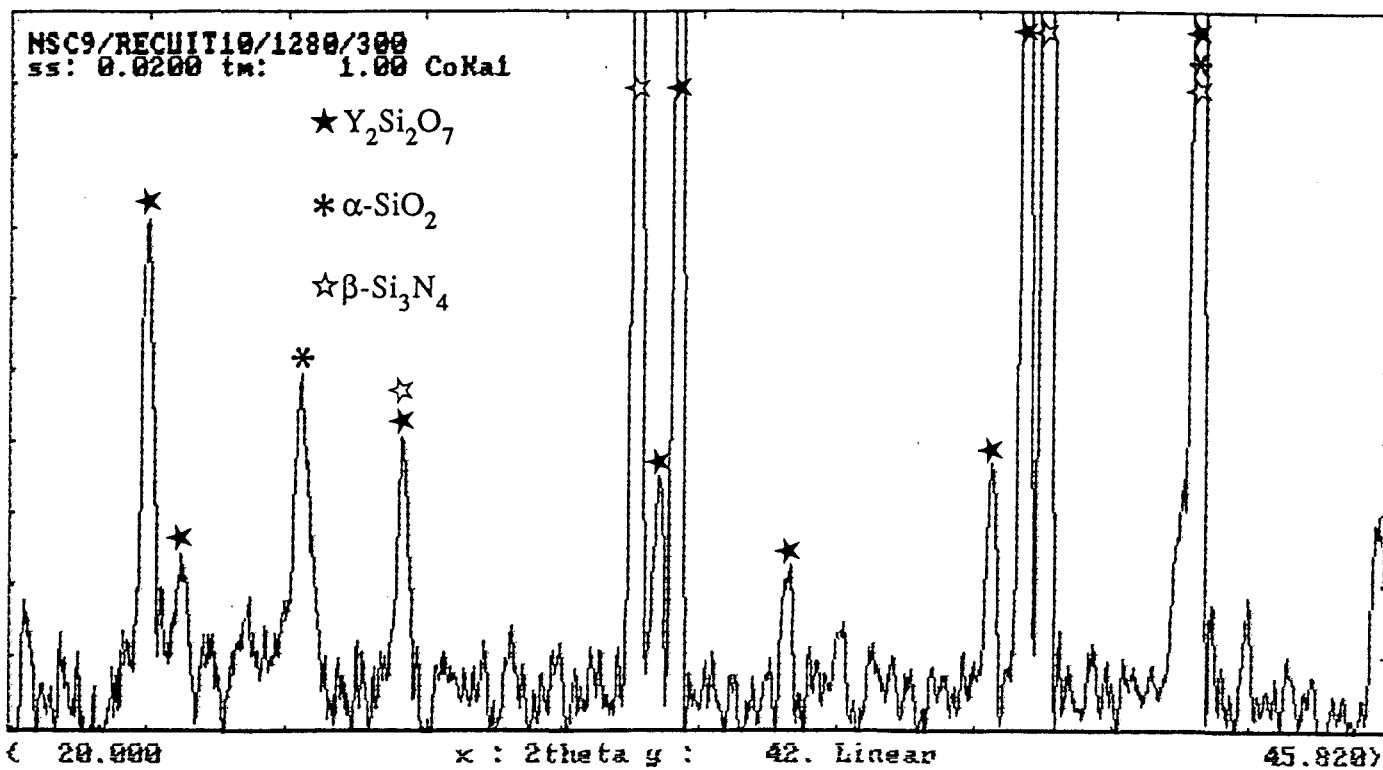
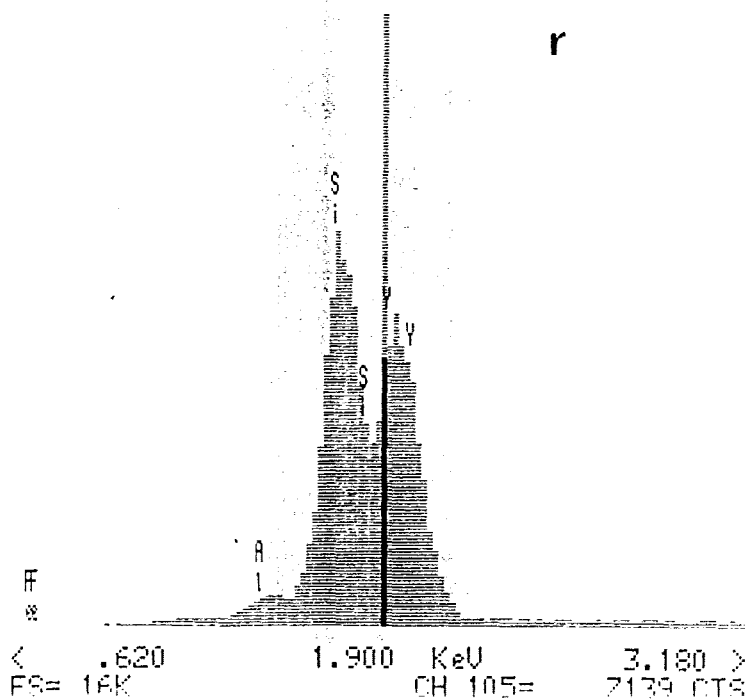


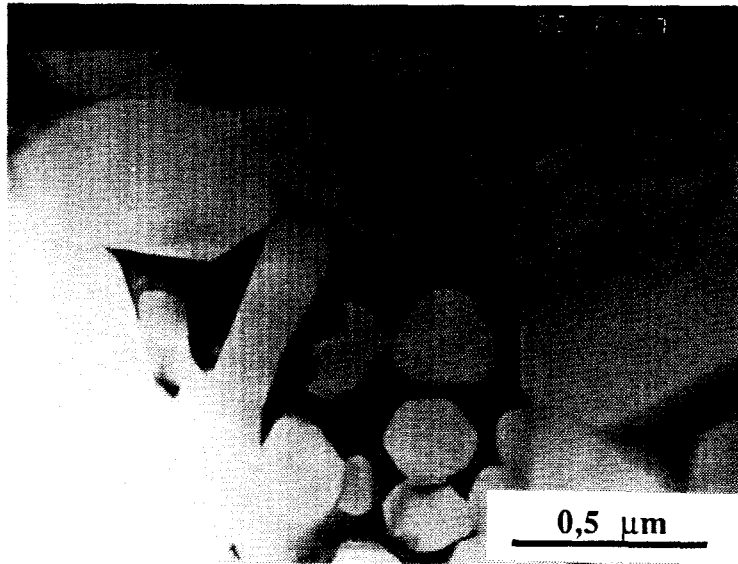
Figure 37: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1280°C



X-RAY  
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s  
Real: 206s 51% Dead



**Figure 38:** Micrographie en MEB et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1280°C. Cristallisation d' $Y_2Si_2O_7$

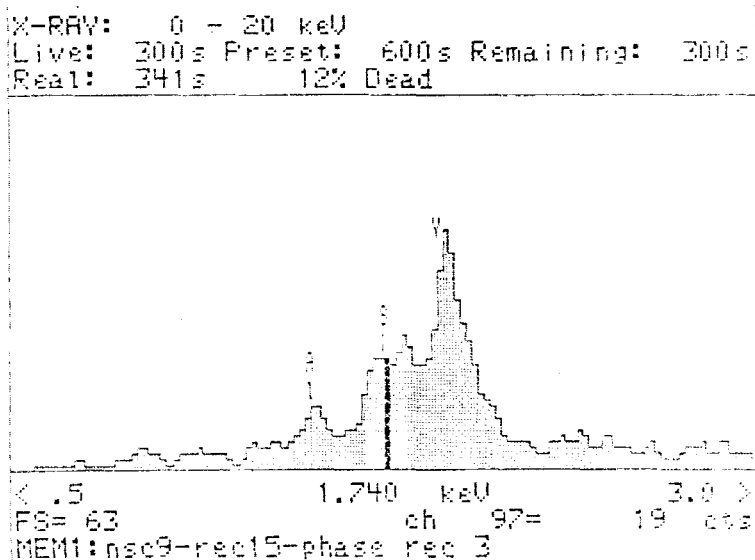
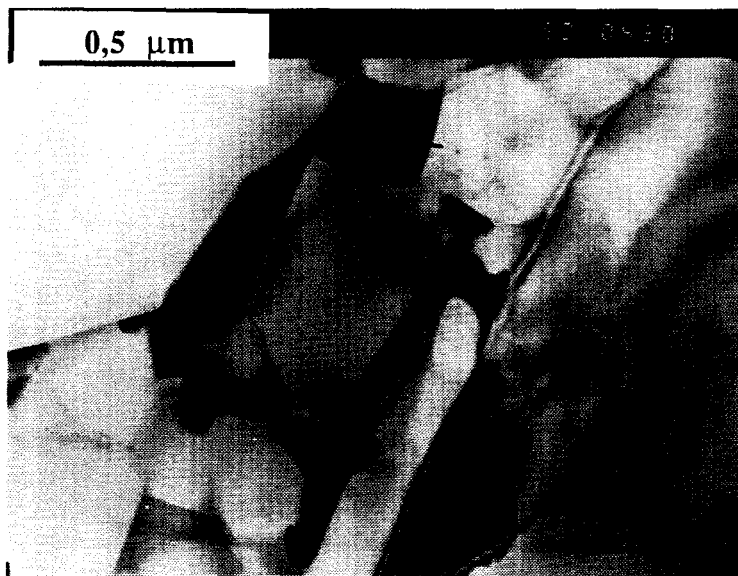


*Figure 39a: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1280°C. Phase recristallisée (champ clair)*



*Figure 39b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 24 heures à 1280°C. Phase recristallisée (champ noir)*





*Figure 40: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à 1280°C. Phase  $Y_2SiO_5 + Al$  subst*

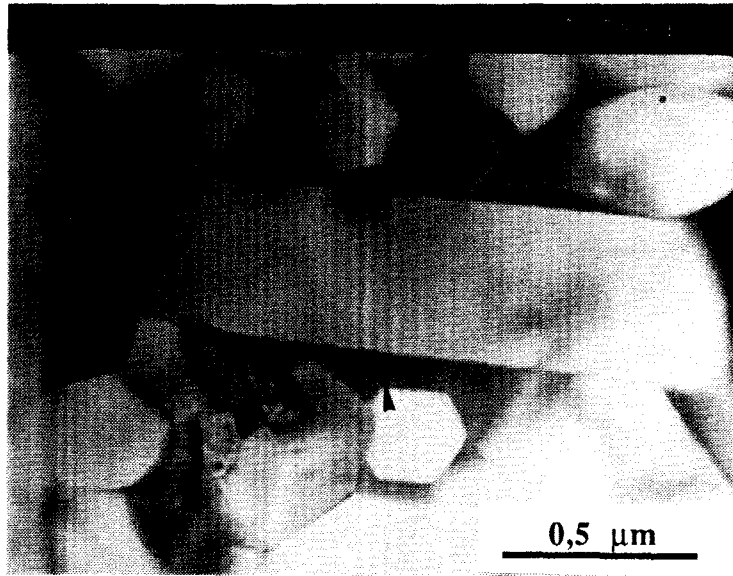


Figure 41: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 5 heures à 1280°C. Petit cristal dans une poche de verre

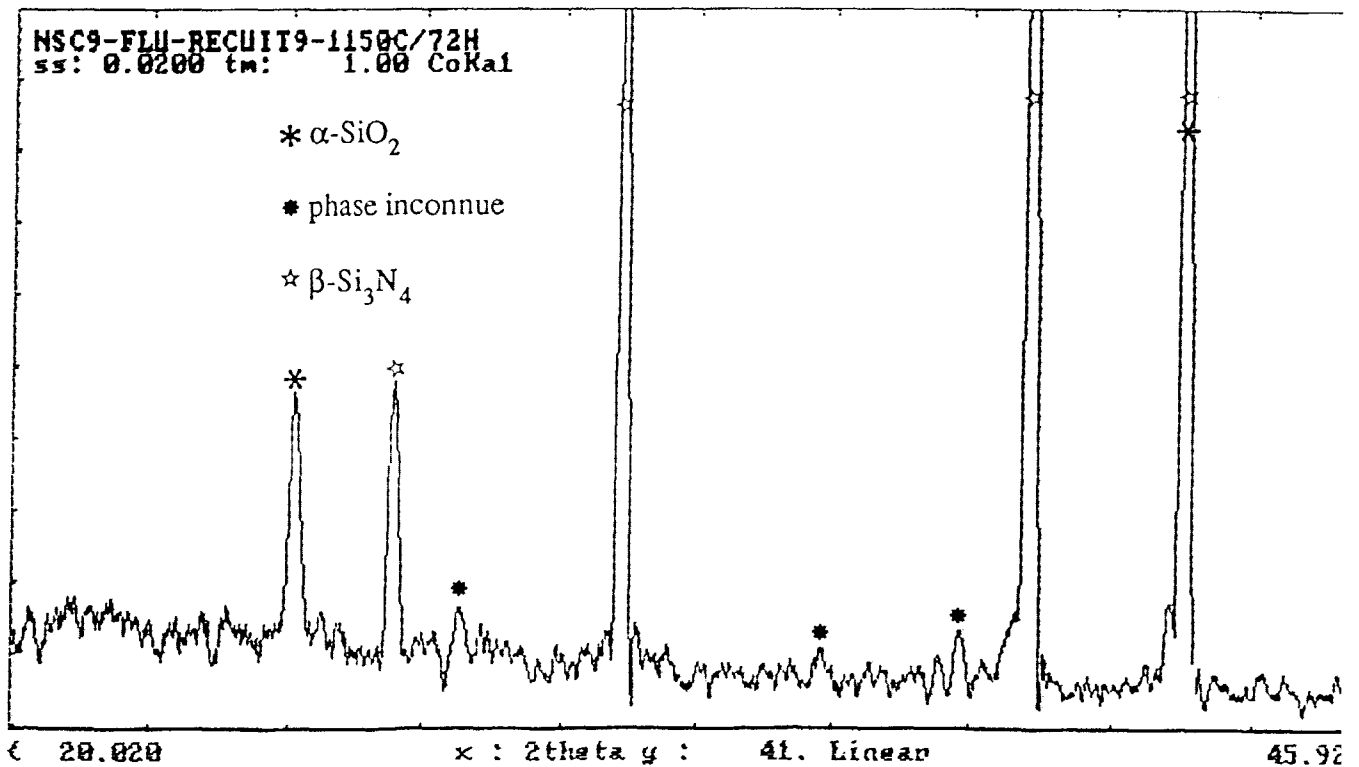
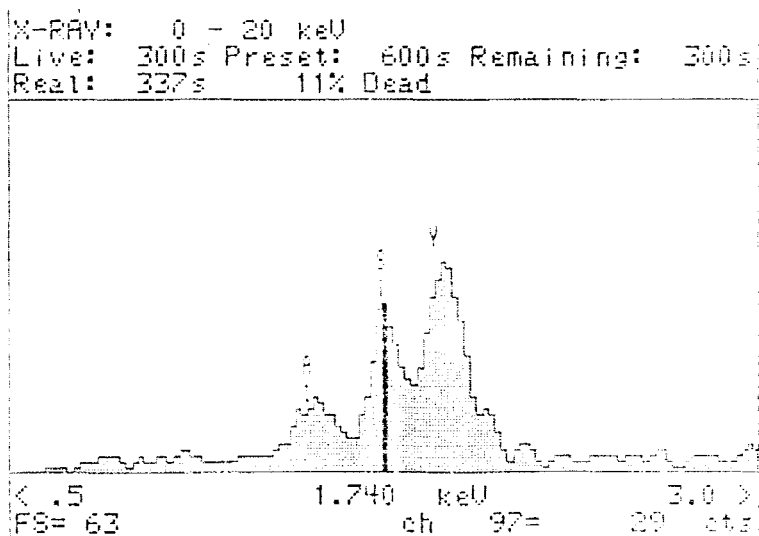
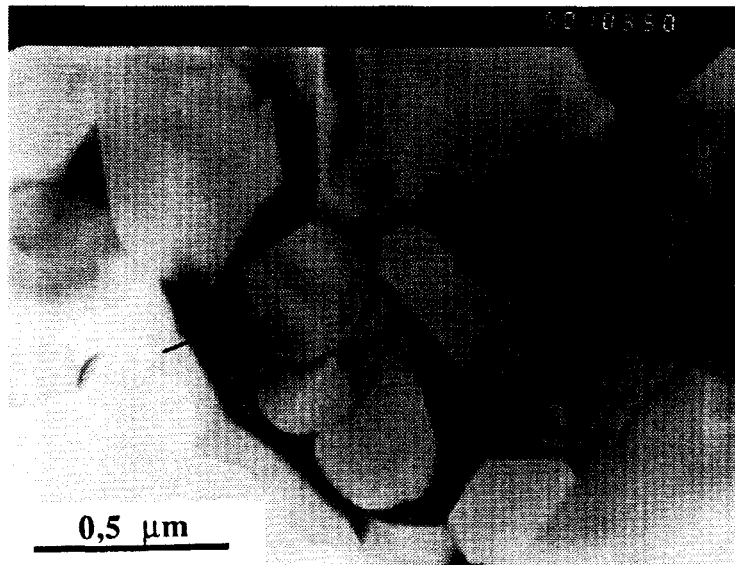


Figure 42: Diagramme de DRX en surface. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C



*Figure 43a: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Phase mouchetée (champ clair)*

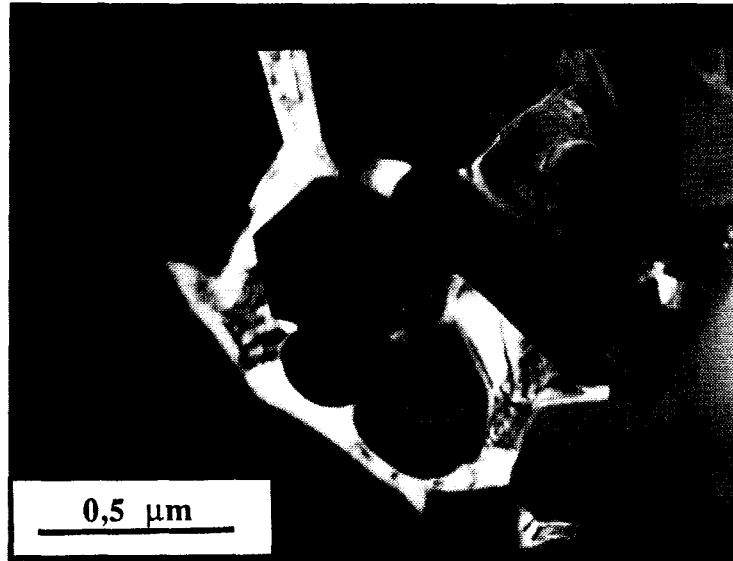


Figure 43b: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Phase mouchetée (champ noir)

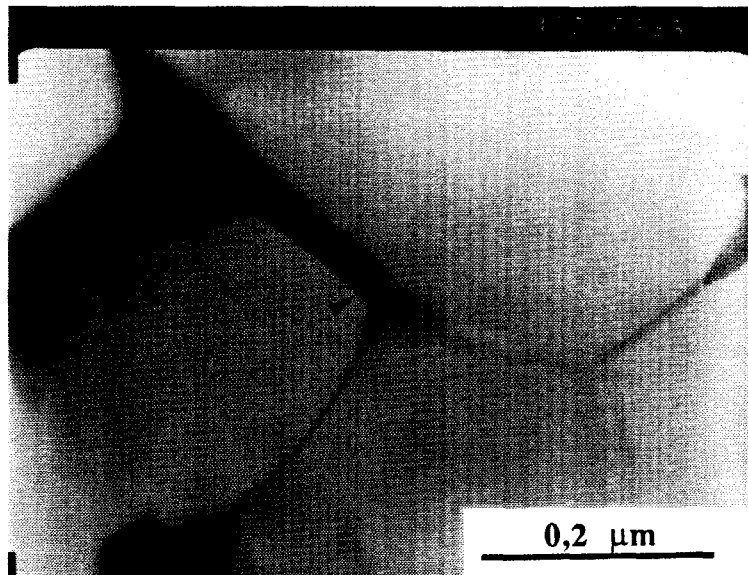


Figure 44: Micrographie en MET. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Phase mouchetée, fronts de cristallisation

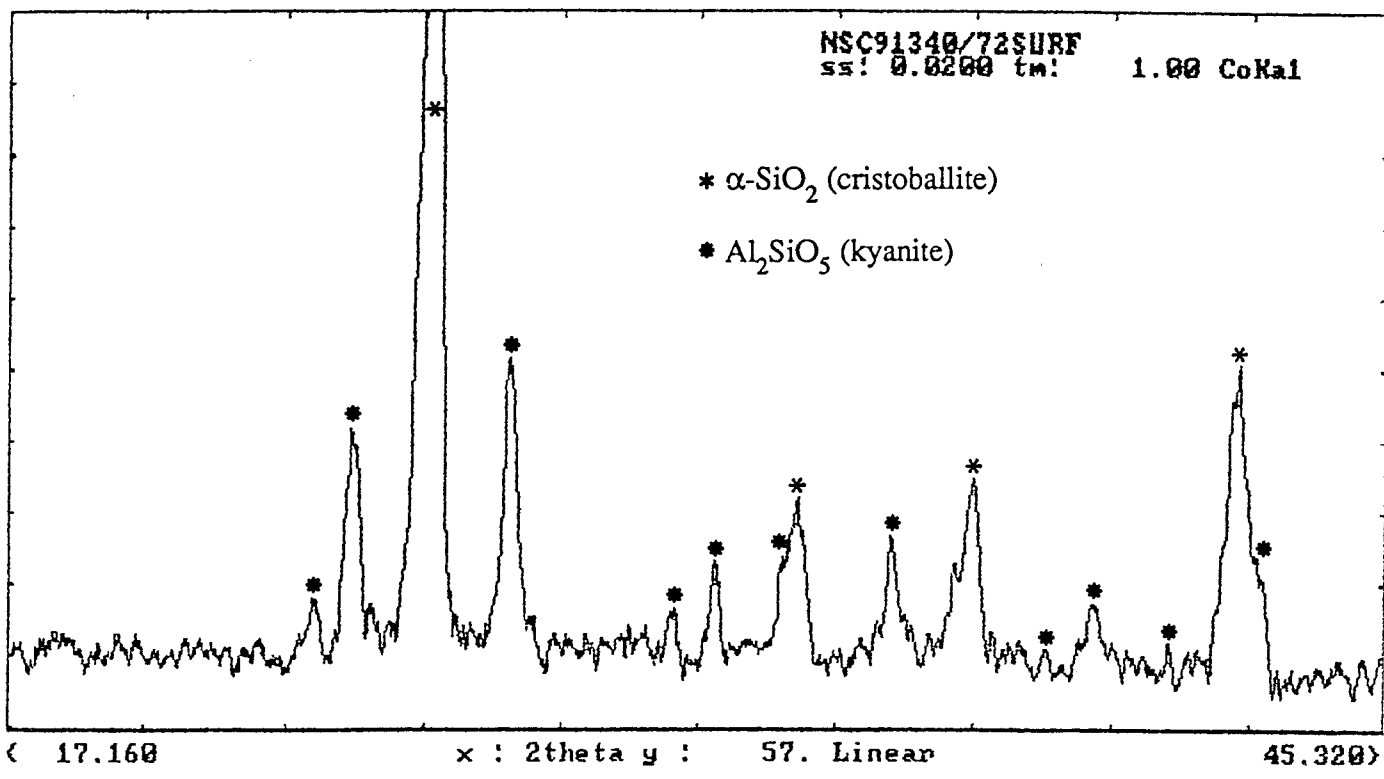
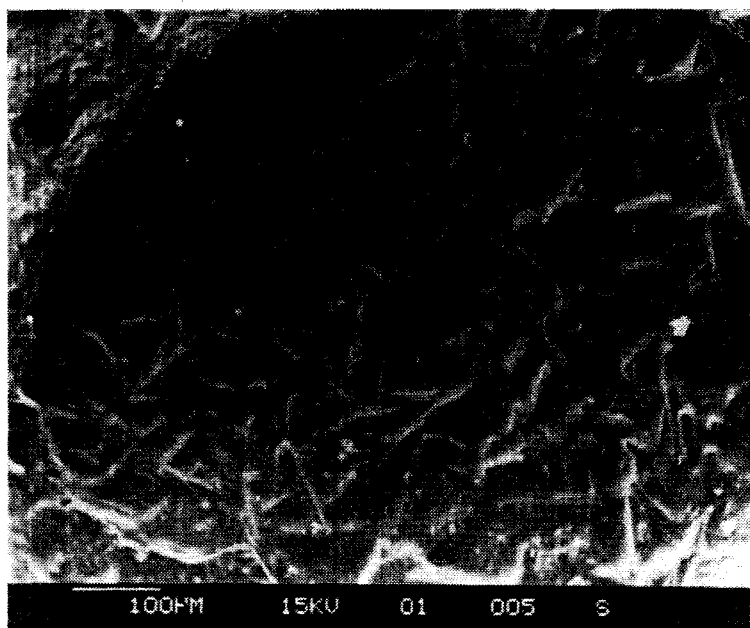
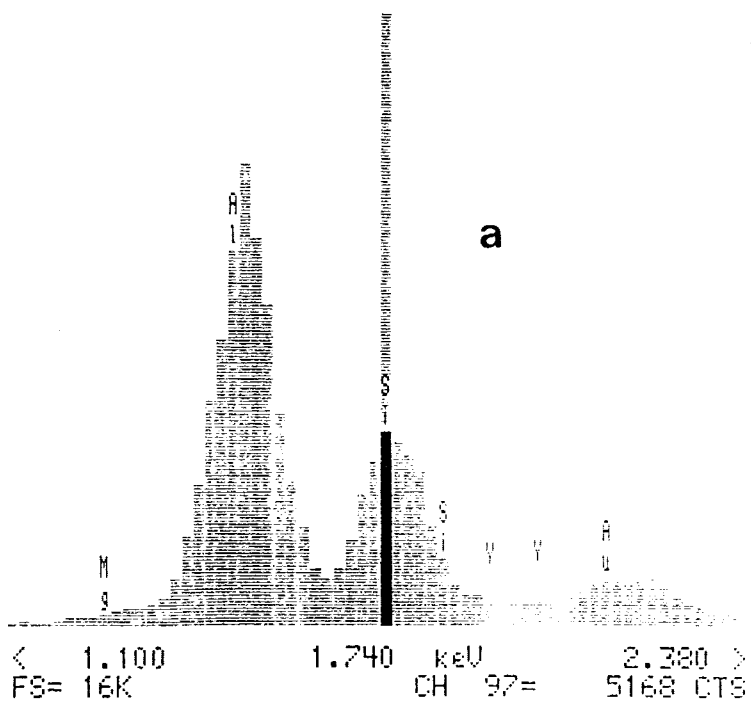


Figure 45: Diagramme de DRX en surface. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C.



ATOMY  
 Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s  
 Real: 123s 19% Dead



**Figure 46:** Micrographie en MEB et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Cristallisation de kyanite et de cristoballite

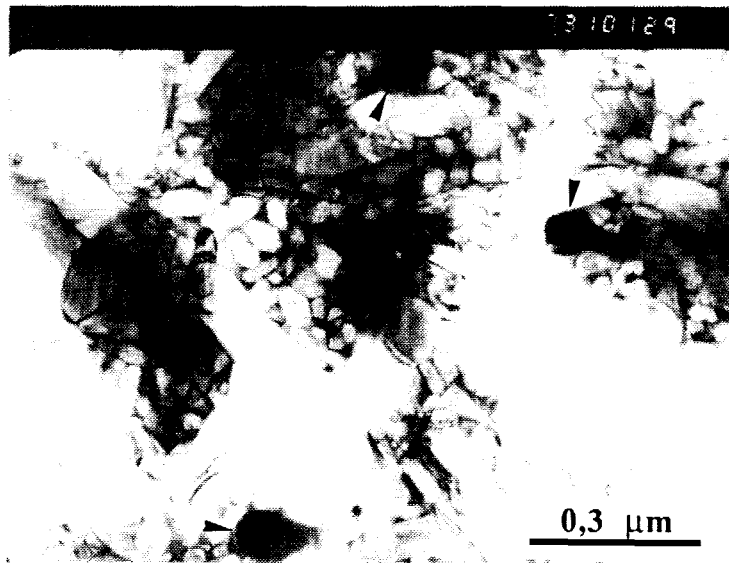


Figure 47: Micrographie en MET. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Précipitation de nodules

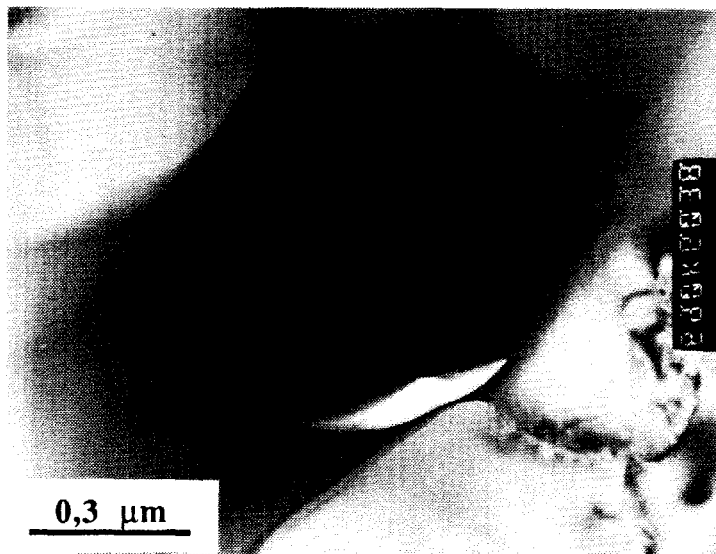


Figure 48: Micrographie en MET. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Précipitation de nodules

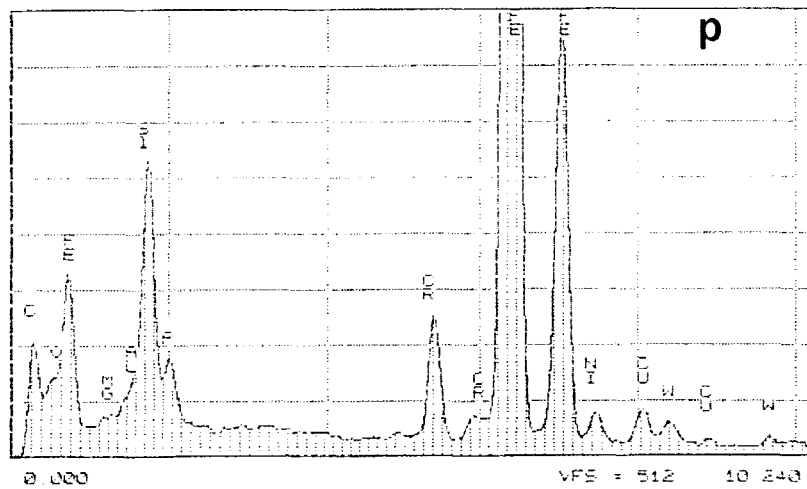
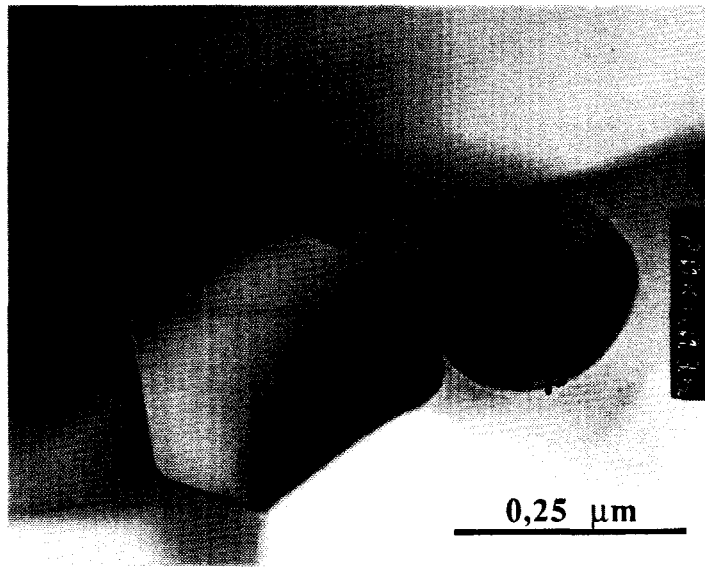
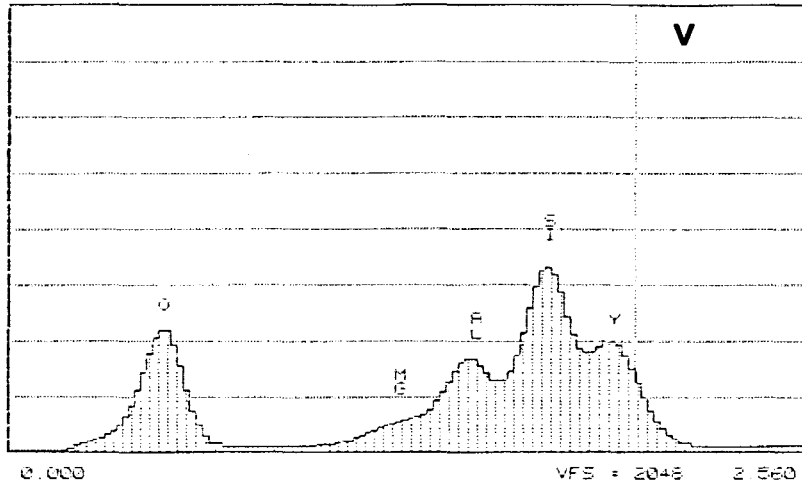


Figure 49: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1340°C. Précipitation de nodules



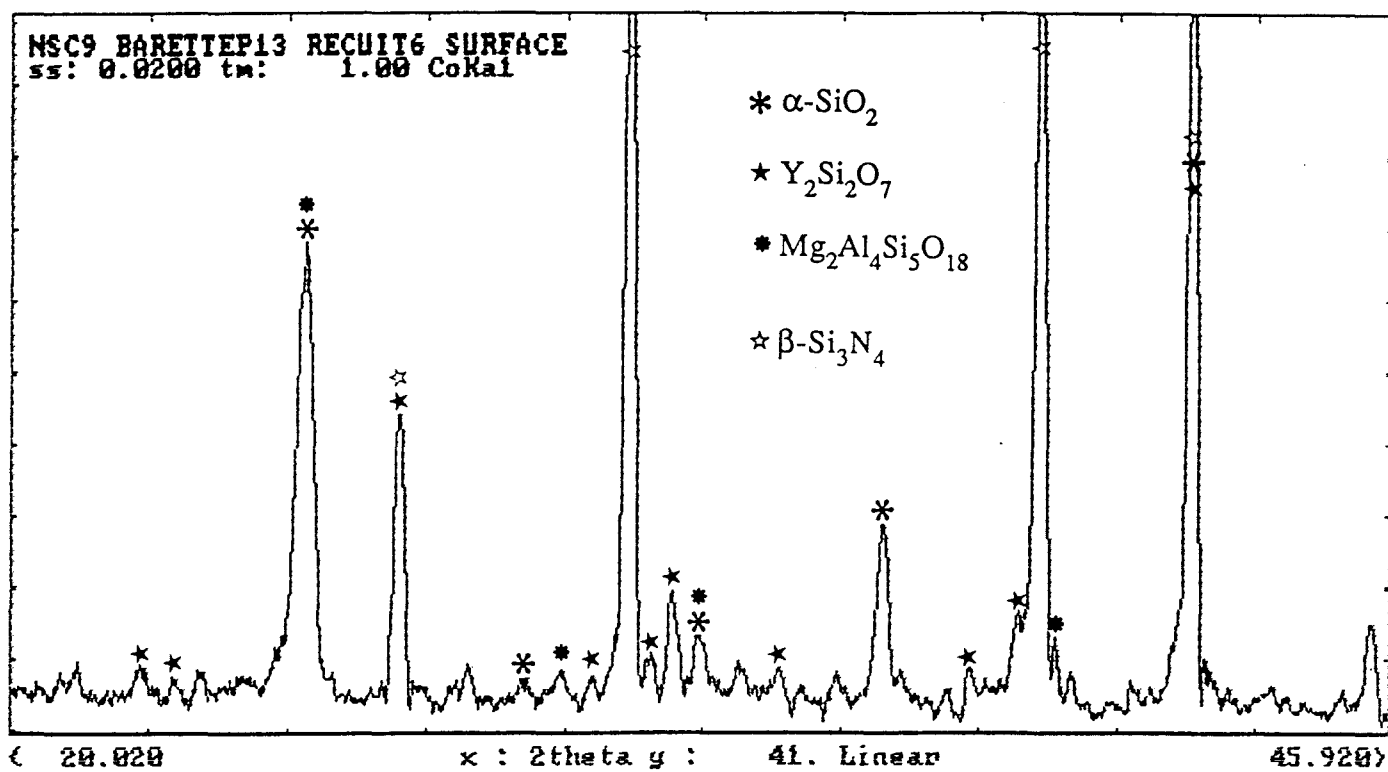
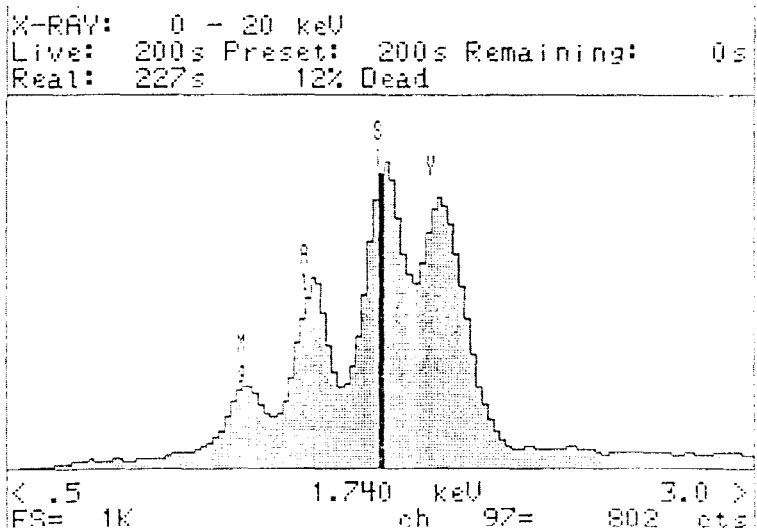
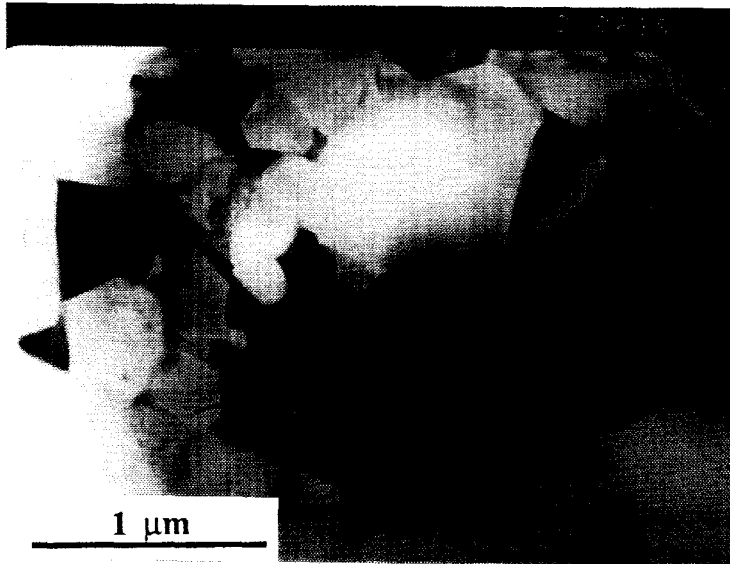


Figure 50: Diagramme de DRX en surface. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C



*Figure 51: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Plage cristalline*

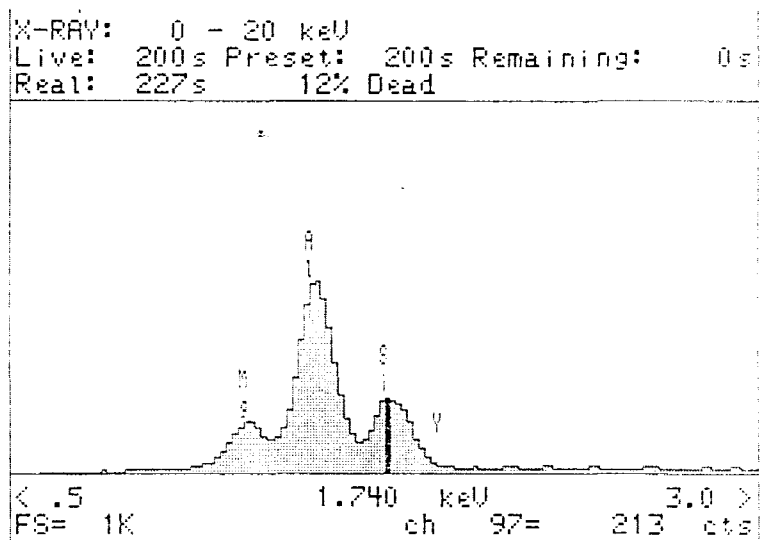
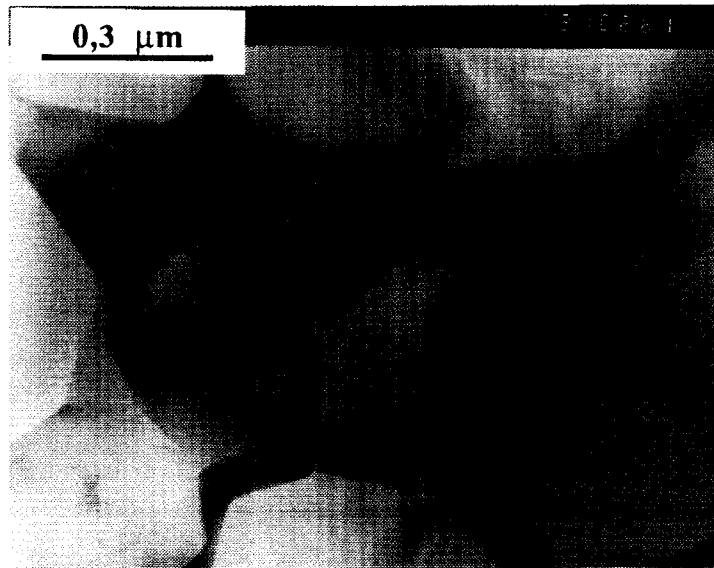
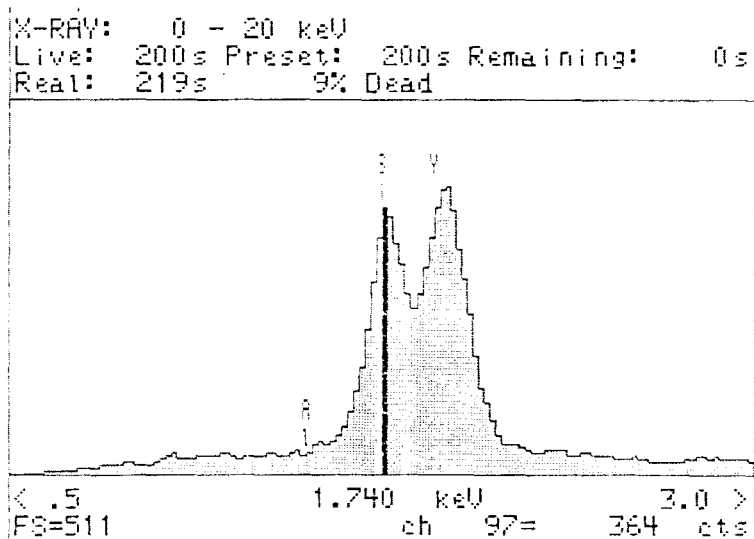
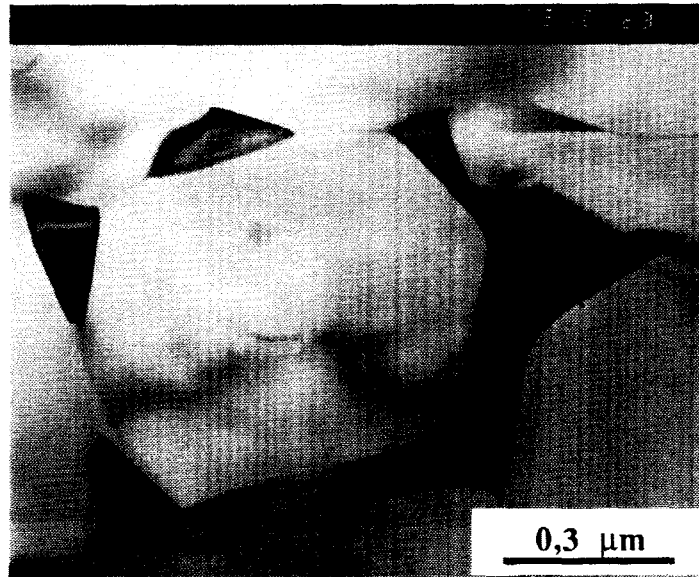


Figure 52: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Plage cristalline



**Figure 53:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Plage cristalline

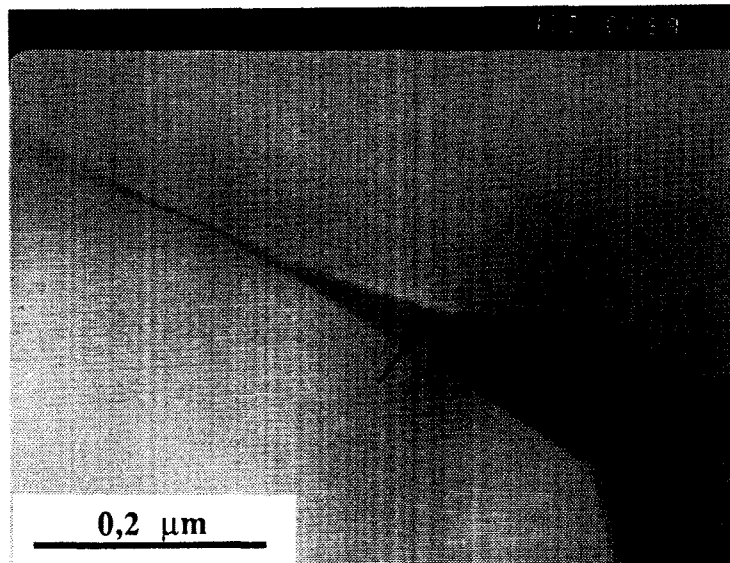


Figure 54: Micrographie en MET. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Phase vitreuse résiduelle

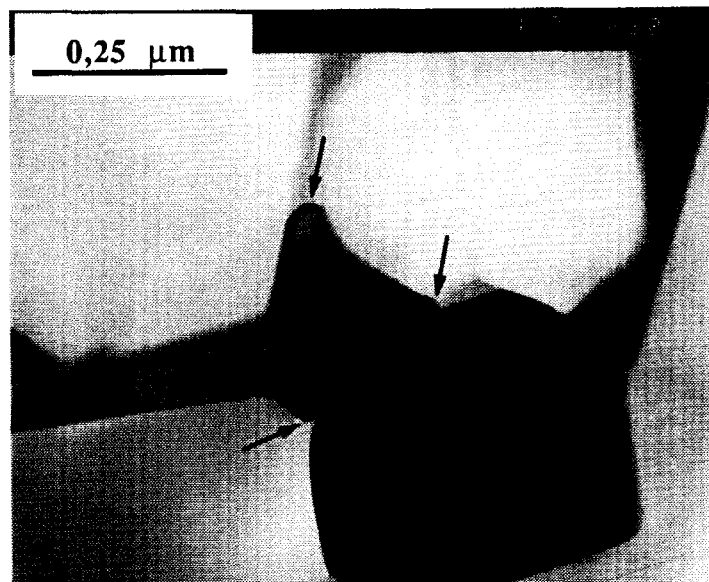
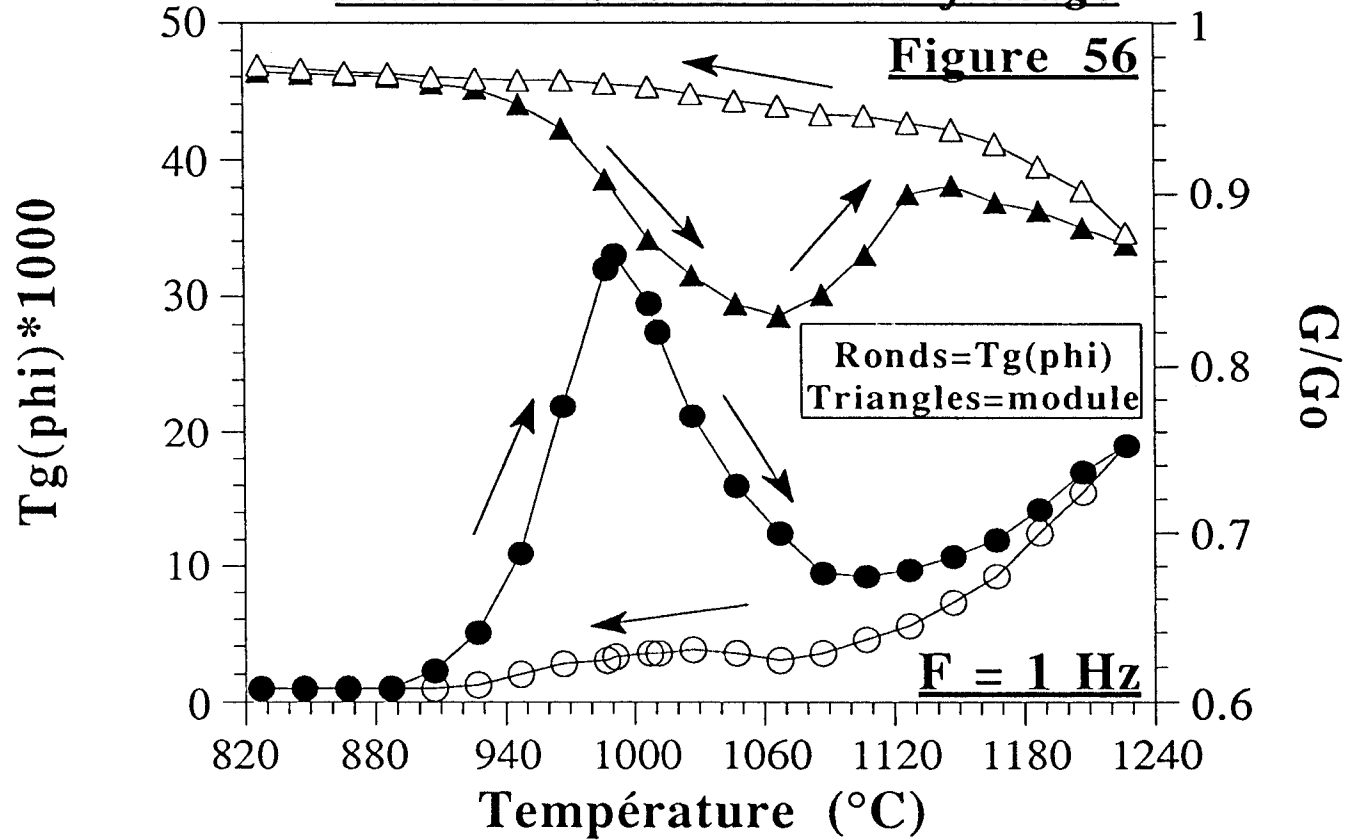
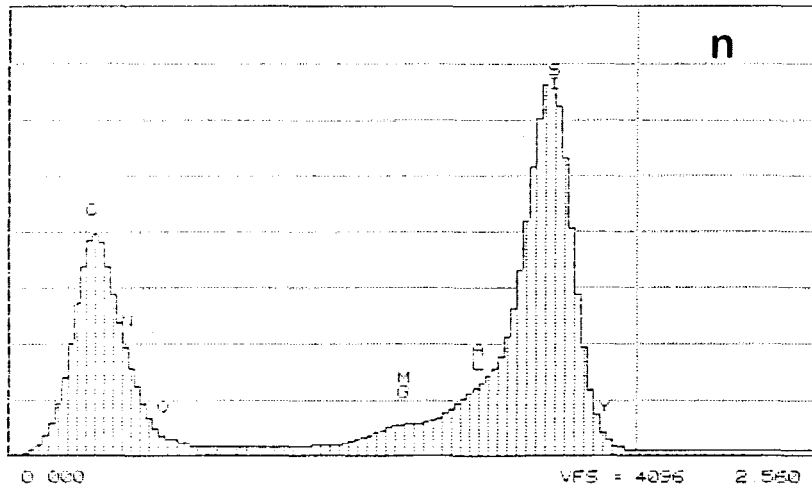
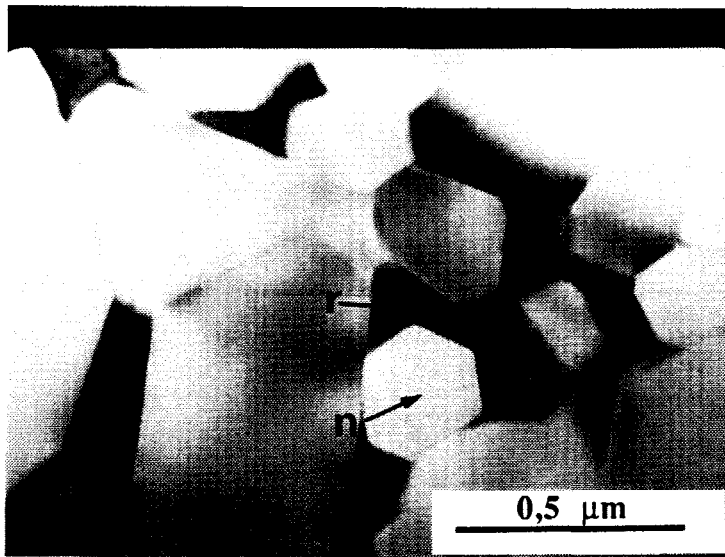
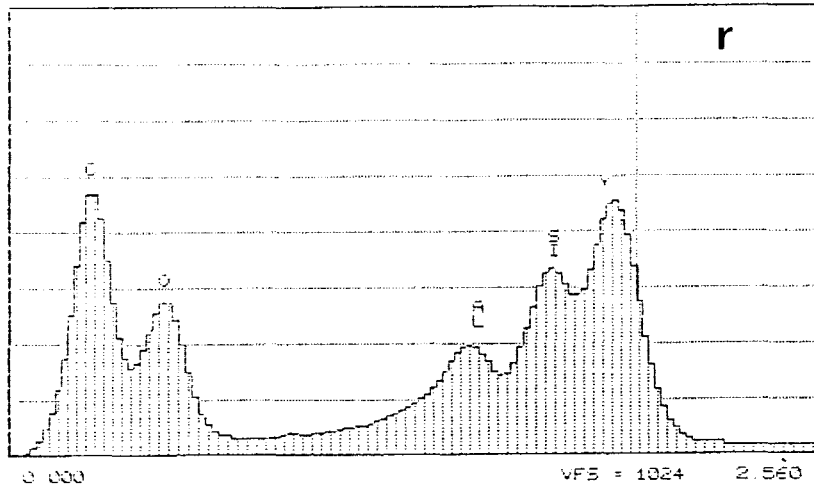


Figure 55: Micrographie en MET. Echantillon B de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C. Verre résiduel et fronts de cristallisation

Spectre de frottement intérieur  
Nuance NSC9 brute de frittage





**Figure 57:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon de type A testé en frottement intérieur jusqu'à 1230°C. Phase mouchetée

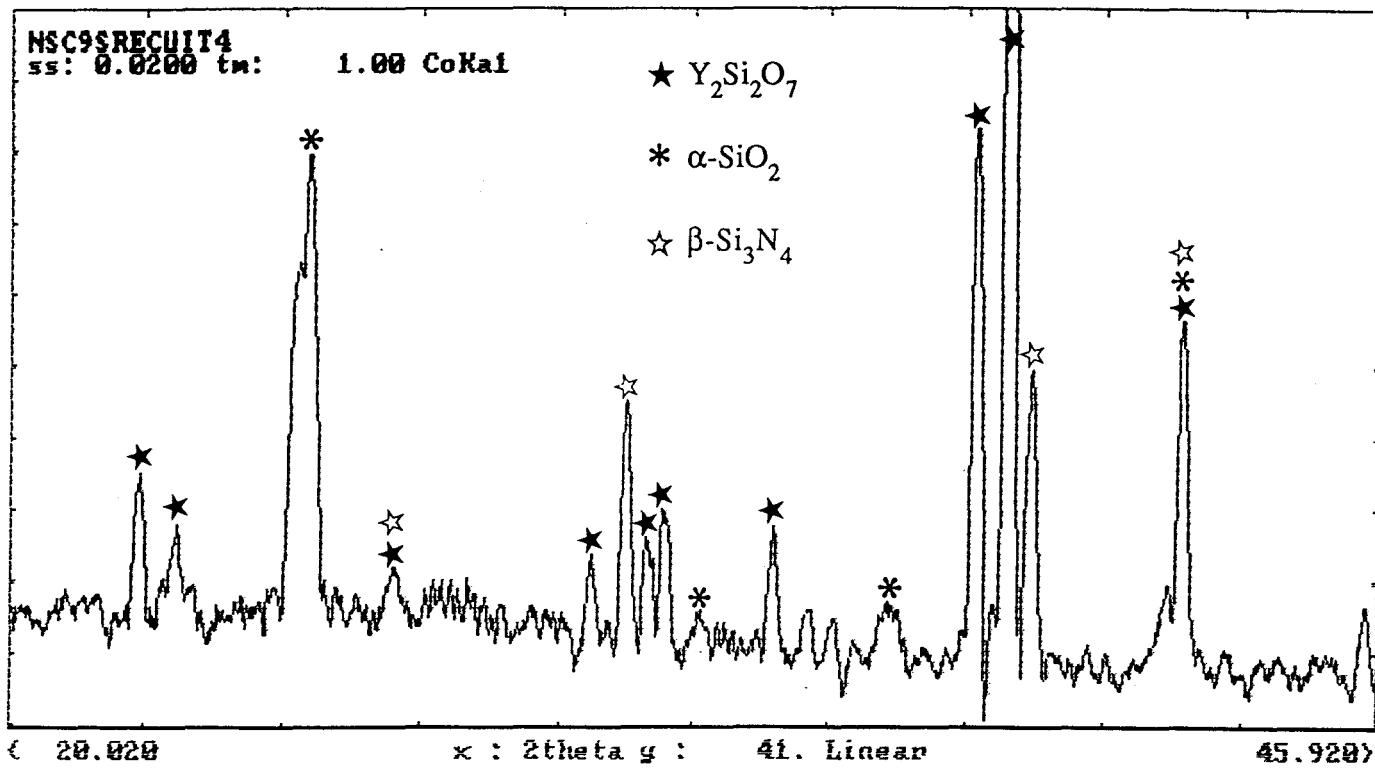
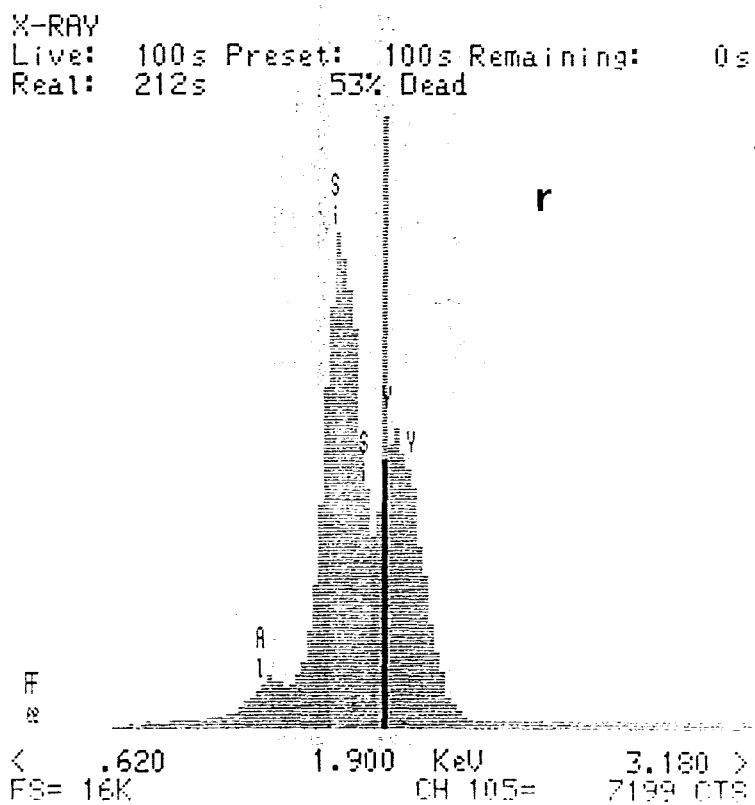
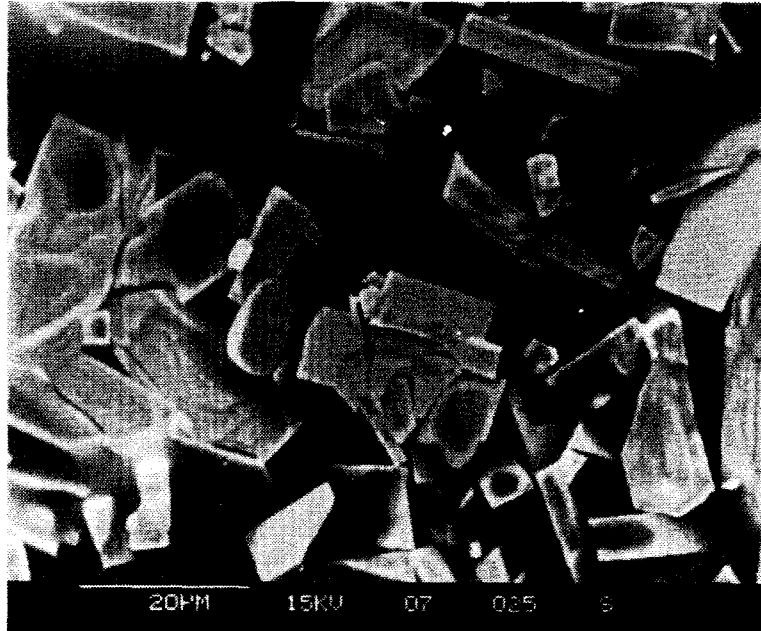


Figure 58: Diagramme de DRX en surface. Echantillon de la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C





*Figure 59: Micrographie en MEB et analyse EDS. Echantillon De la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C. Cristallisation d' $Y_2Si_2O_7$*

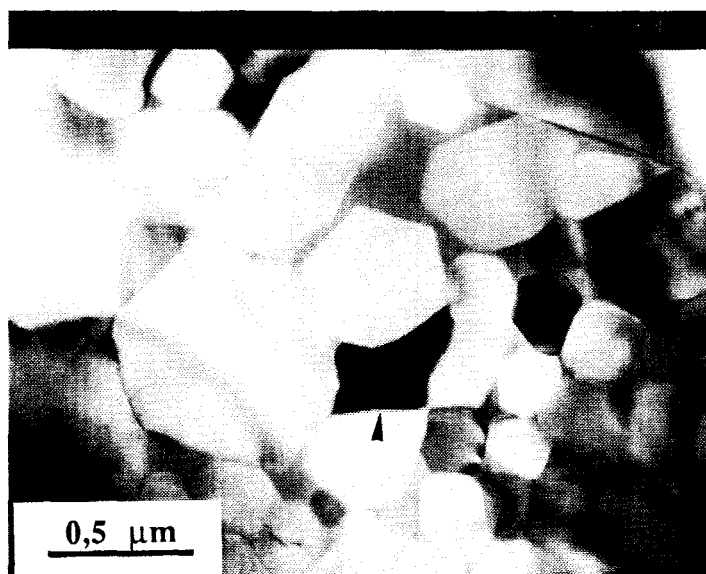


Figure 60a: Micrographie en MET. Echantillon de la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C. Phase cristallisée (champ clair)

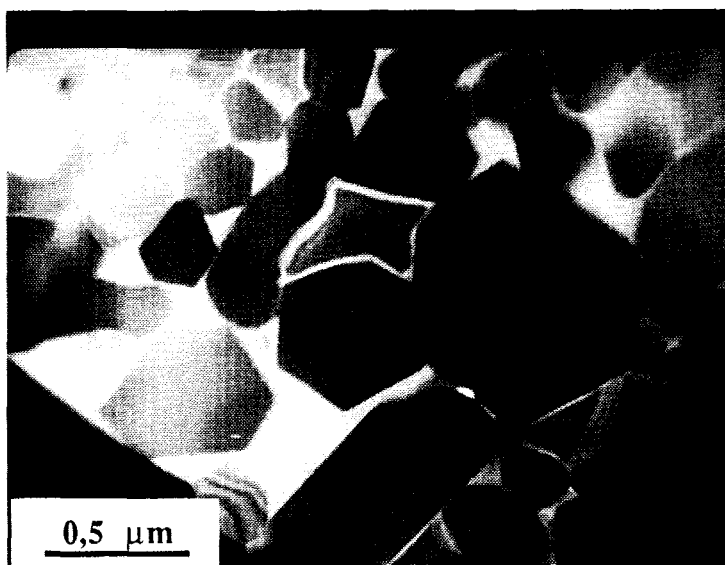


Figure 60b: Micrographie en MET. Echantillon de la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C. Plage cristallisée (champ sombre)



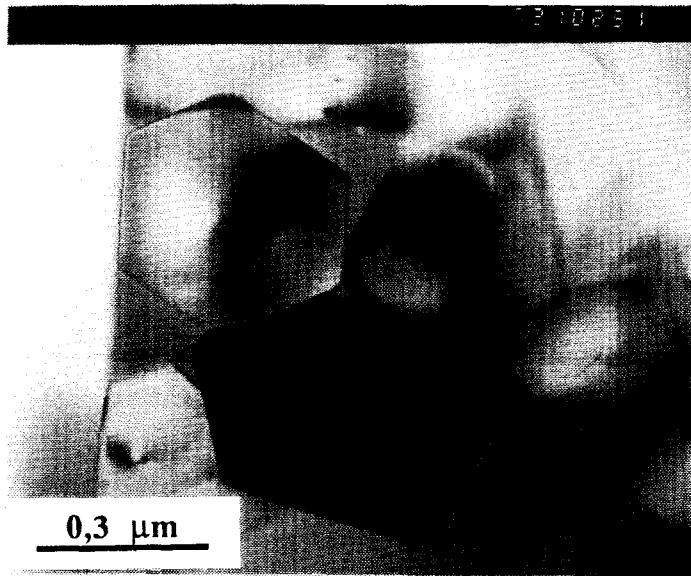
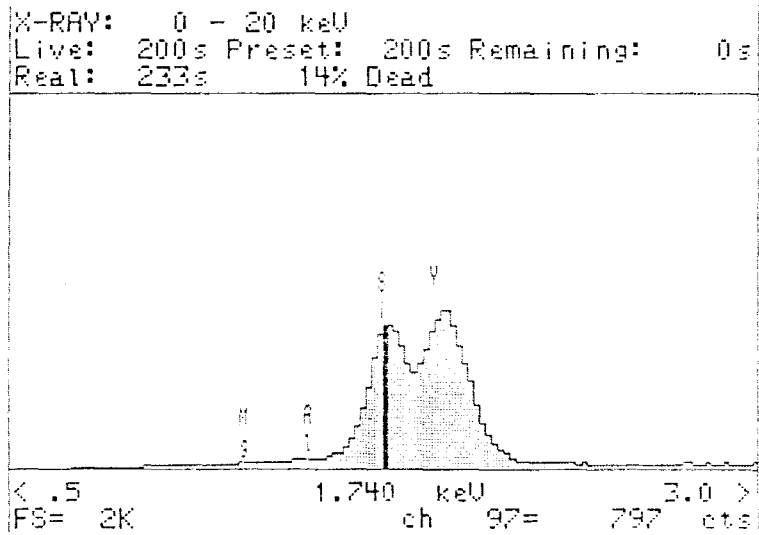
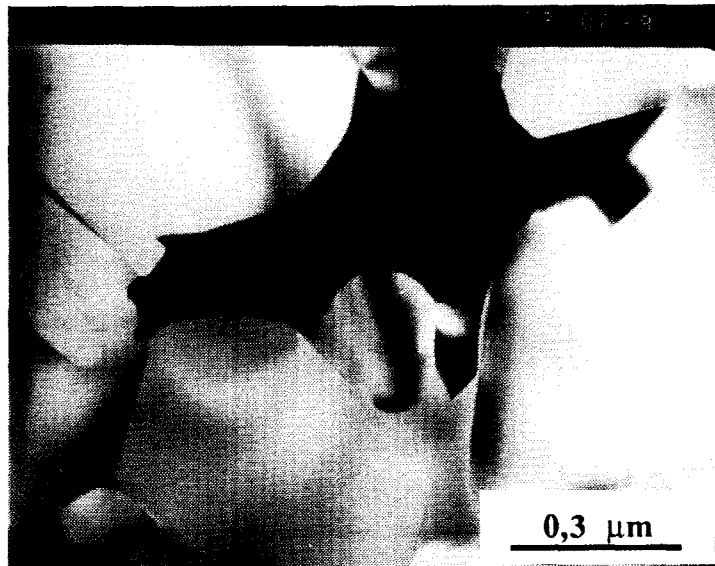
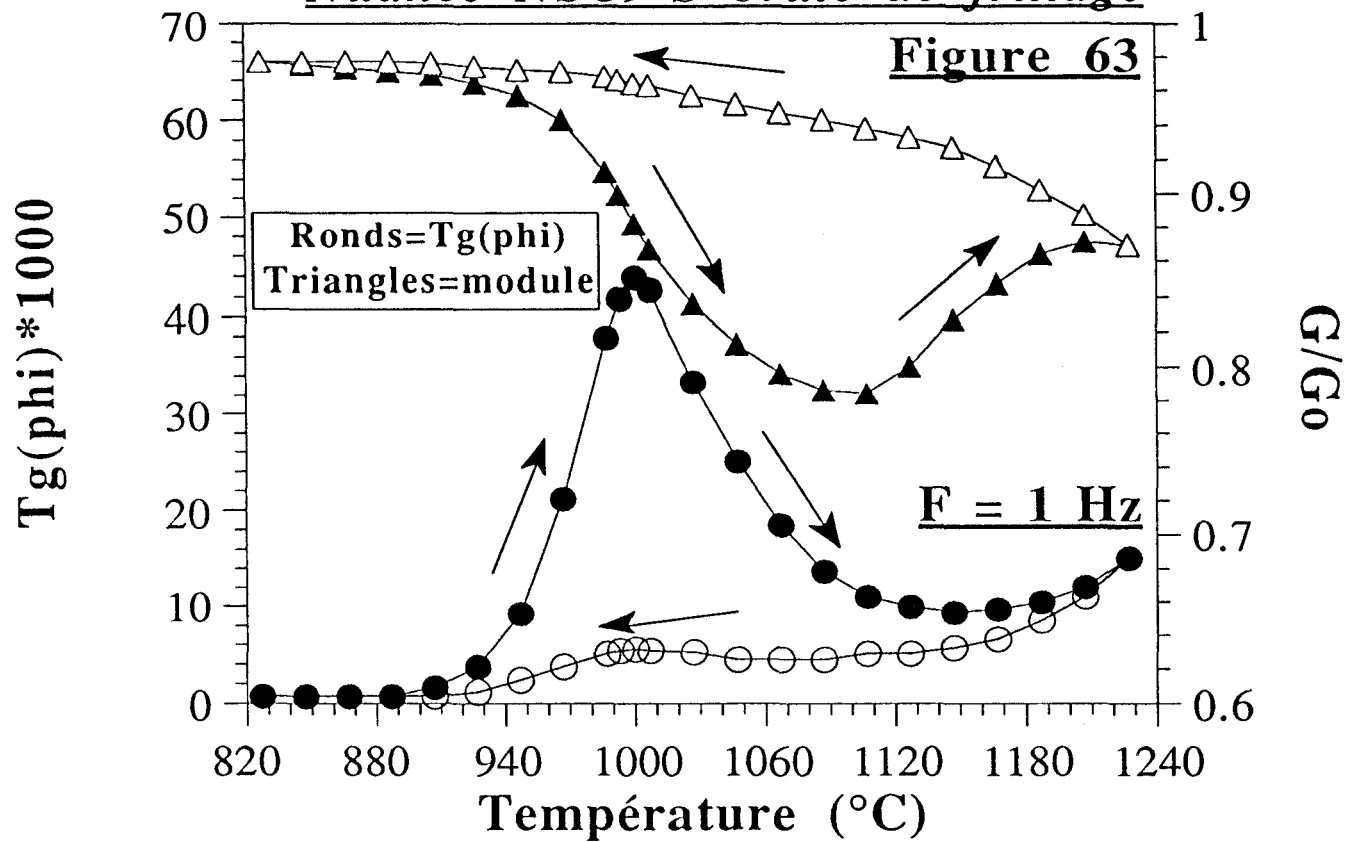


Figure 61: Micrographie en MET. Echantillon de la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C. Phase vitreuse résiduelle

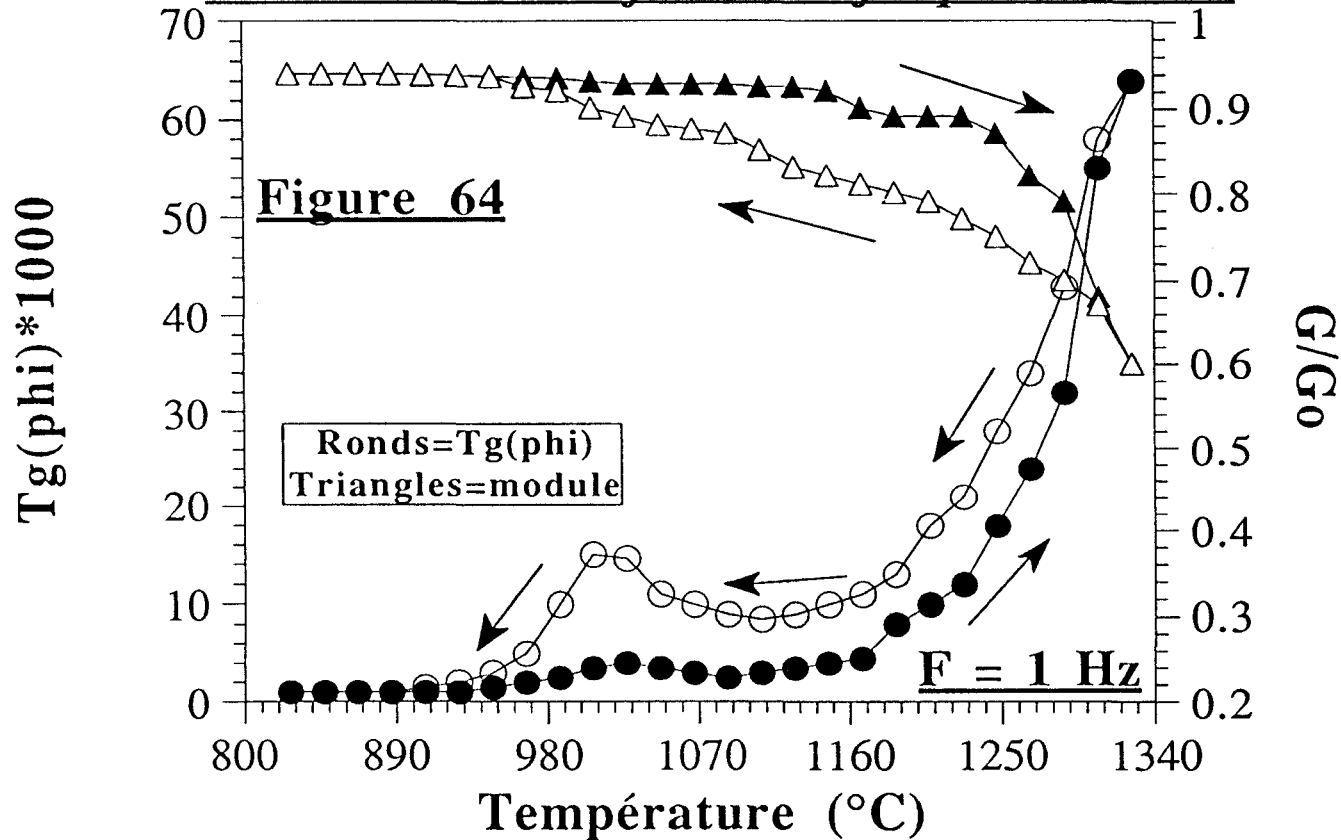


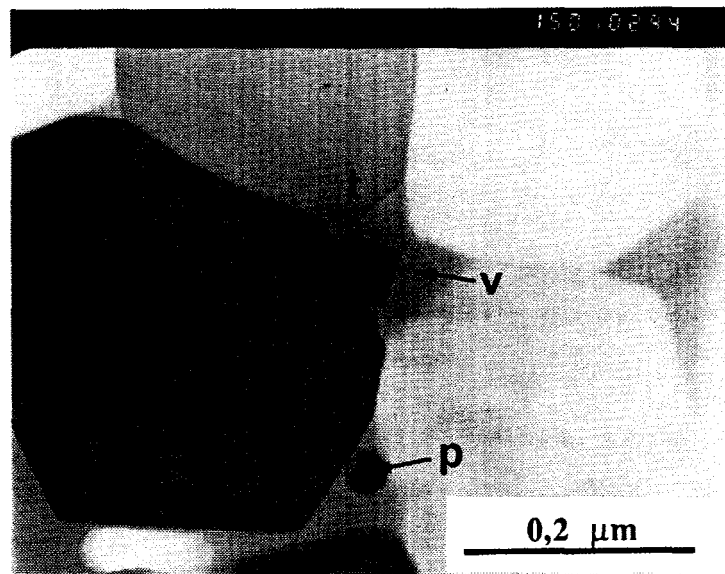
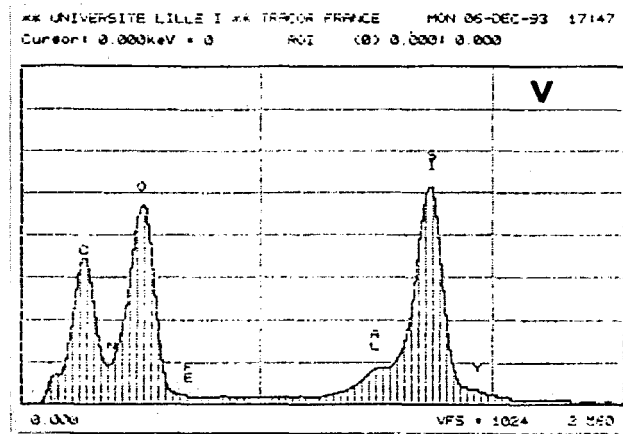
*Figure 62: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon de la nuance NSC9-S recuit 72 heures à 1340°C. Disilicate d'yttrium, front de cristallisation*

Spectre de frottement intérieur  
Nuance NSC9-S brute de frittage

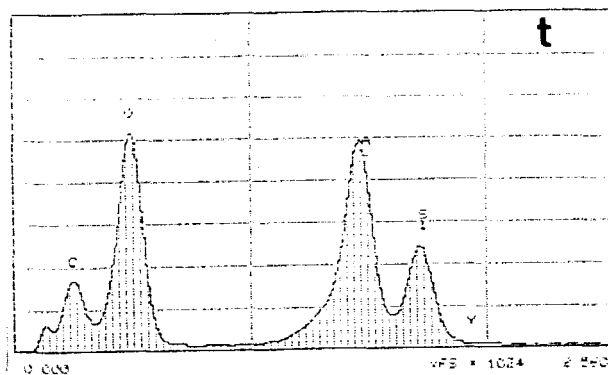


Spectre de frottement intérieur  
Nuance NSC9 déjà testée jusqu'à 1230°C

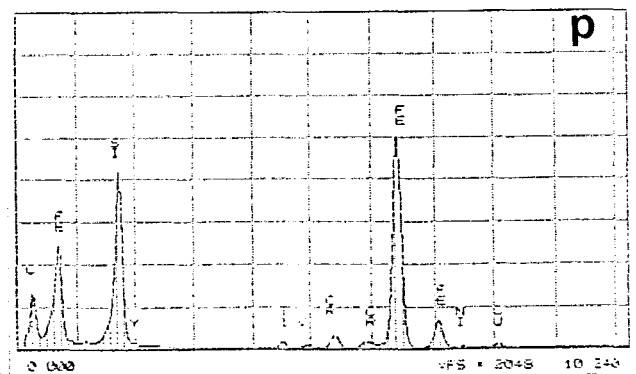




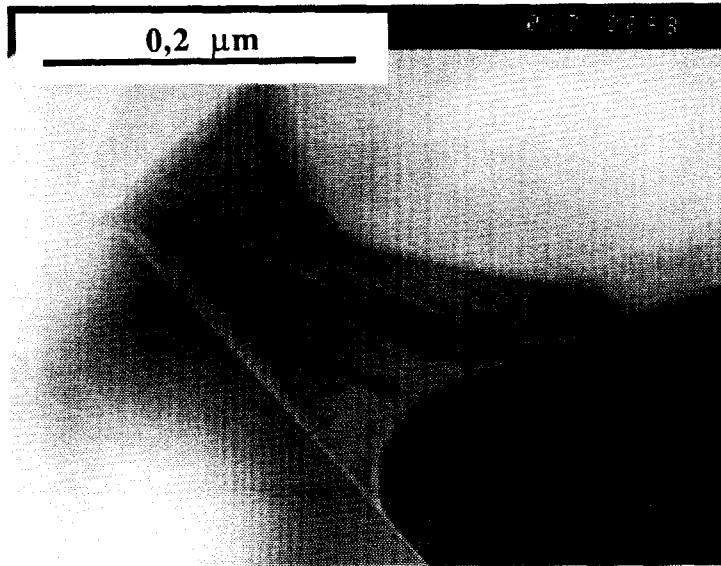
\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE MON 06-DEC-93 17144  
 Current: 0.000keV \* 0 ROI (0) 0.0001 0.000



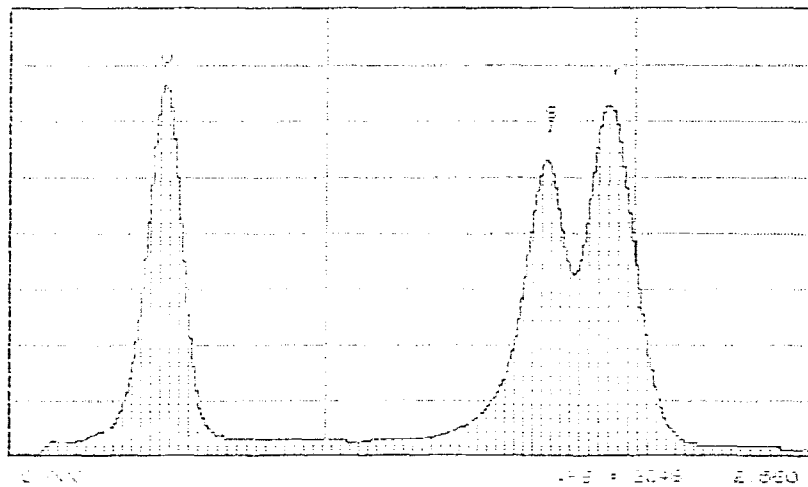
\*\* UNIVERSITE LILLE I \*\* TRACOR FRANCE MON 06-DEC-93 17137  
 Current: 0.000keV \* 0 ROI (0) 0.0001 0.000



**Figure 65:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon de la nuance NSC9-S testé en frottement intérieur jusqu'à 1230°C, puis retesté jusqu'à 1330°C. Revitrification partielle de la phase aux joints



UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON I - TRAVAUX PRATIQUES - NOV 06-DEC-03 17:35  
 Current: 0.000000 A 0.000000 V 0.000000 G 0.000000



**Figure 66:** *Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon de la nuance NSC9-S testé en frottement intérieur jusqu'à 1230°C, puis retesté jusqu'à 1330°C. Disilicate d'yttrium avec macles ou lamelles de verre ?*



Nuance NSC9-Calcul de l'exposant de la loi d'Avrami

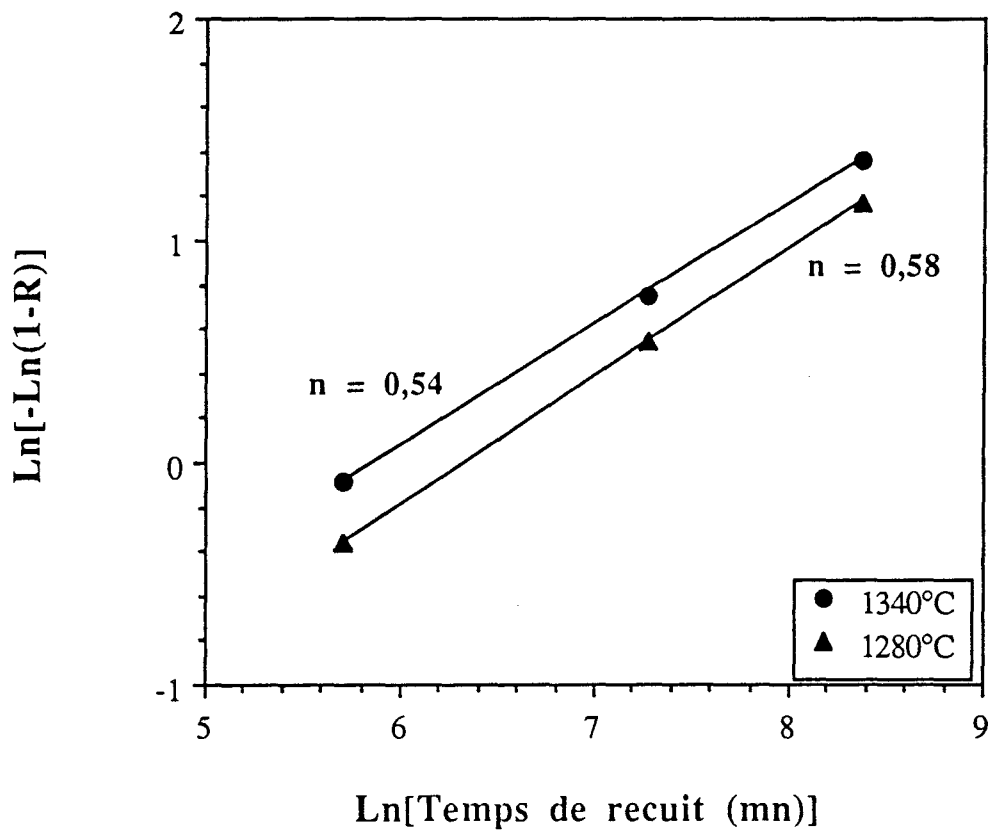
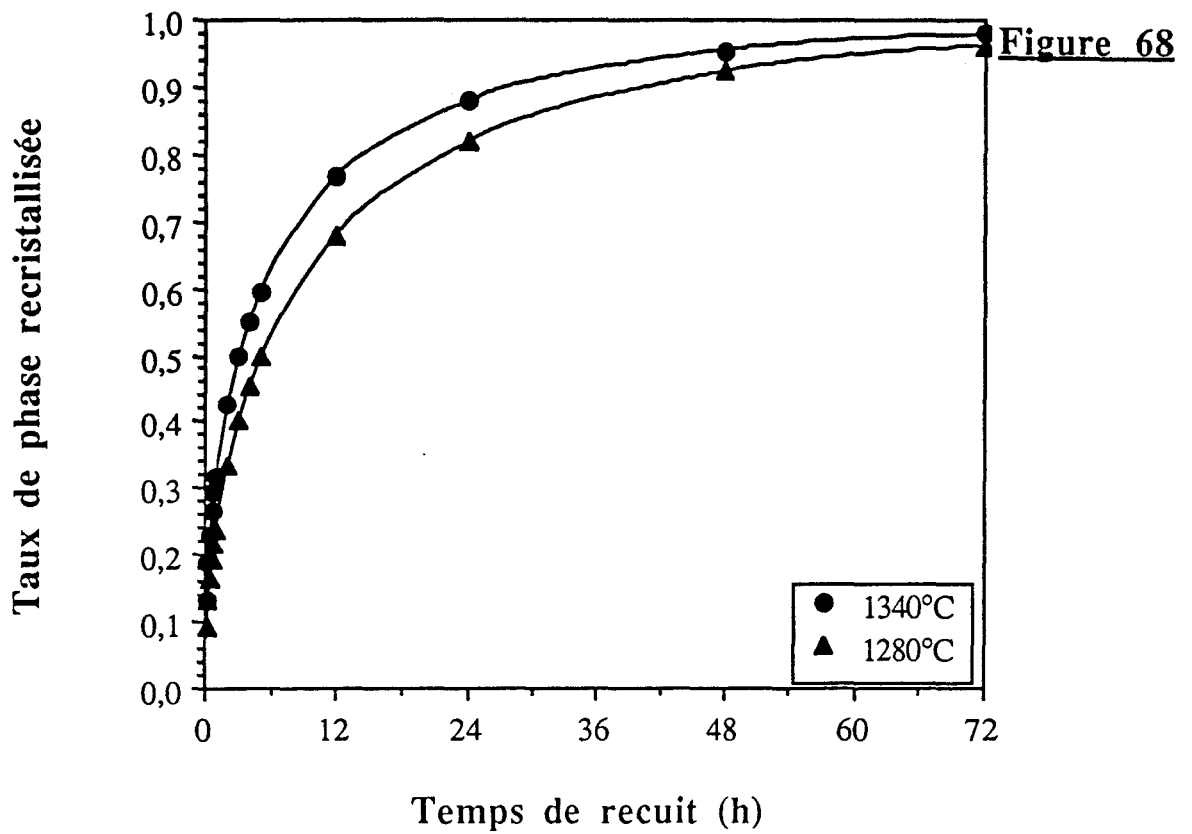
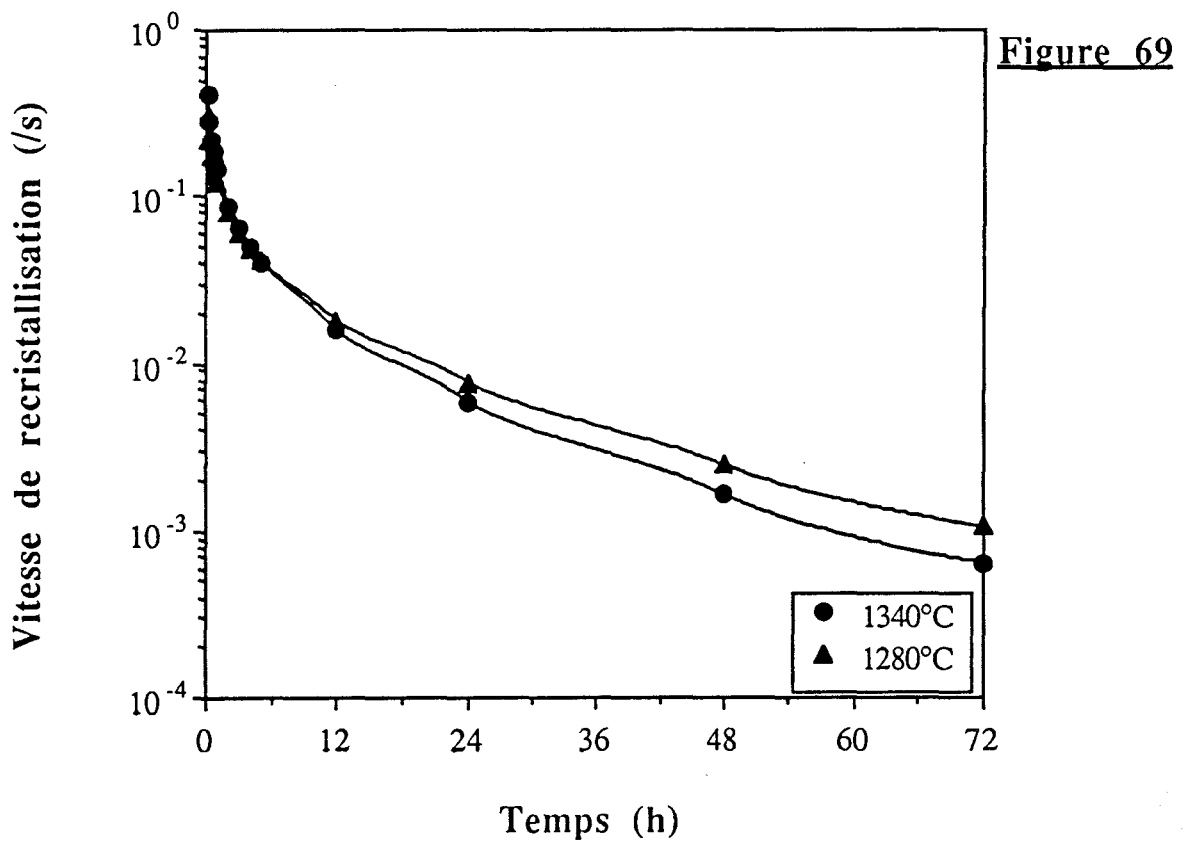


Figure 67

Nuance NSC9-Cinétique de recristallisation



Nuance NSC9-Vitesse de cristallisation



Nuance NSC9-Phases cristallisant à 1340°C

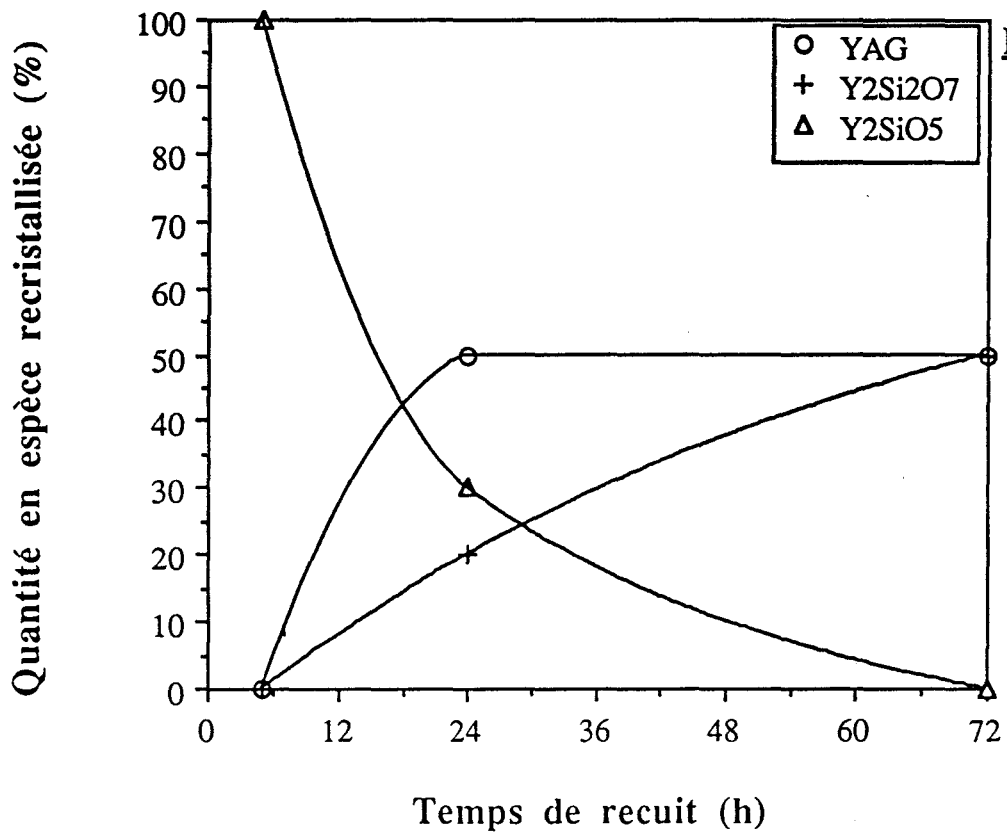


Figure 70

Nuance NSC9-Phases cristallisant à 1280°C

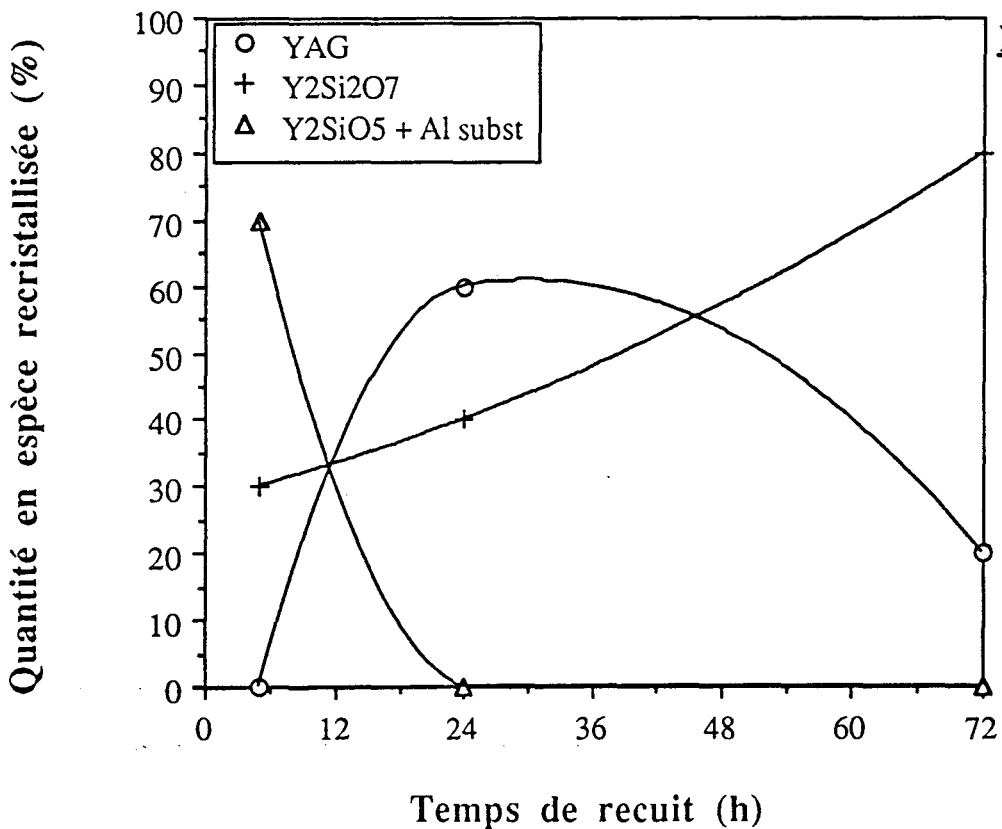
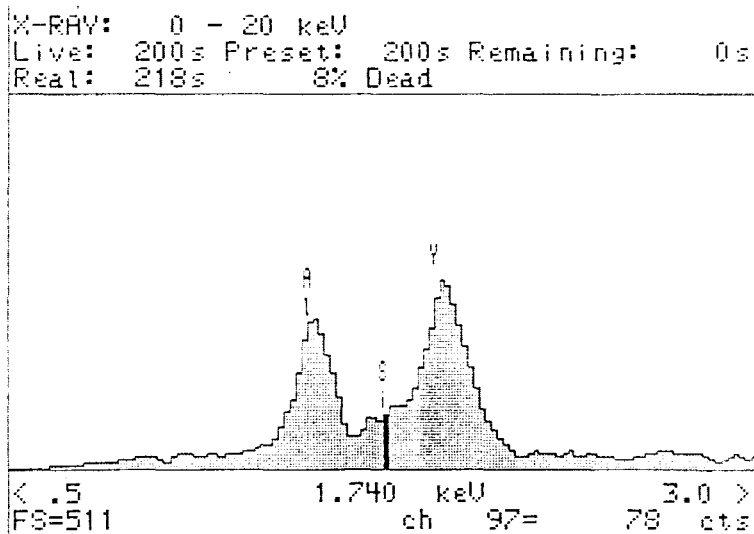
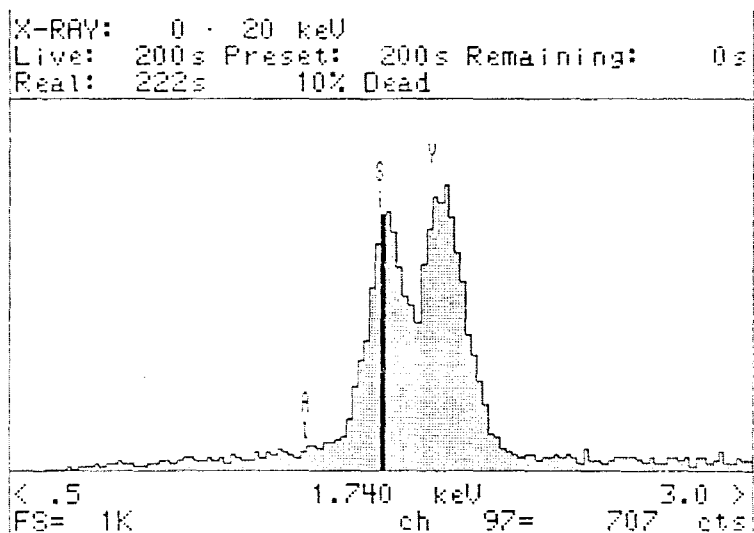
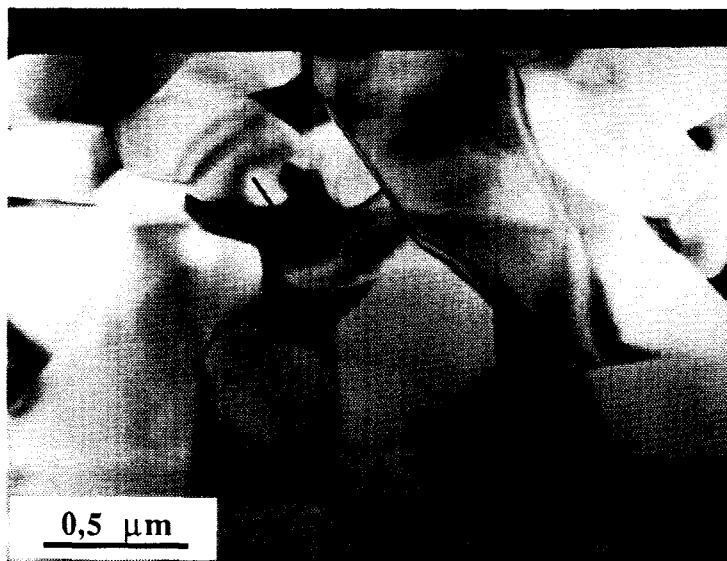


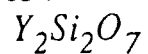
Figure 71

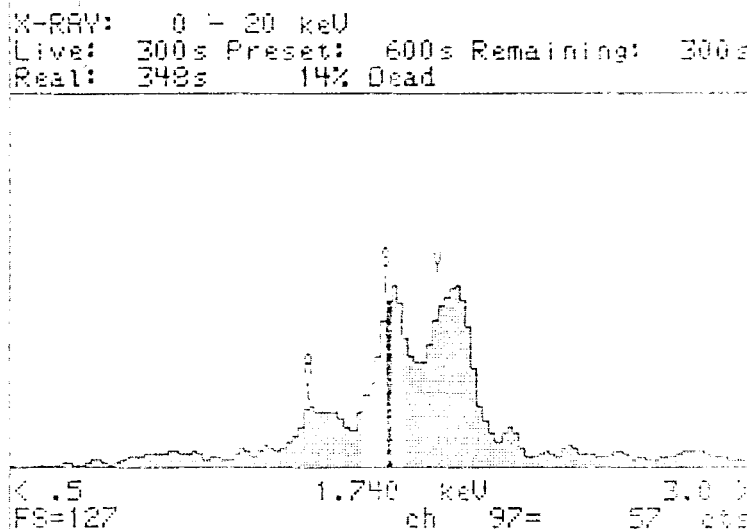
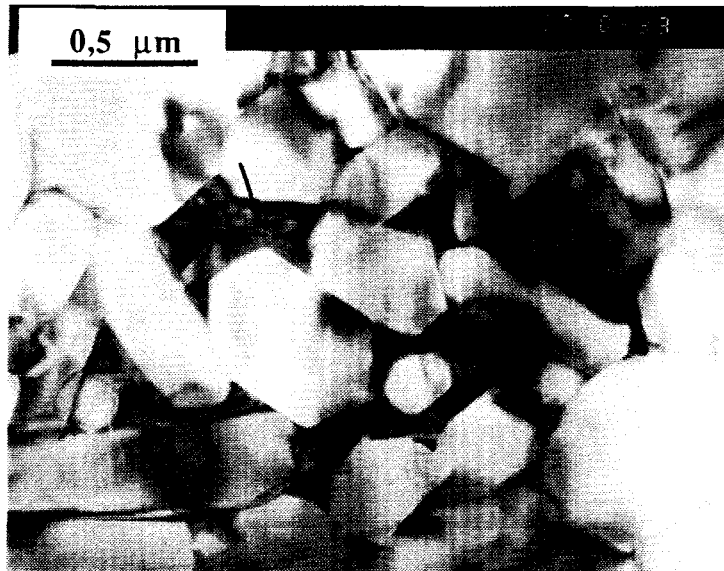


*Figure 72: Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C puis 24 heures à 1340°C. YAG*

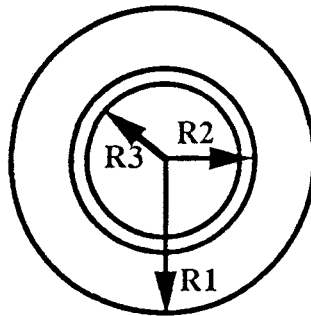
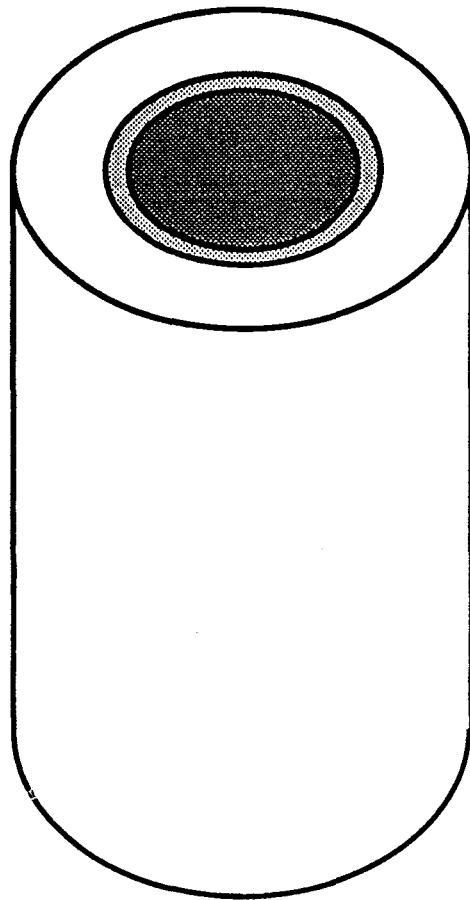


**Figure 73:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit 72 heures à 1150°C puis 24 heures à 1340°C.





**Figure 74:** Micrographie en MET et analyse EDS. Echantillon A de la nuance NSC9 recuit sous air jusqu'à 1230°C, avec les mêmes paramètres que lors d'un recuit dans le dispositif de frottement intérieur. Phase mouchtée



$R1 = R_{\text{nitrure}}$   
 $R2 = R_{\text{rec}} + t_{\text{film}}$   
 $R3 = R_{\text{rec}}$



Phase recristallisée



Film vitreux interfacial



Matrice en nitrure de silicium

**Figure 75:** *Calcul des contraintes internes*



## **CHAPITRE IV**

**Résistance au fluage. Influence  
d'une recristallisation de la phase  
aux joints de grains.**



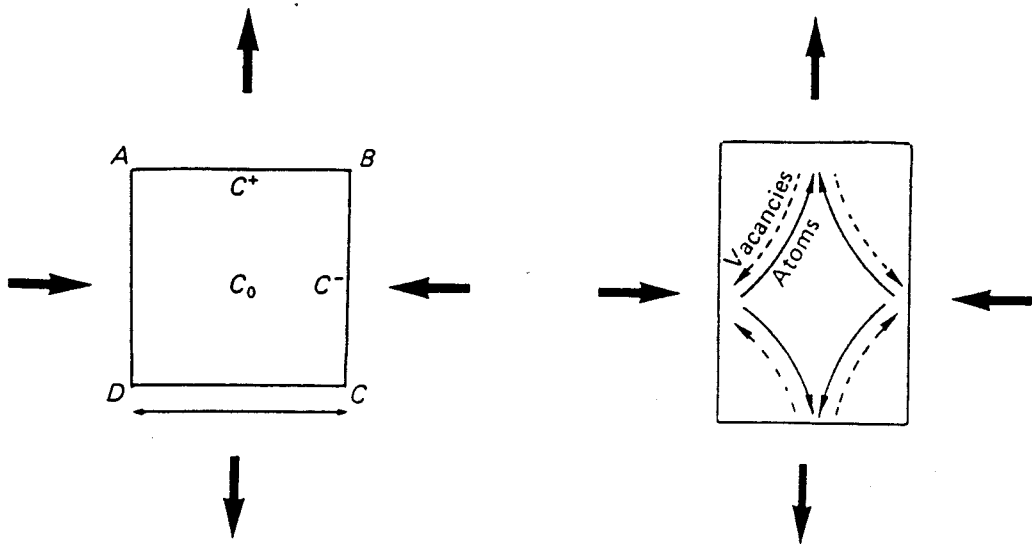


Figure 1: *Fluage diffusionnel, hypothèse de Nabarro. Monocristal soumis à une contrainte de cisaillement pur*

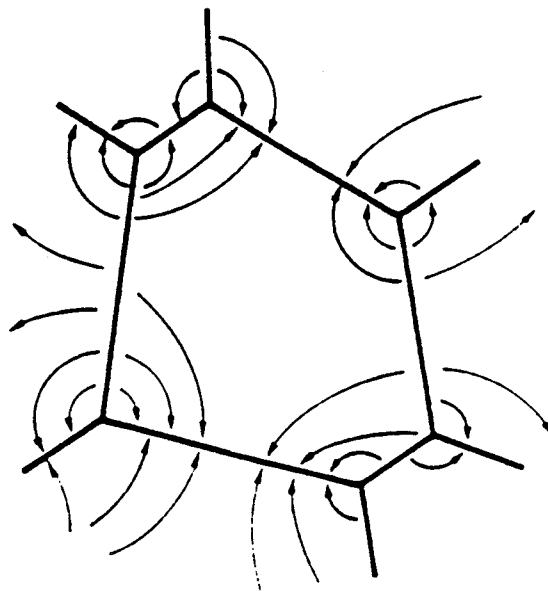


Figure 2: *Fluage diffusionnel, modèle de Nabarro-Herring. Grain polyédrique d'un ensemble polycristallin soumis au même champ de contrainte que sur la figure 1*

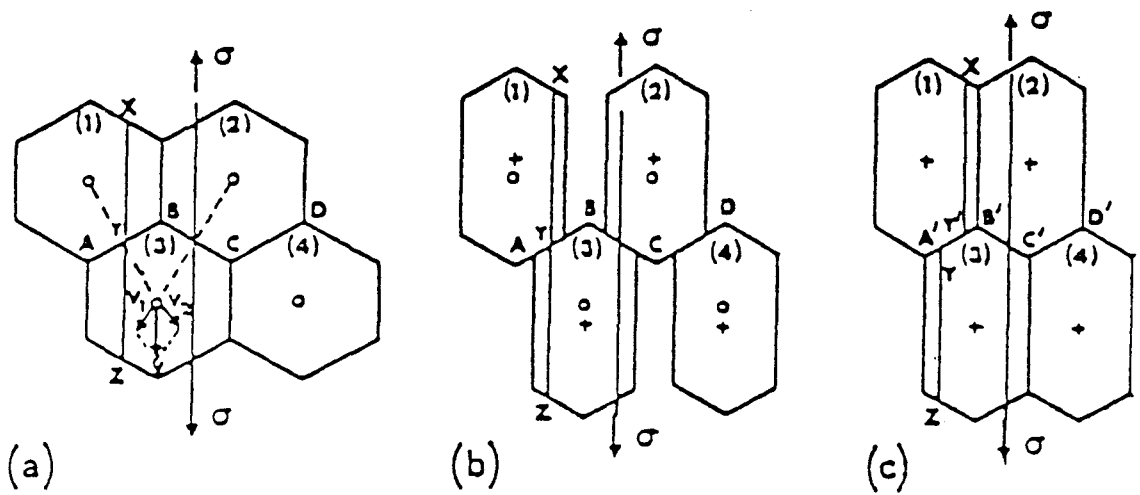


Figure 3: Nécessité du glissement aux joints pour maintenir la cohésion des grains.

a) Etat initial des quatre grains hexagonaux. La ligne de repère XYZ est parallèle à  $s$ .

b) Elongation des grains par fluage-diffusion sans glissement. La ligne de repère XYZ est inchangée.

c) Nécessité d'un glissement aux joints pour maintenir la cohésion des grains. La ligne se divise en deux segments XY' et YZ décalés au niveau du joint.

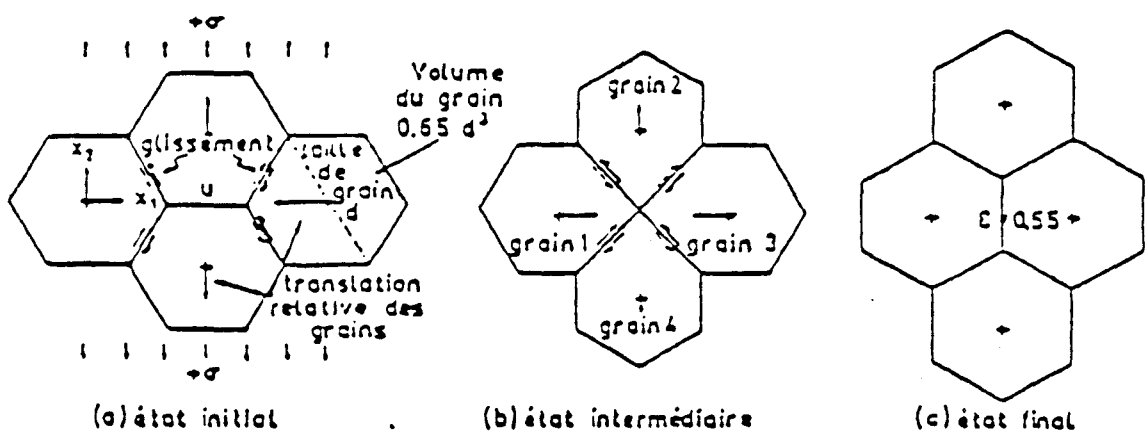


Figure 4: Modèle d'intercalation de grains. La déformation finale du groupe de grains est de 55 %, mais la forme des grains reste inchangée

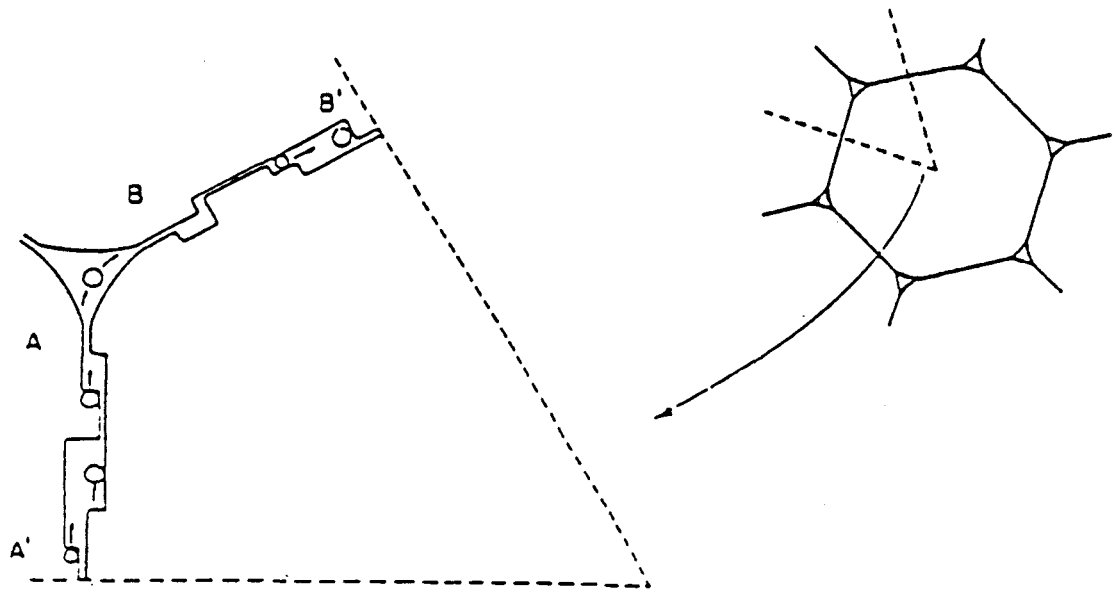


Figure 5: Mécanisme de dissolution-diffusion-reprécipitation. Transfert d'atomes à travers la phase vitreuse

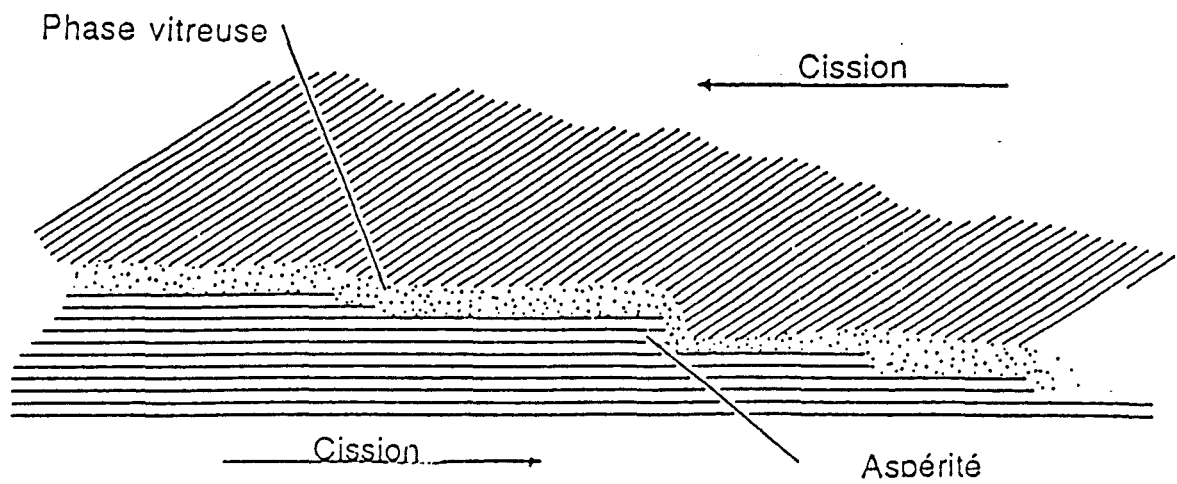


Figure 6: Modèle de la déformation viscoélastique. Schéma d'un joint de grains contenant des marches qui s'emboîtent



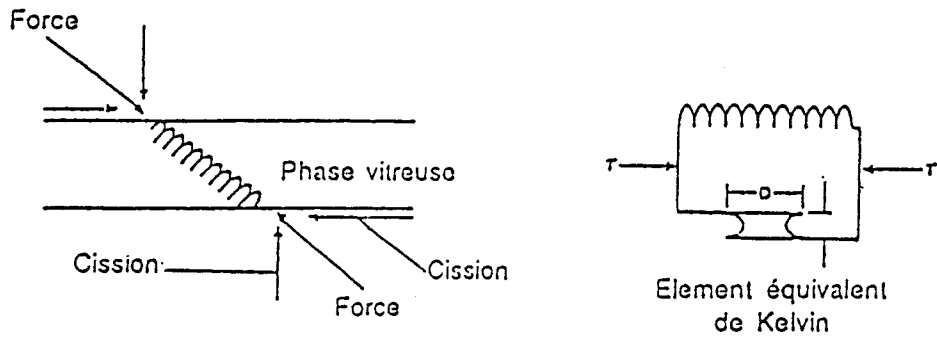


Figure 7: *Modèle rhéologique de la déformation viscoélastique*

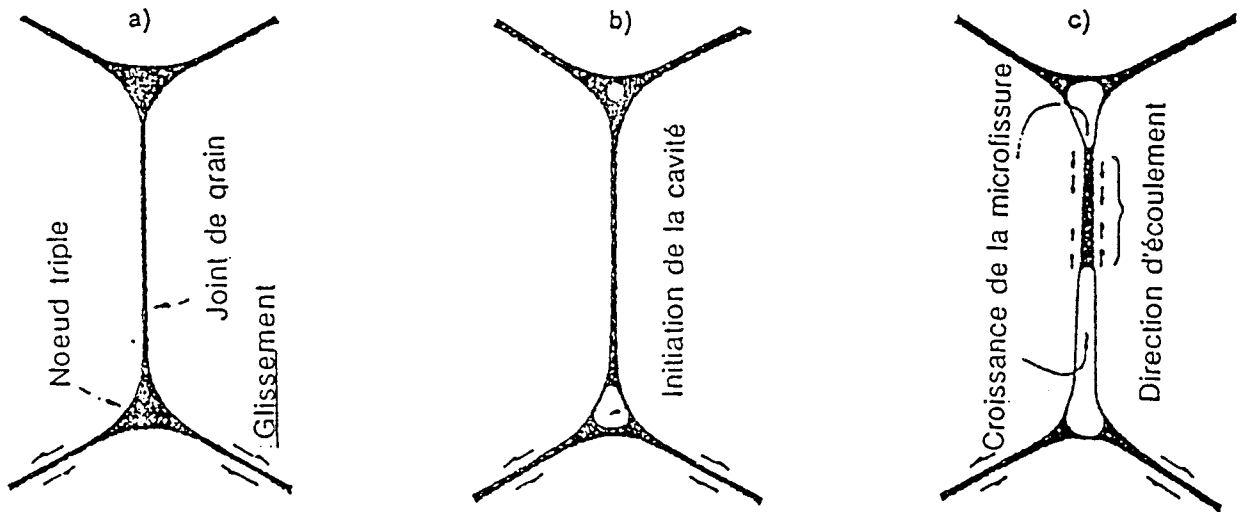
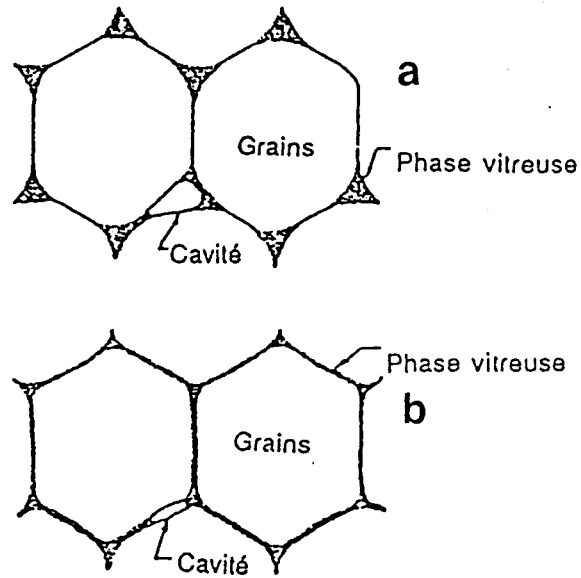
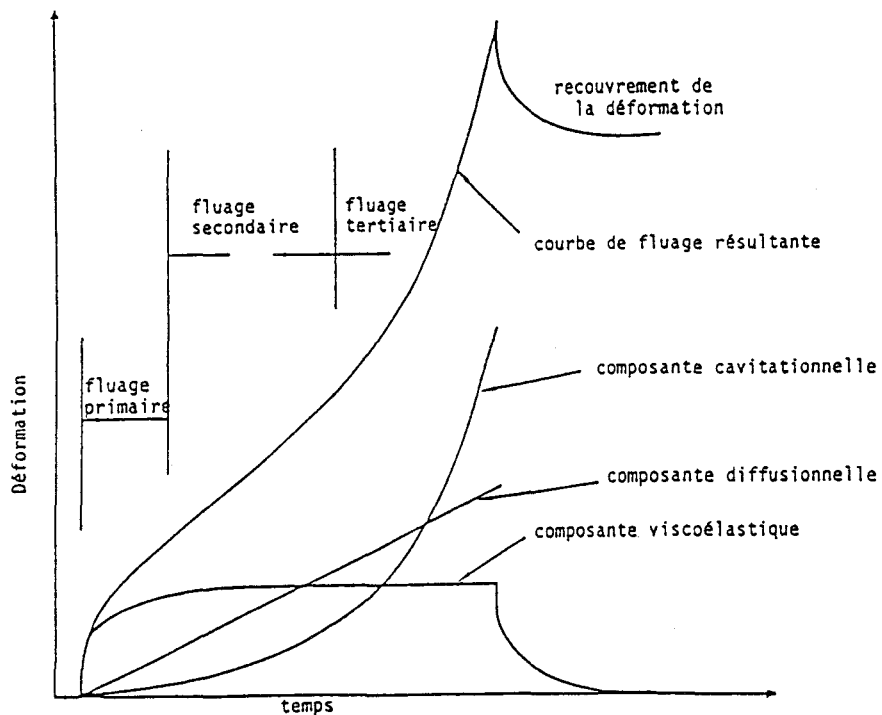


Figure 8: *Modèles de déformation faisant intervenir la cavitation. Description schématique de la création de microfissures*



**Figure 9:** *Modèles de déformation faisant intervenir la cavitation. Cavitation pour différentes distribution de la phase aux joints.*



**Figure 10:** *Allure générale d'une courbe de fluage pour une céramique contenant une phase vitreuse résiduelle aux joints de grains*

Nuance NSC9 brute de frittage. Courbes de fluage

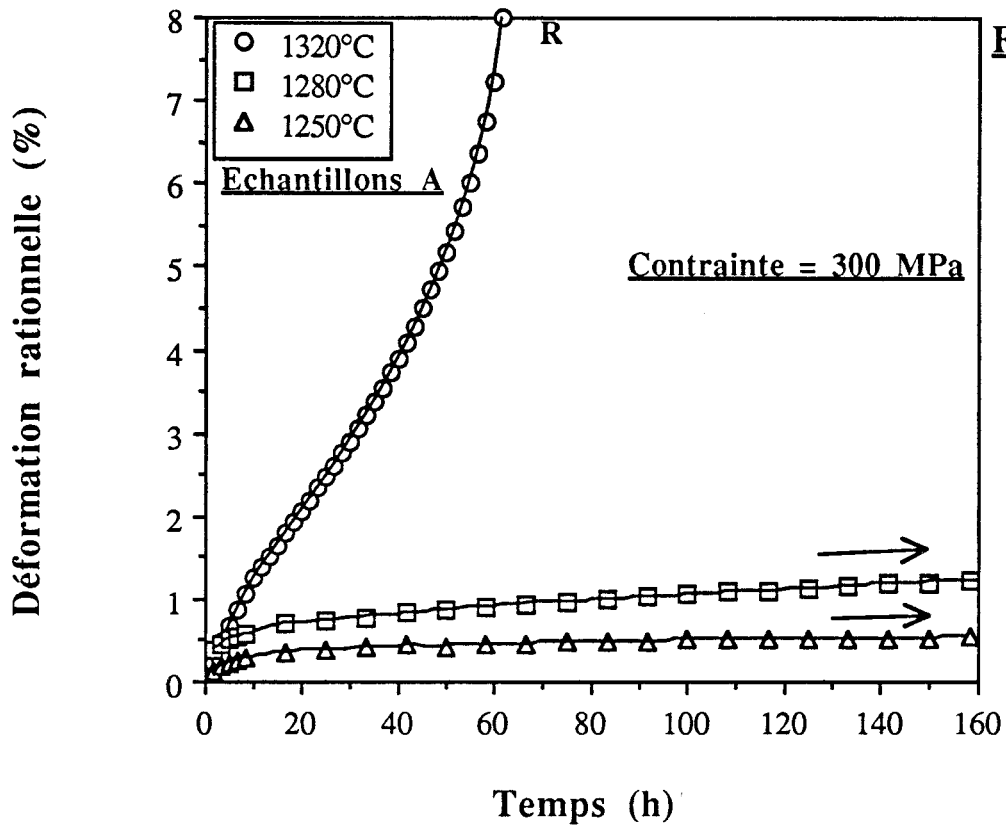


Figure 11

Nuance NSC9 brute de frittage. Vitesses de déformation

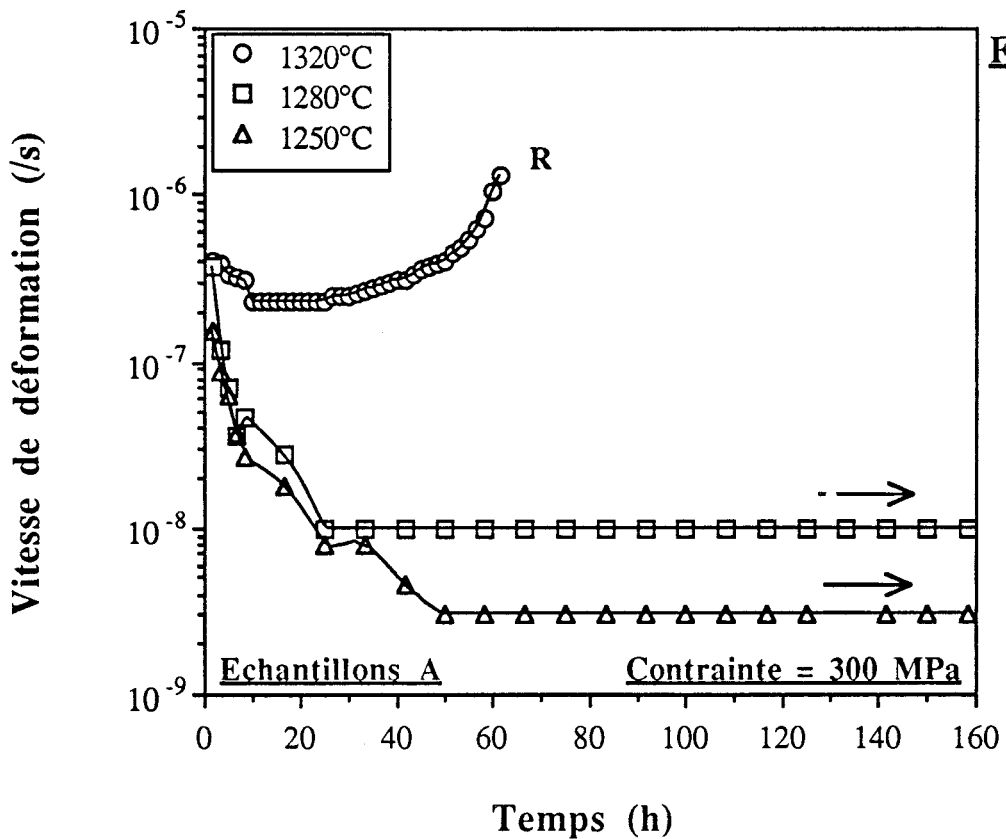


Figure 12

Nuance NSC9 brute de frittage. Courbes de fluage

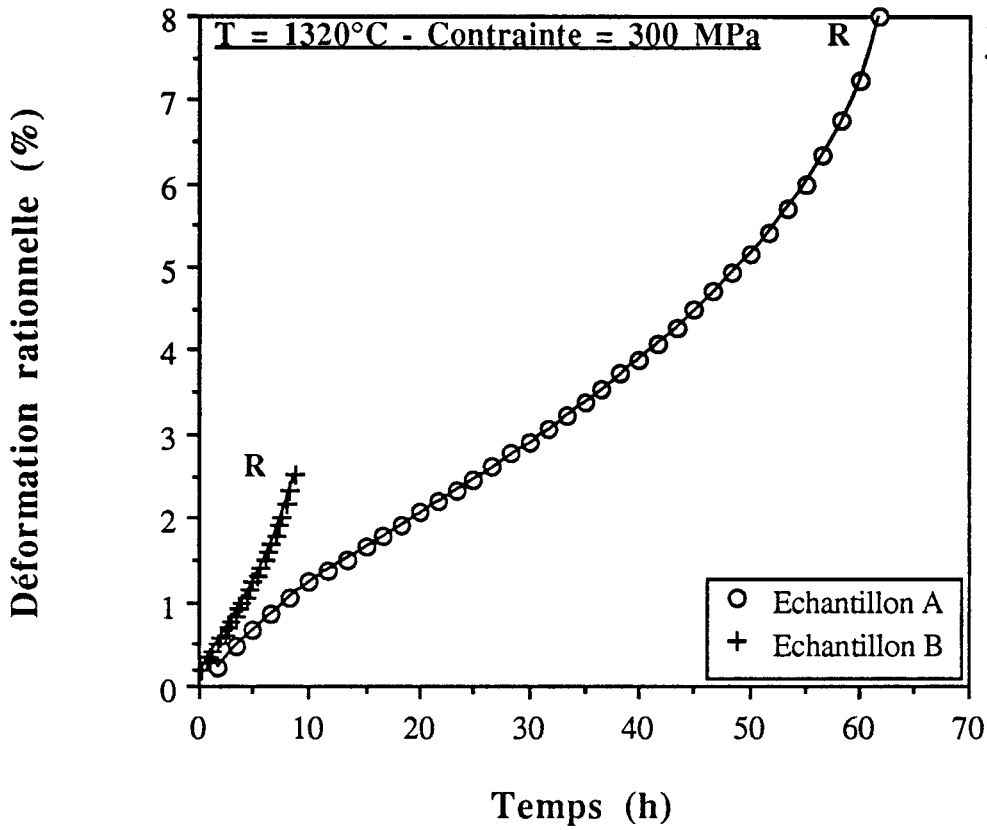


Figure 13a

Nuance NSC9 brute de frittage. Courbes de fluage

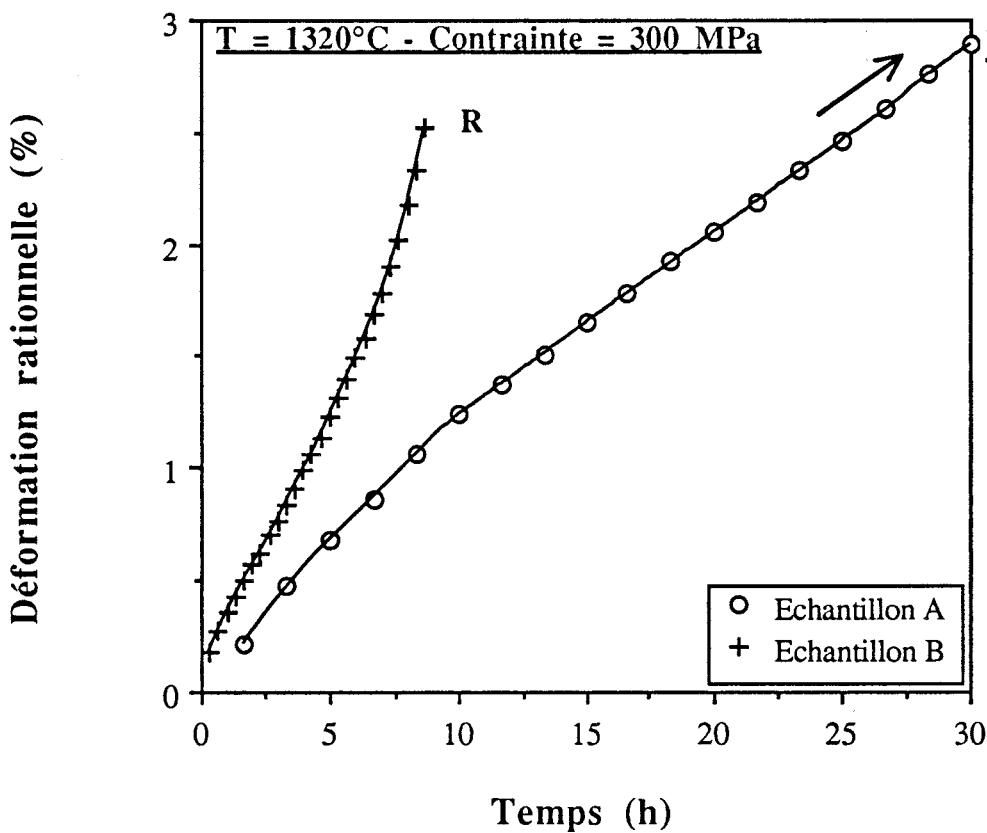


Figure 13b



Nuance NSC9 brute de frittage. Vitesses de déformation

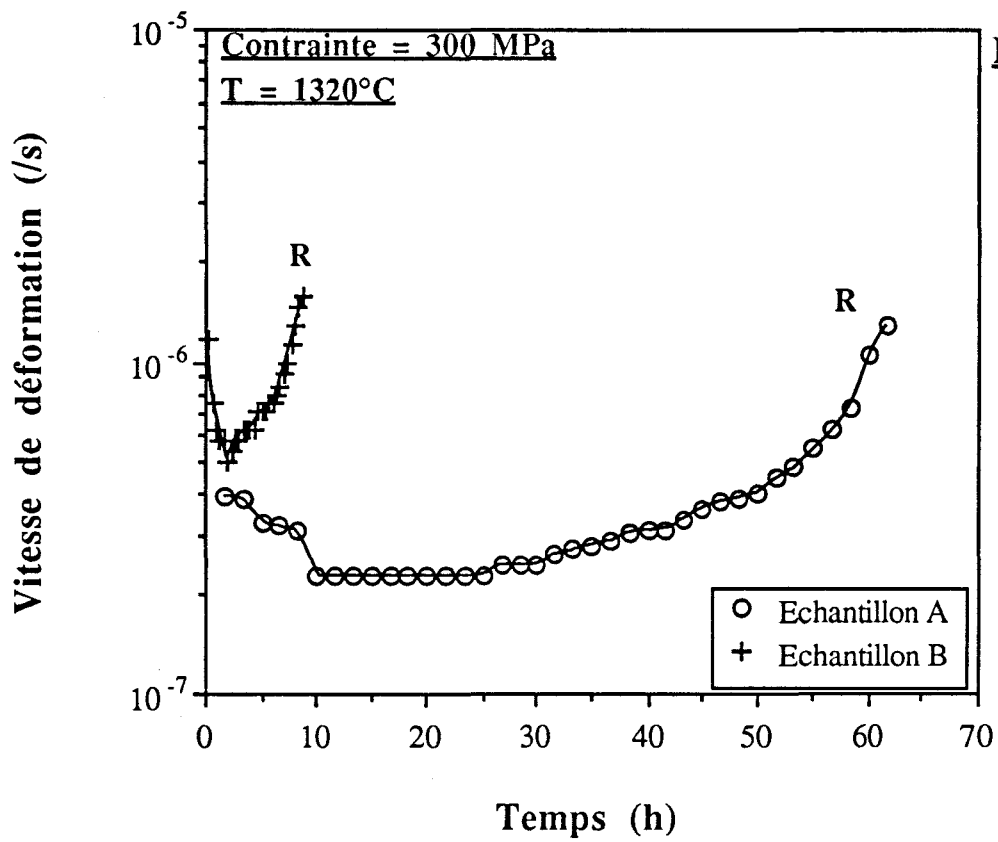
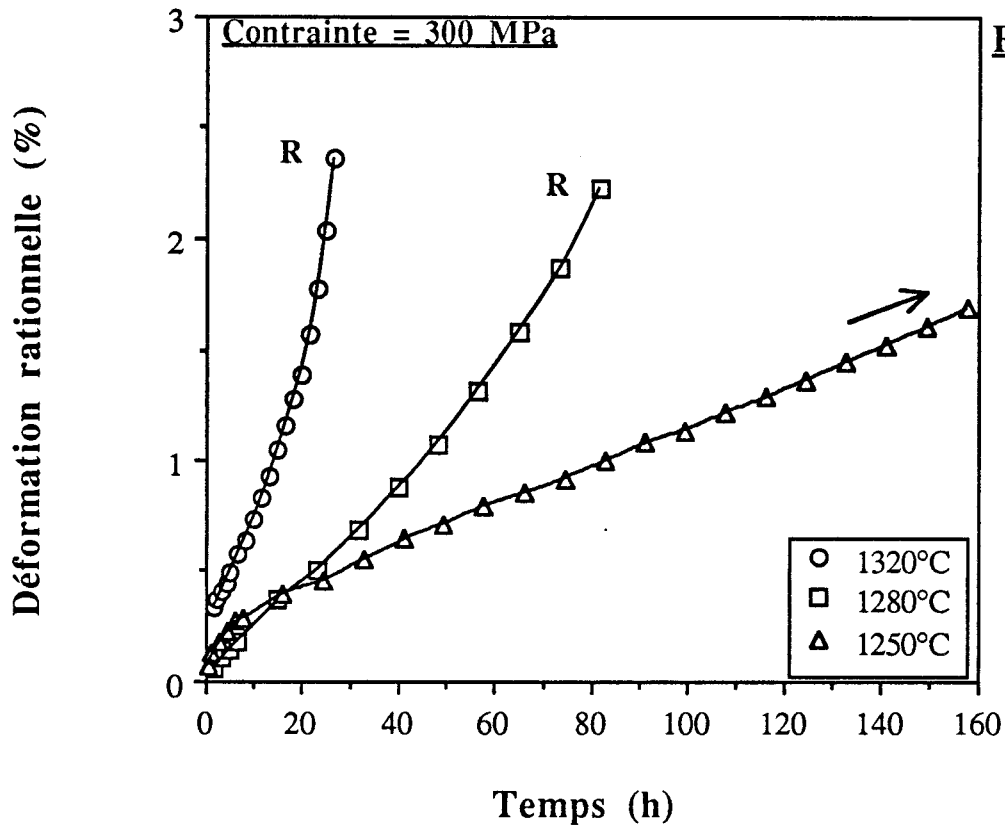


Figure 14

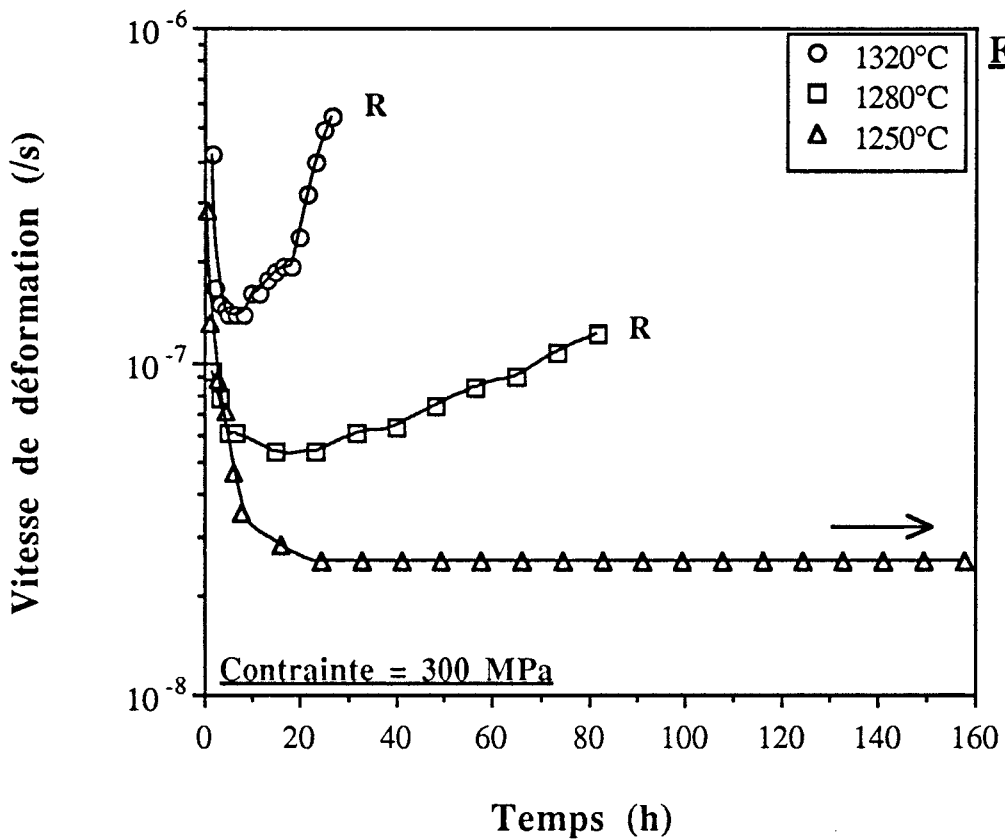




Nuance NSC9-S brute de frittage. Courbes de fluage



Nuance NSC9-S brute de frittage. Vitesses de déformation



Nuance SiAlON brute de frittage. Courbes de fluage

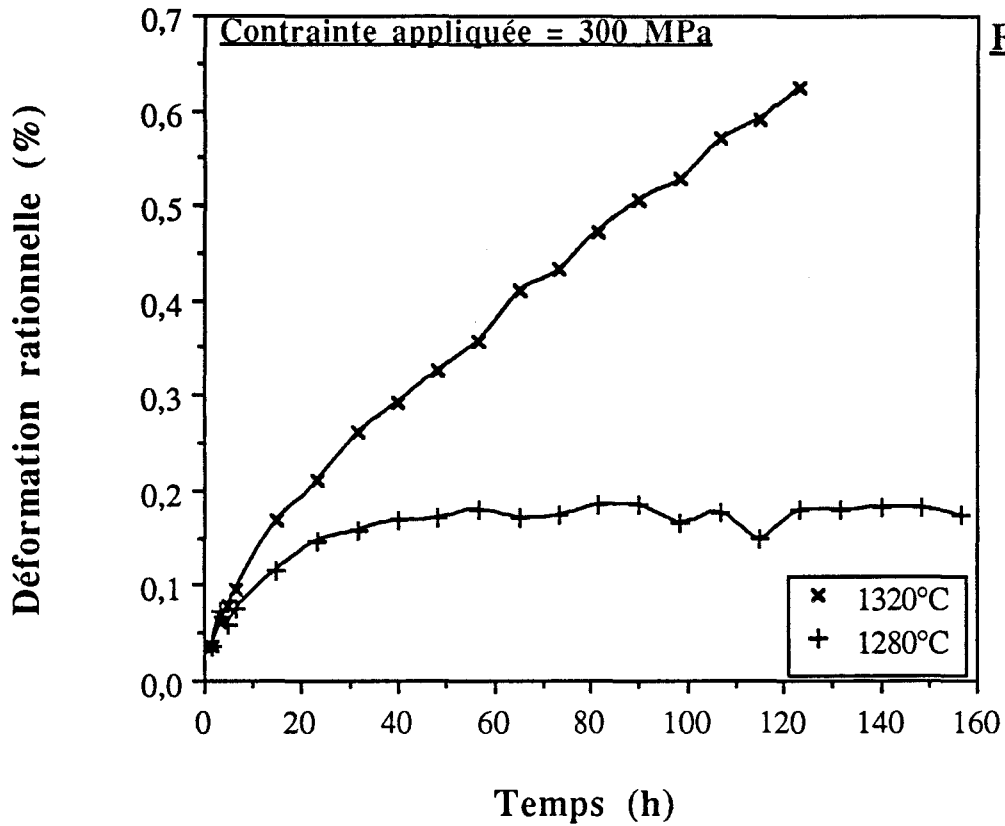


Figure 17

Nuance SiAlON brute de frittage. Vitesses de déformation

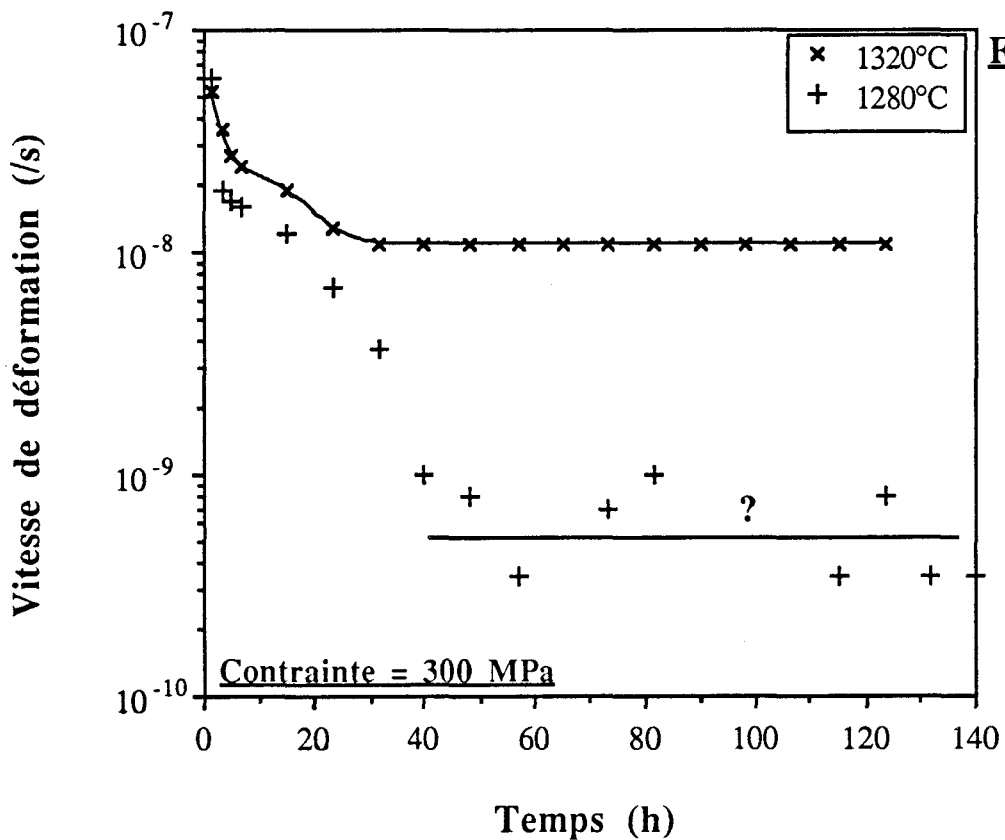
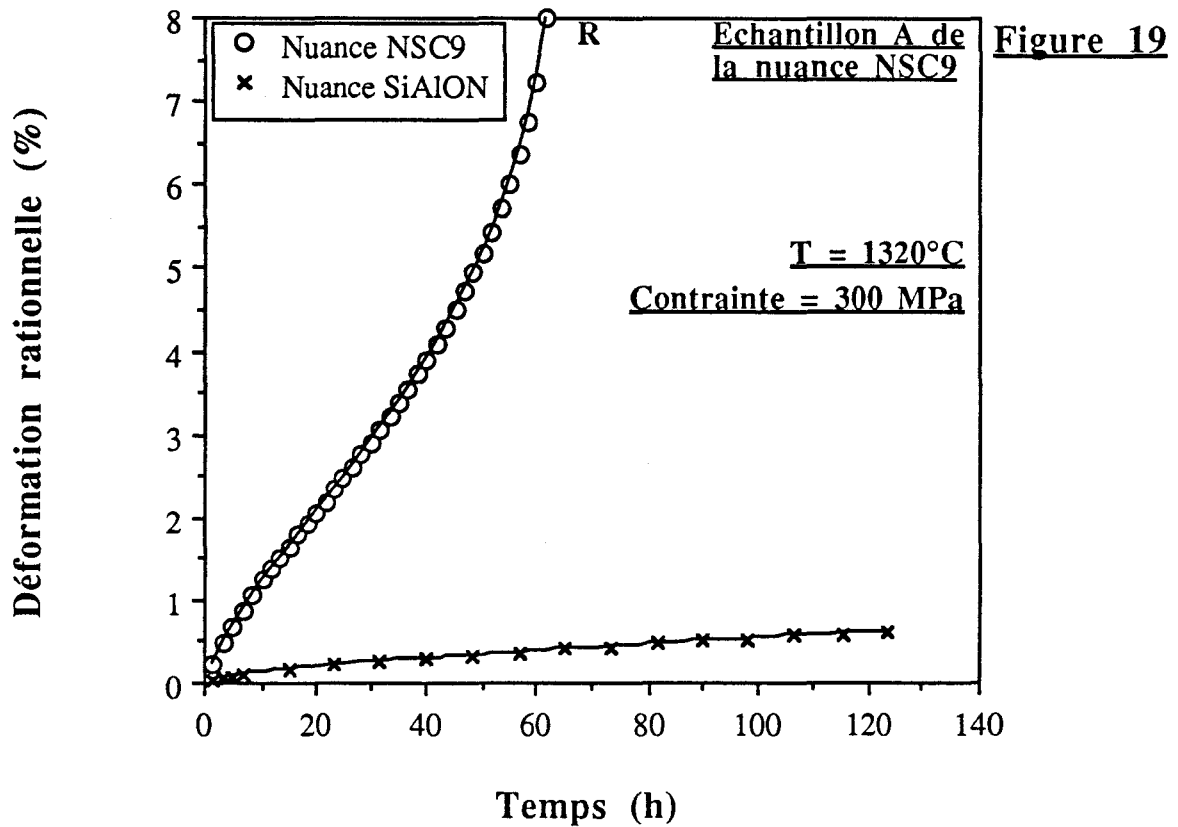
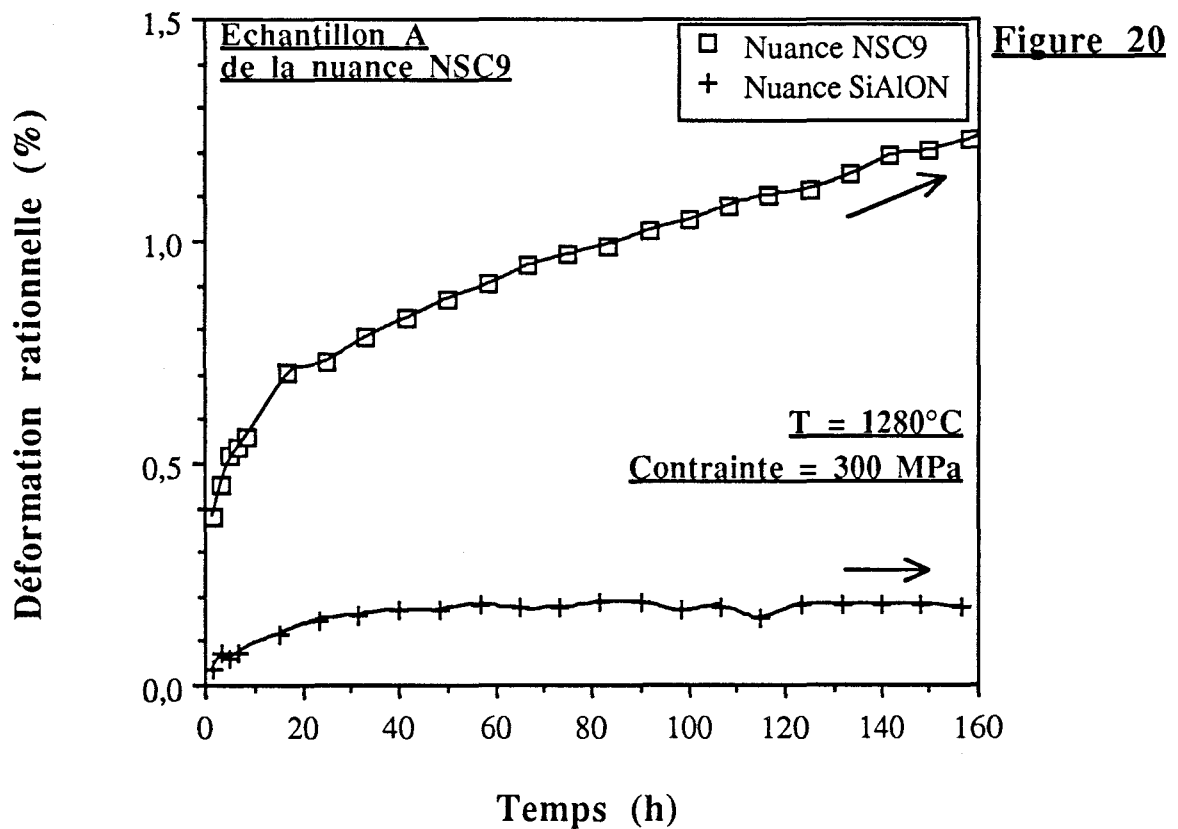


Figure 18

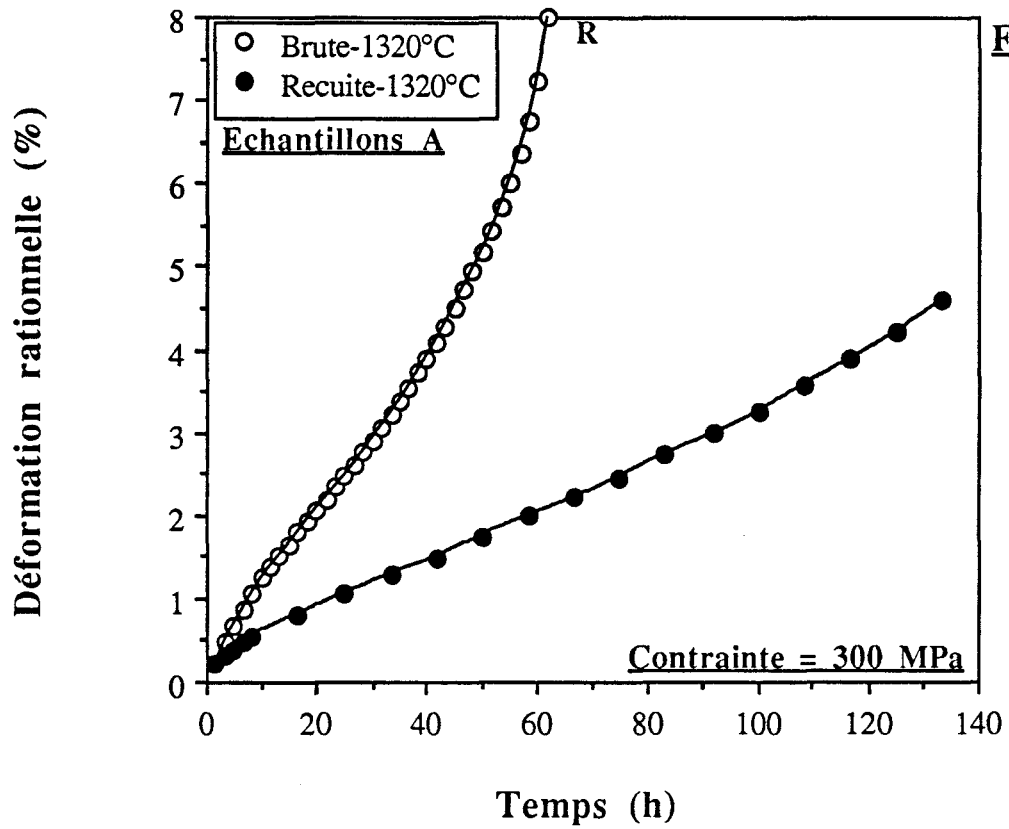
*Nuances NSC9 et SiAlON brutes de frittage. Courbes de fluage*



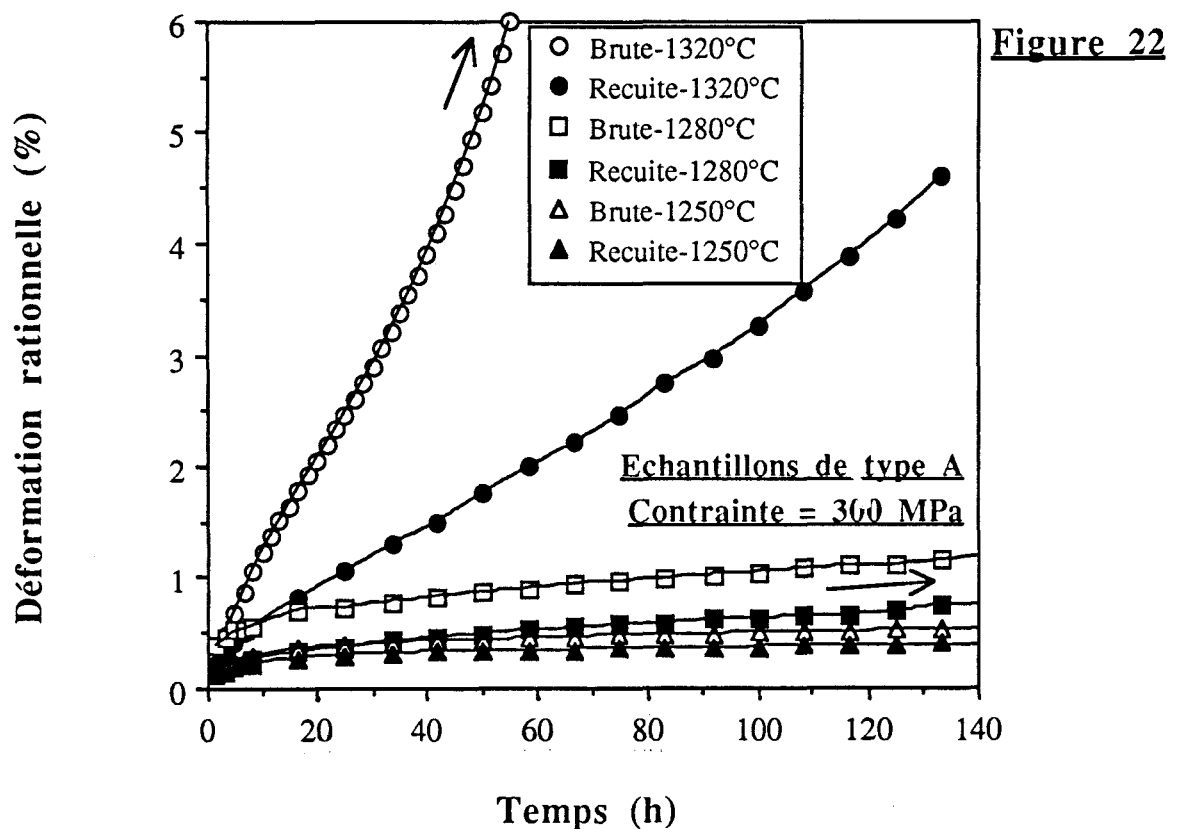
*Nuances NSC9 et SiAlON brutes de frittage. Courbes de fluage*



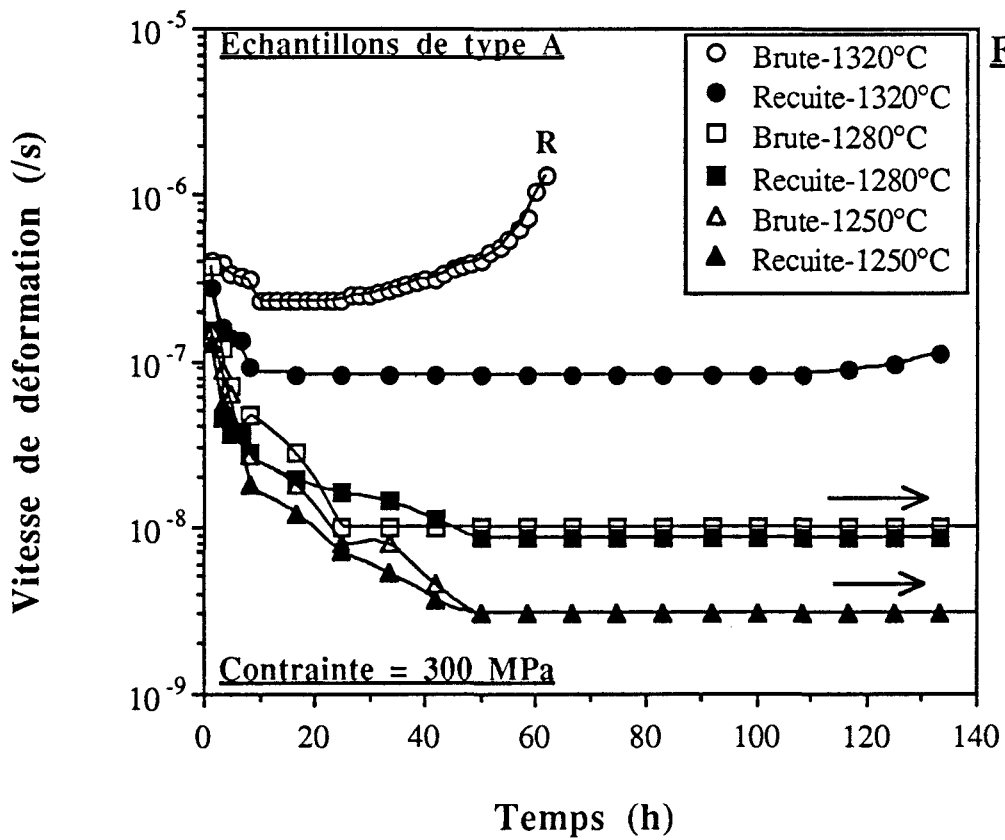
Nuance NSC9. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C



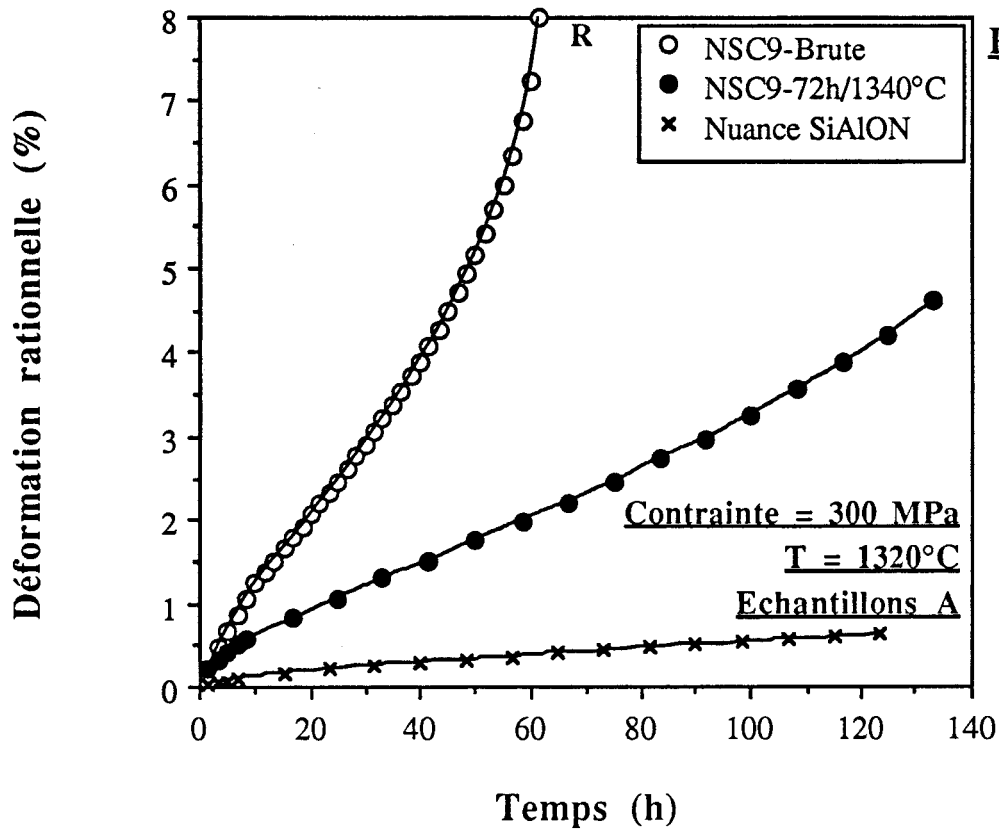
Nuance NSC9. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C



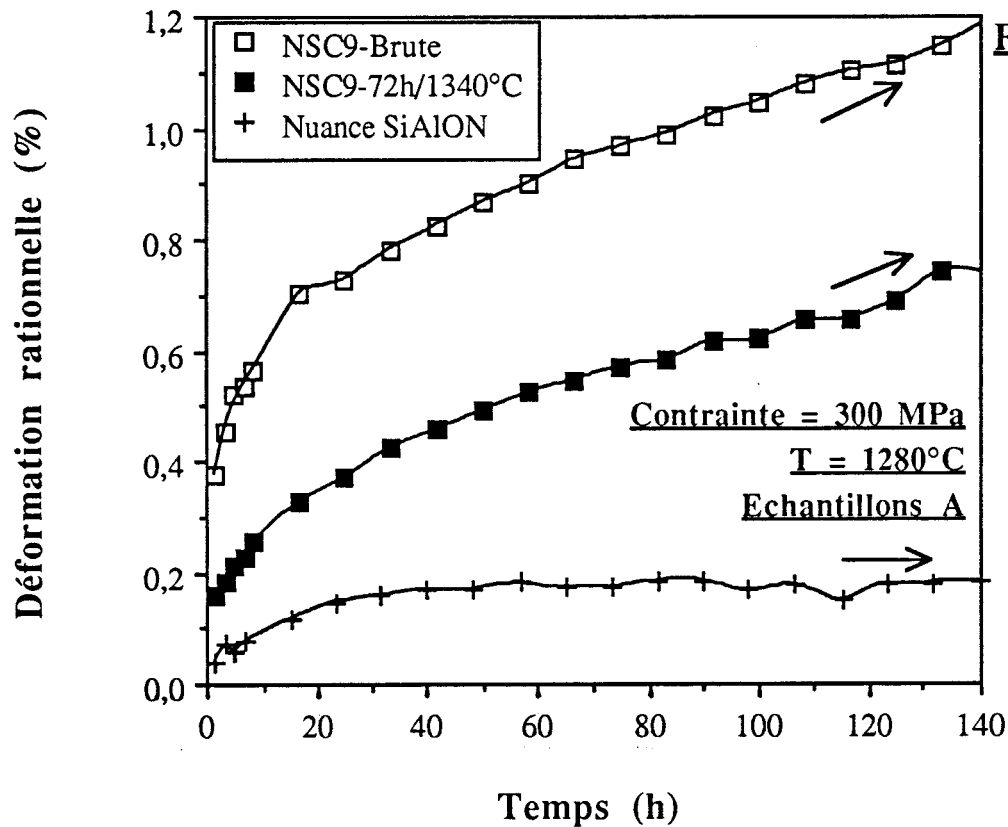
Nuance NSC9. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C



Comparaison des nuances NSC9 et SiAlON. Courbes de fluage



Comparaison des nuances NSC9 et SiAlON. Courbes de fluage



Nuance NSC9-Influence d'un traitement thermique

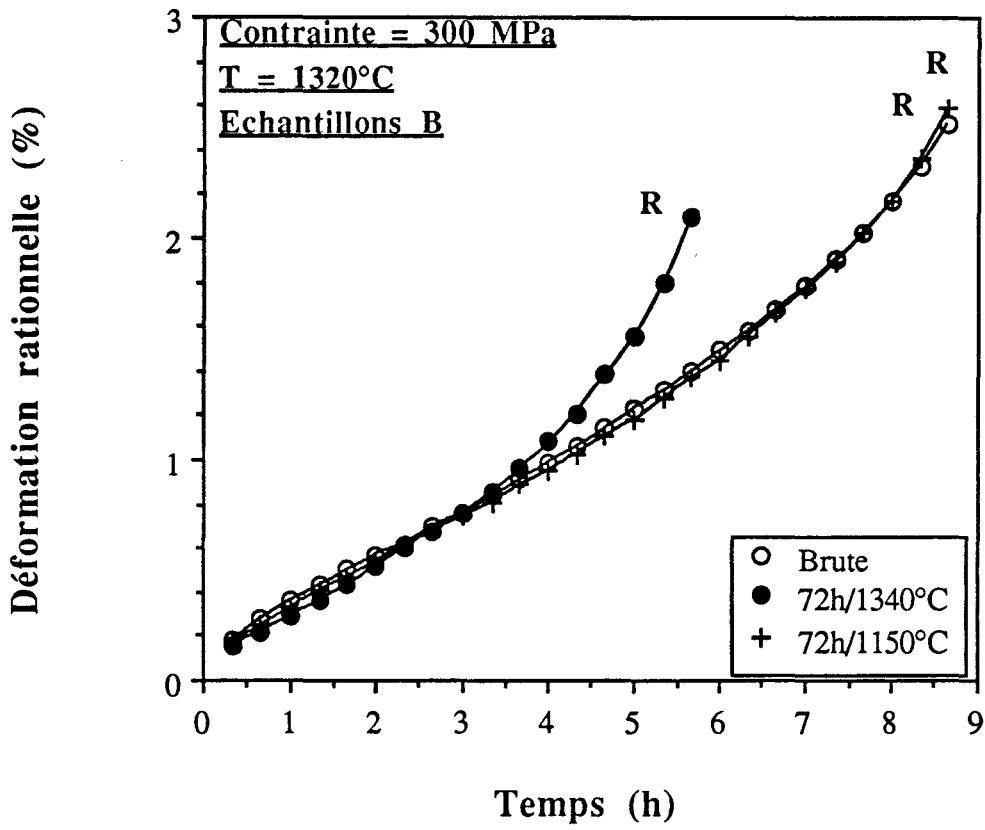


Figure 26

Nuance NSC9. Influence d'un traitement thermique

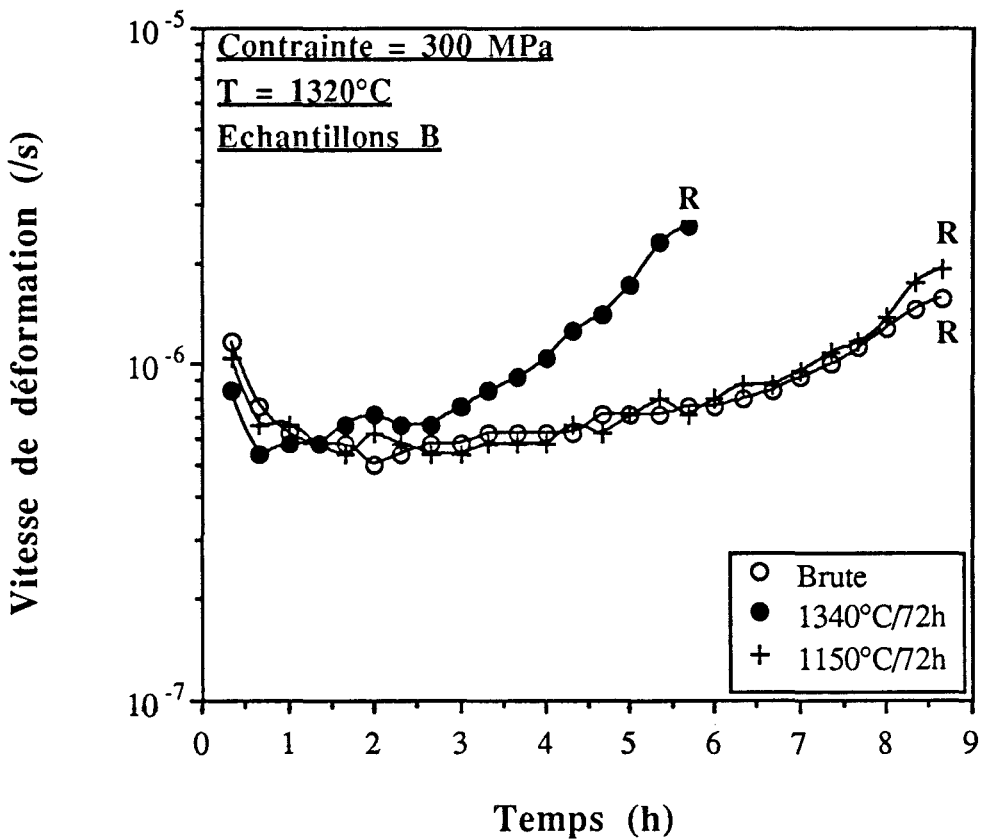


Figure 27

*Nuance NSC9-S. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C*

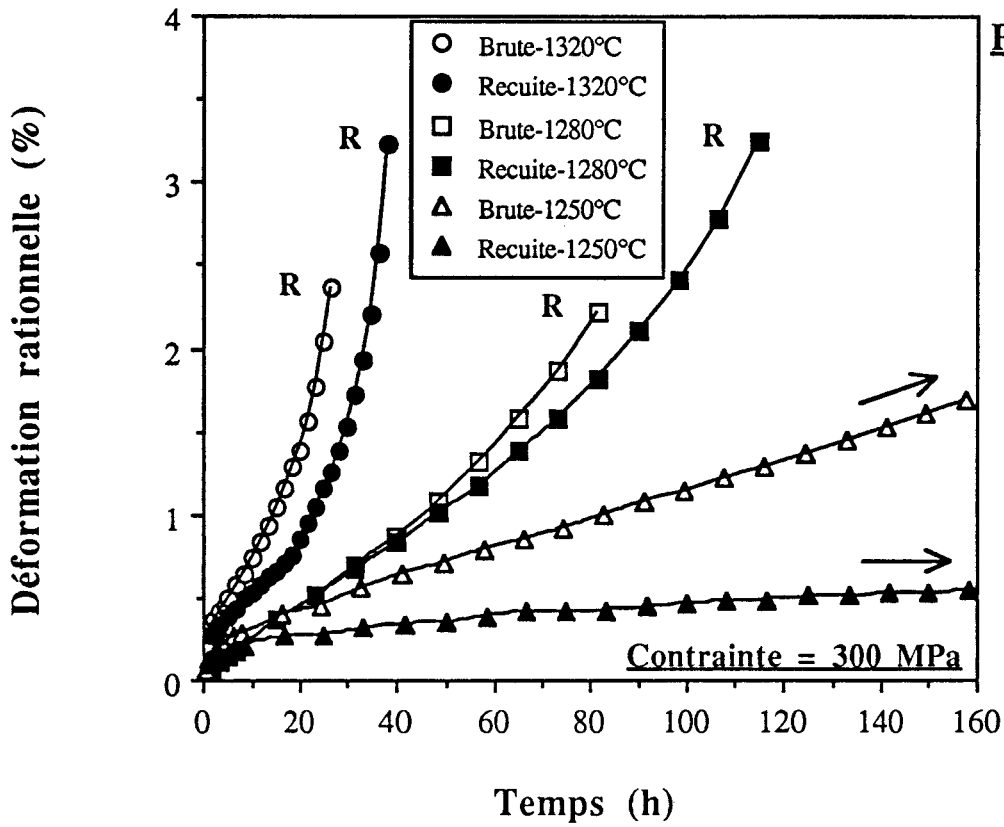


Figure 28

*Nuance NSC9-S. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C*

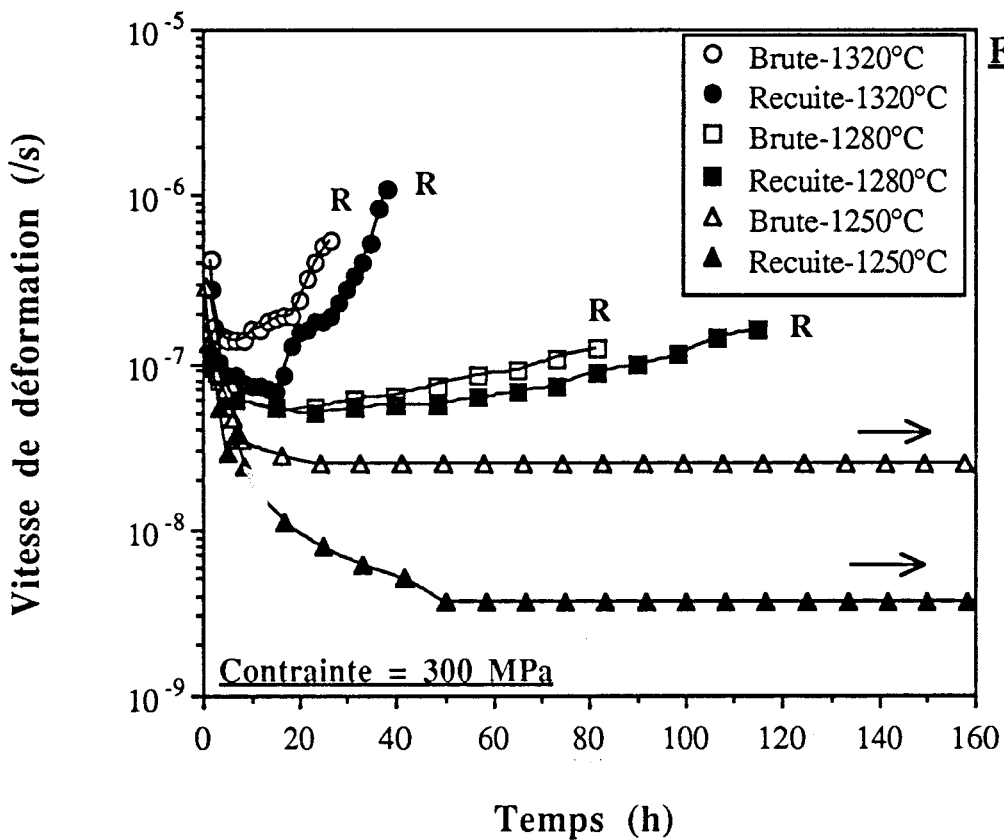
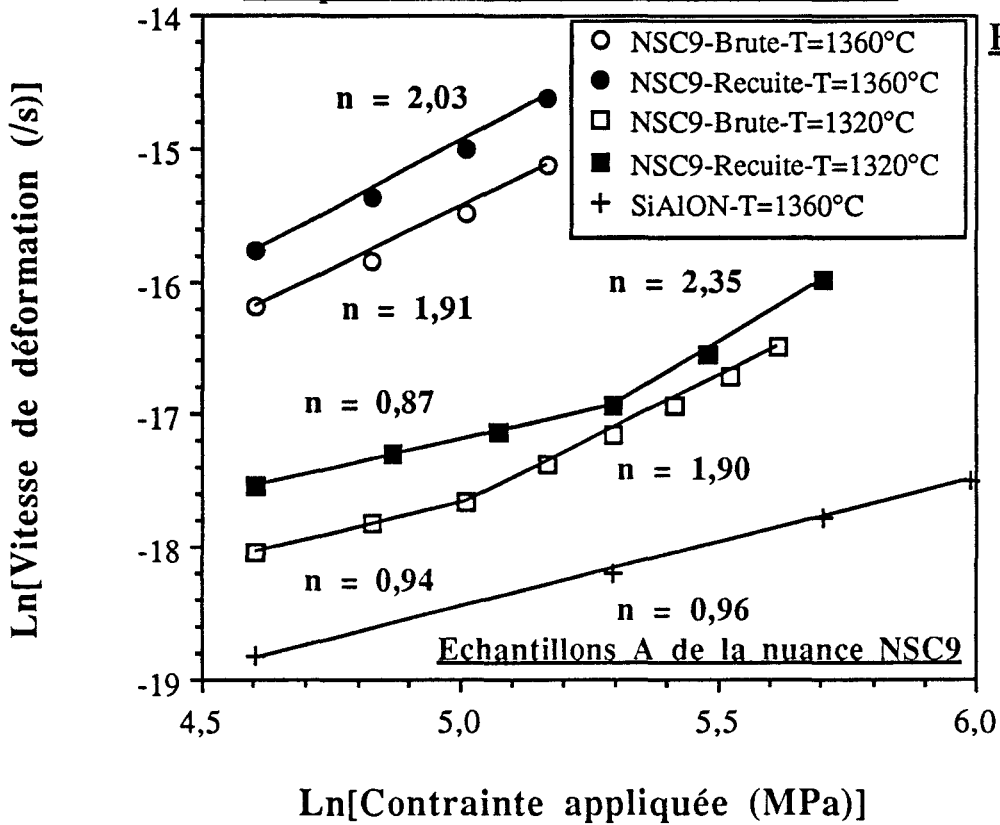


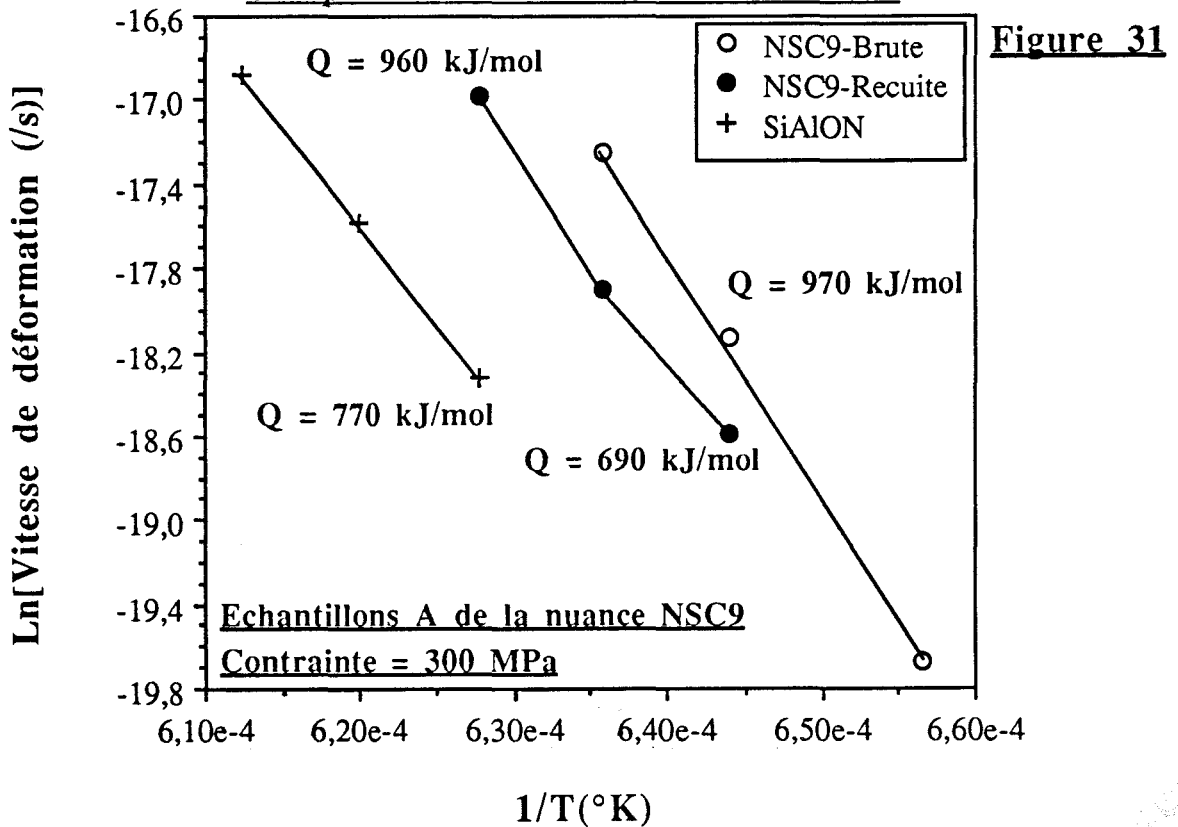
Figure 29



Valeurs de n. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C  
Comparaison avec la nuance SiAlON



Valeurs de Q. Influence d'un recuit de 72 heures à 1340°C  
Comparaison avec la nuance SiAlON



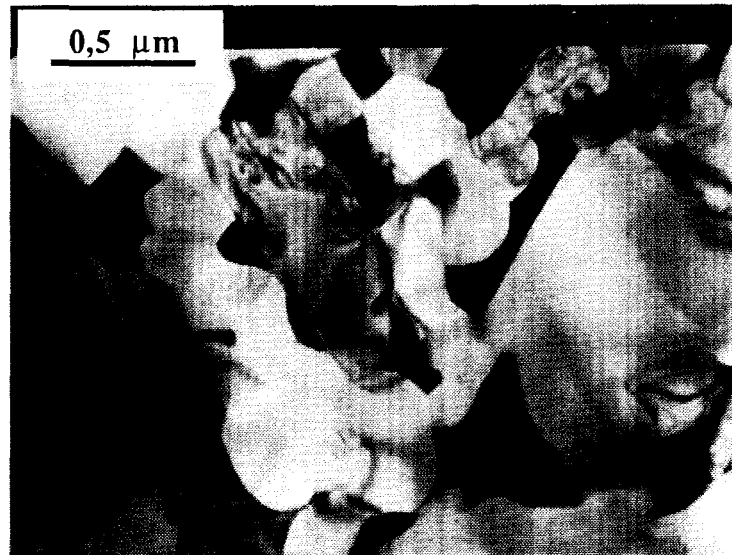


Figure 32: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1320°C sous 300 MPa. Phase recrystallisée (YAG)



Figure 33: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1320°C sous 300 MPa. Forte cavitation

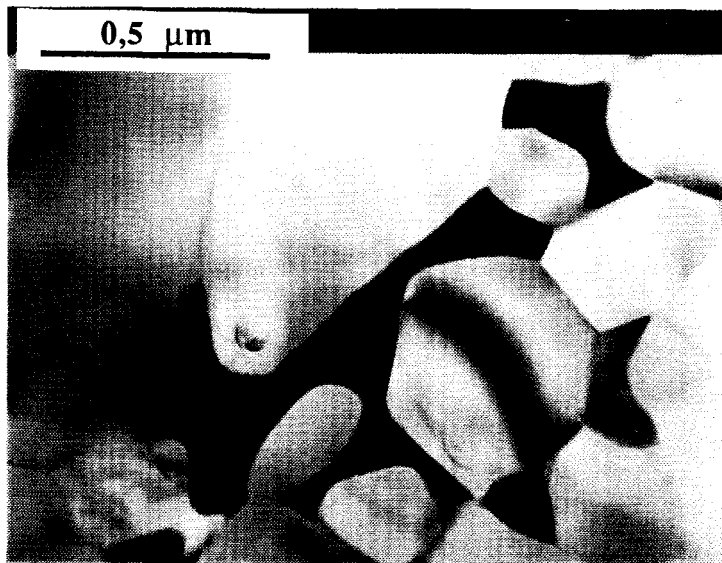


Figure 34: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1280 °C sous 300 MPa. Phase recristallisée (YAG)

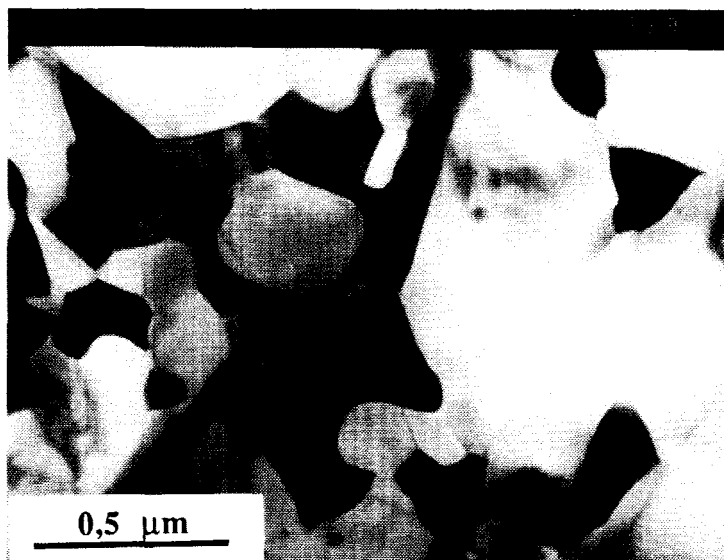


Figure 35: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1280 °C sous 300 MPa. Phase recristallisée ( $Y_2Si_2O_7$ )

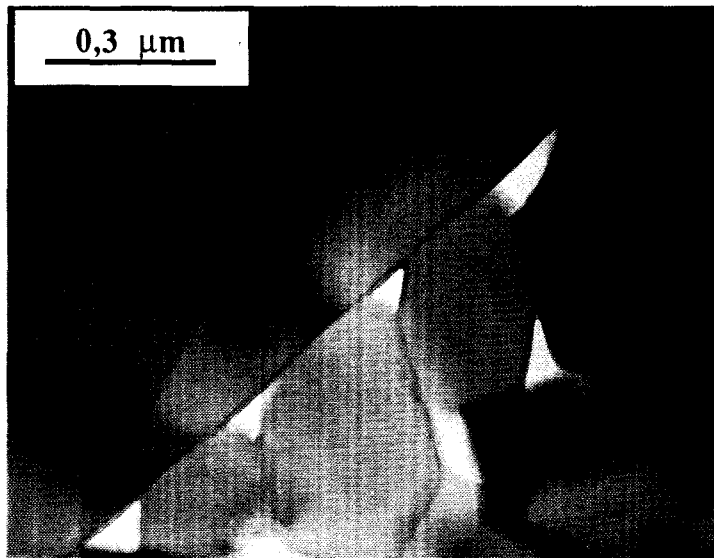


Figure 36: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1280 °C sous 300 MPa. Cavités de forme plutôt équiaxe

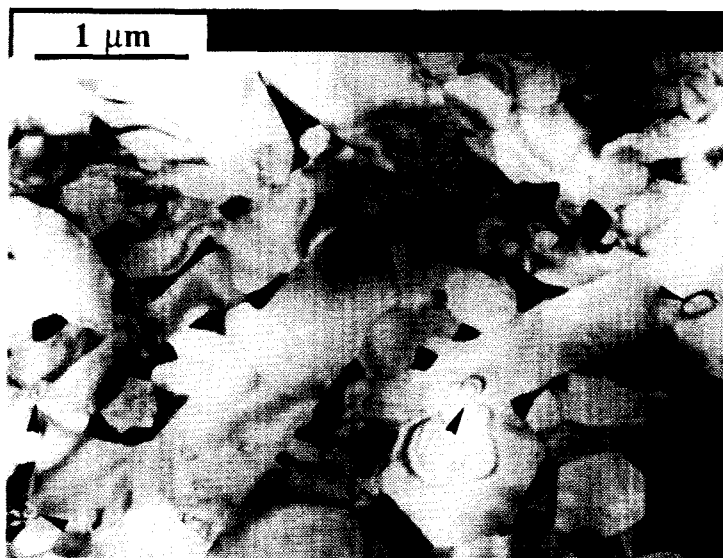


Figure 37: Micrographie en MET. Nuance NSC9 brute de frittage déformée à 1280 °C sous 300 MPa. Contrastes en ailes de papillon

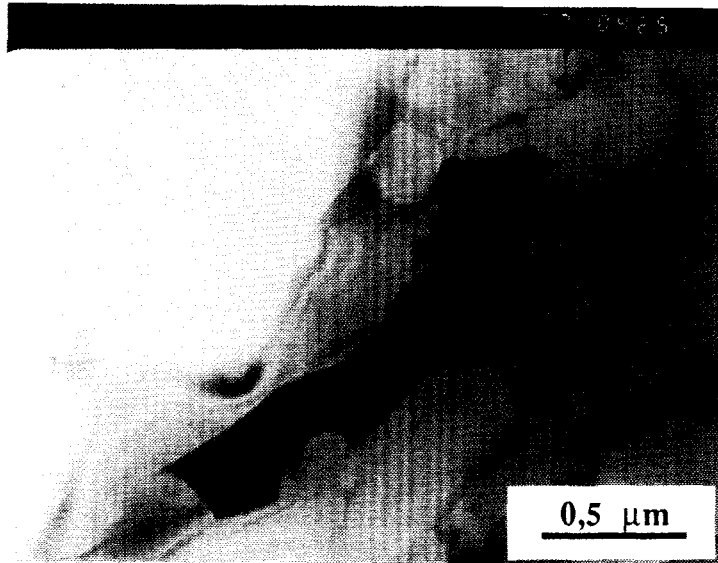


Figure 38: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1320°C sous 300 MPa. Phase recristallisée (YAG)



Figure 39: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1320°C sous 300 MPa. Cavités équiaxes

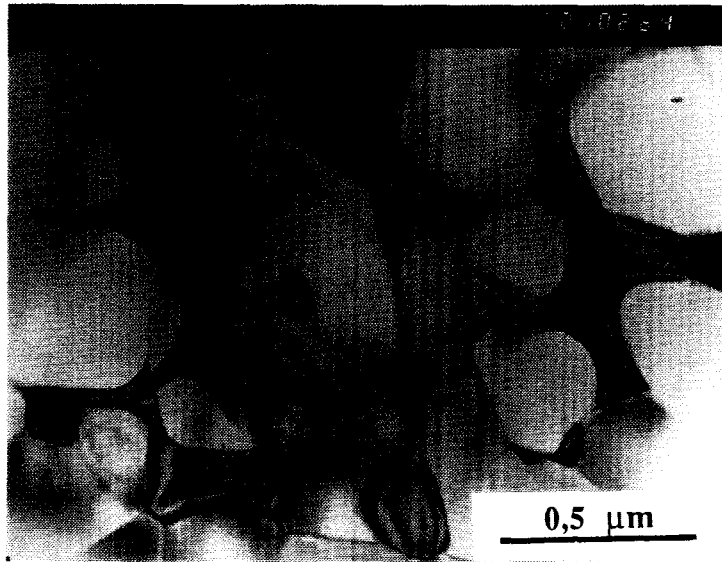


Figure 40: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase recrystallisée (YAG) et absence de cavités



Figure 41: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase recrystallisée ( $Y_2Si_2O_7$ ) et absence de cavités

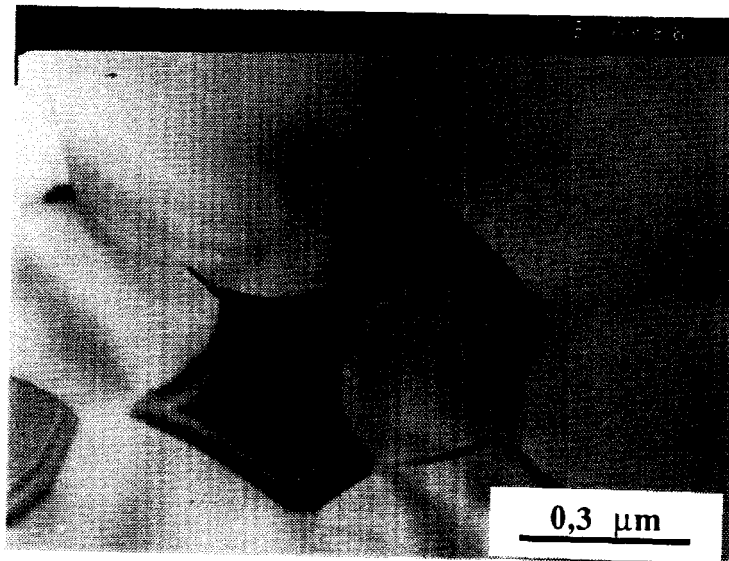


Figure 42: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Petit nodule



Figure 43: Micrographie en MET. Nuance NSC9 recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Contrastes en ailes de papillon



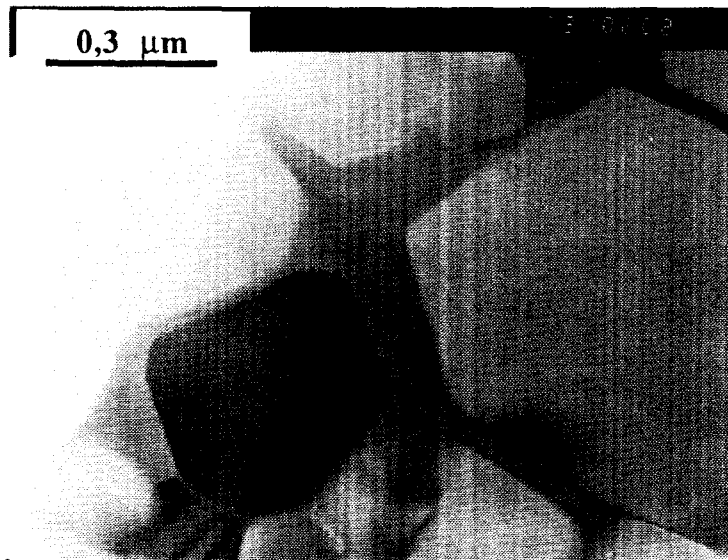


Figure 44: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase vitreuse résiduelle

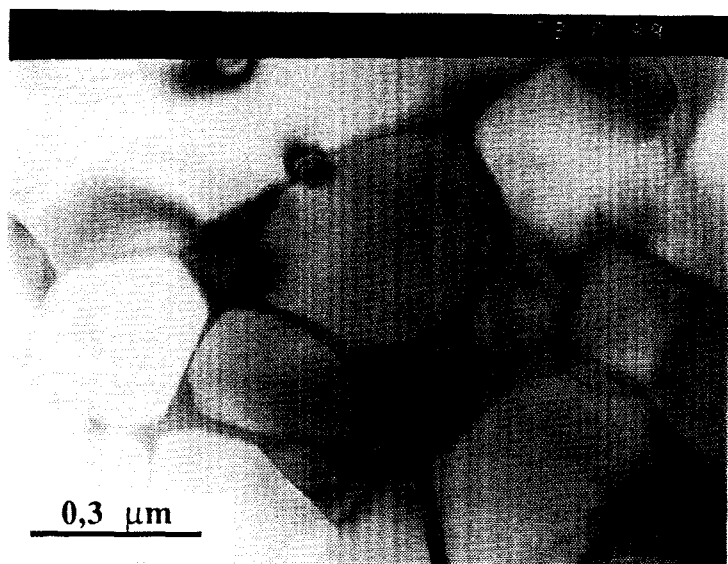
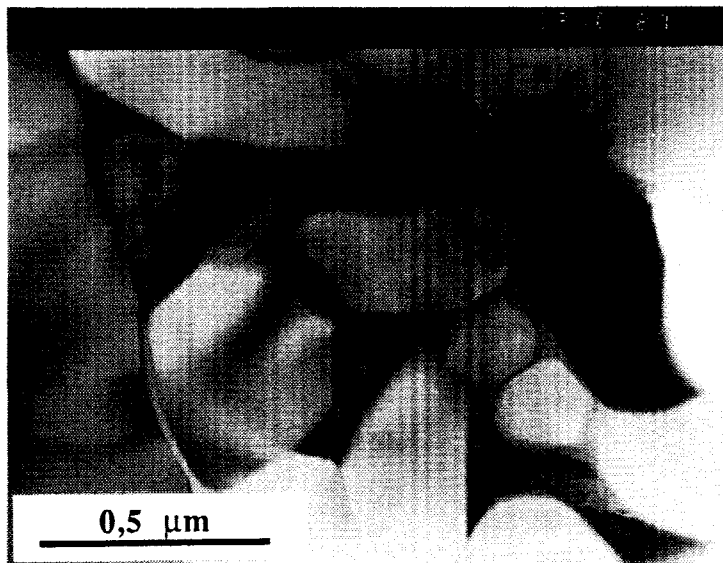
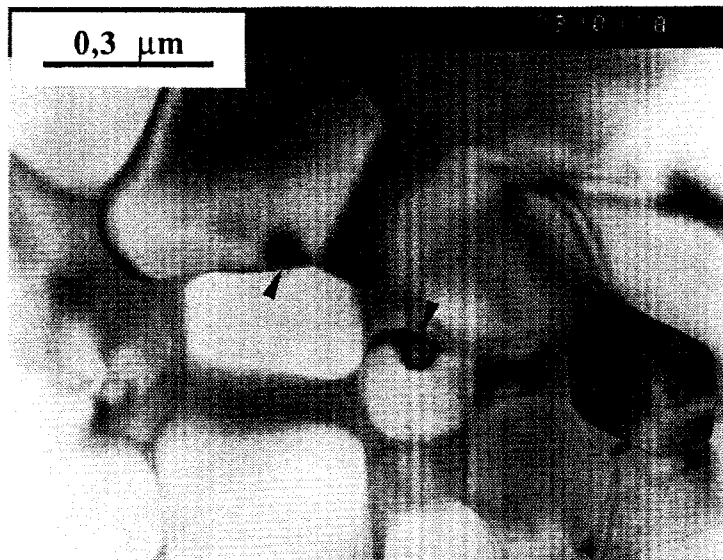


Figure 45: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase recristallisée ( $Y_2Si_2O_7$ ) avec macles ?





*Figure 46: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase recristallisée ( $Y_2Si_2O_7$ ) avec macles ou fines aiguilles de verre ?*



*Figure 47: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Contrastes en ailes de papillon*

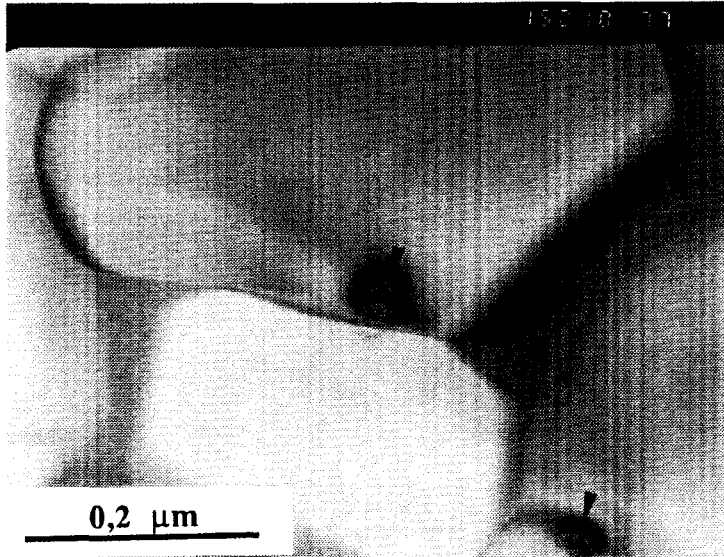


Figure 48: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Contrastes en ailes de papillon

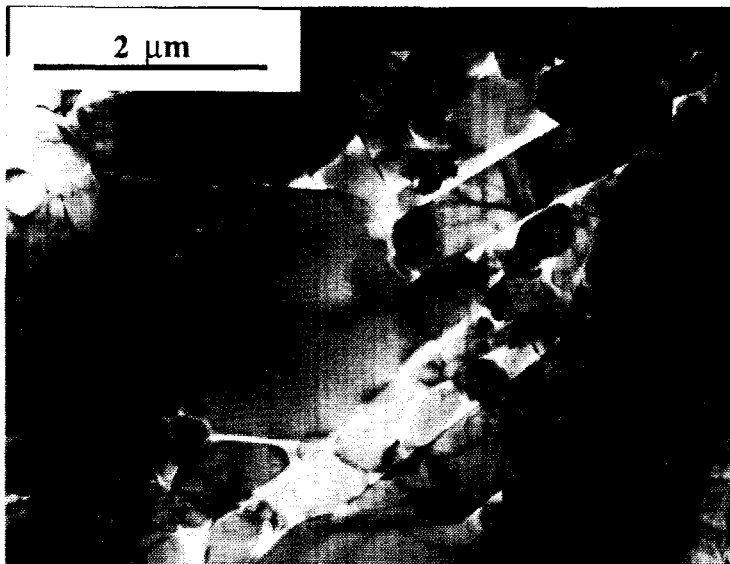


Figure 49: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Forte cavitation

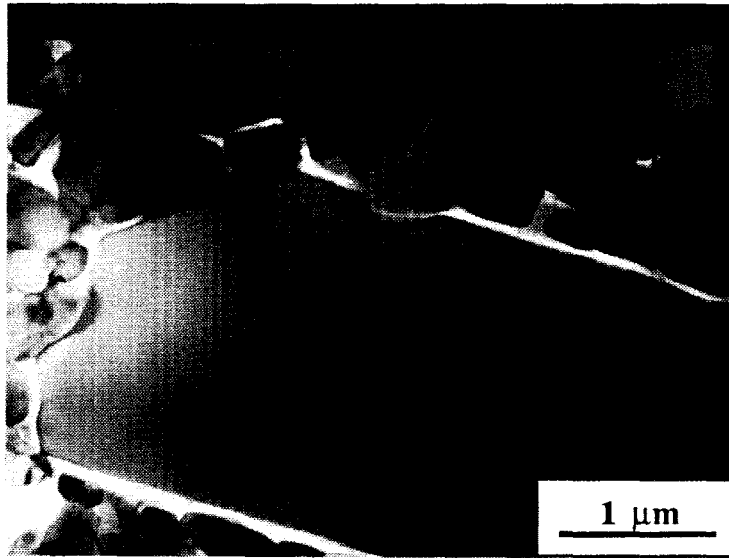


Figure 50: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Forte cavitation

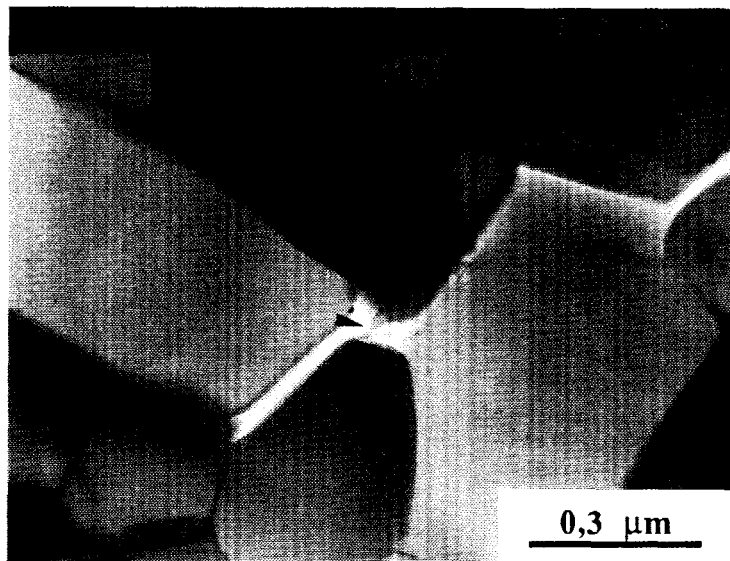


Figure 51: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Fibrille

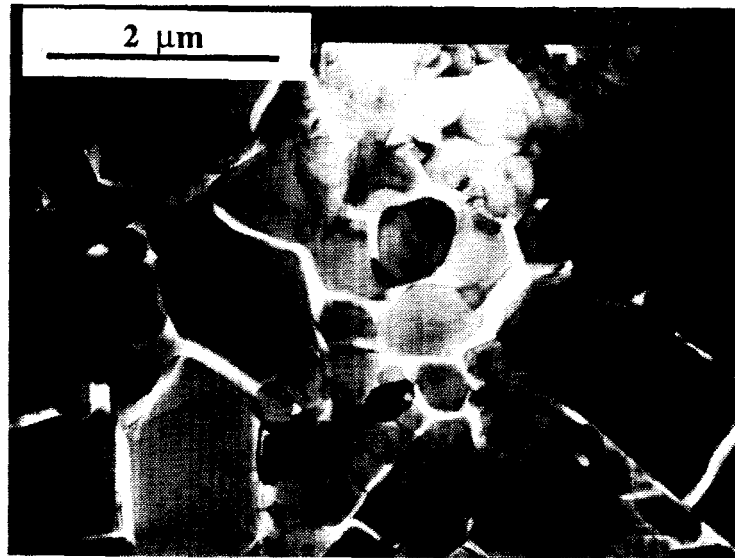


Figure 52: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Forte cavitation

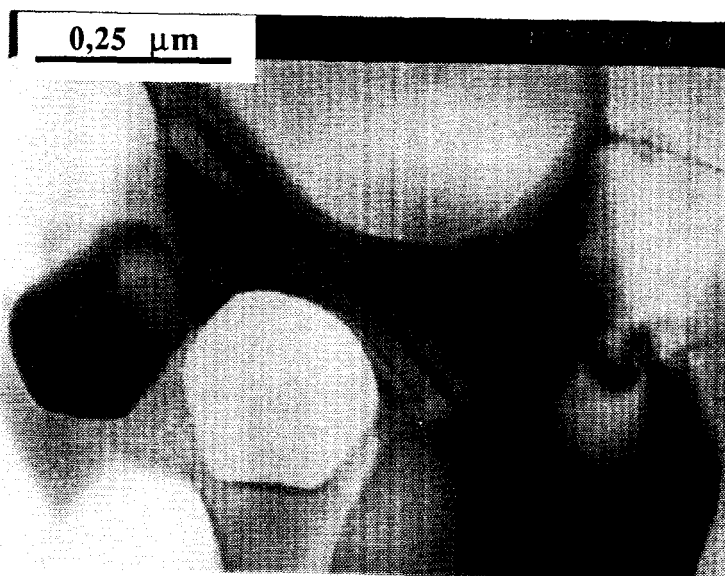
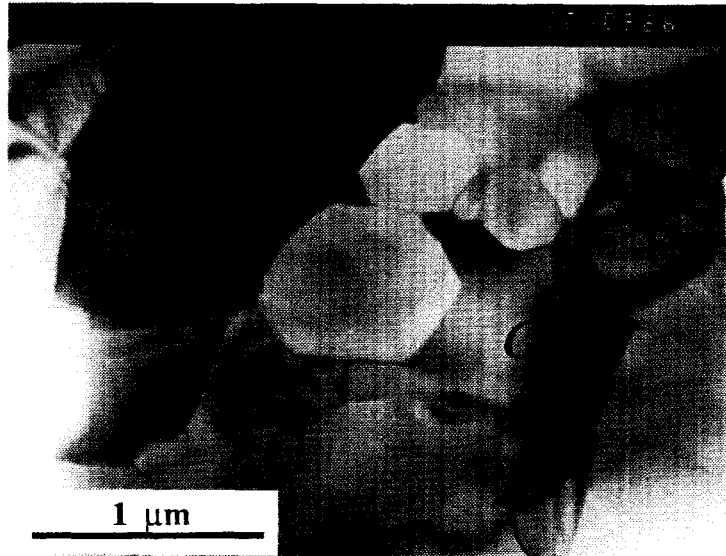
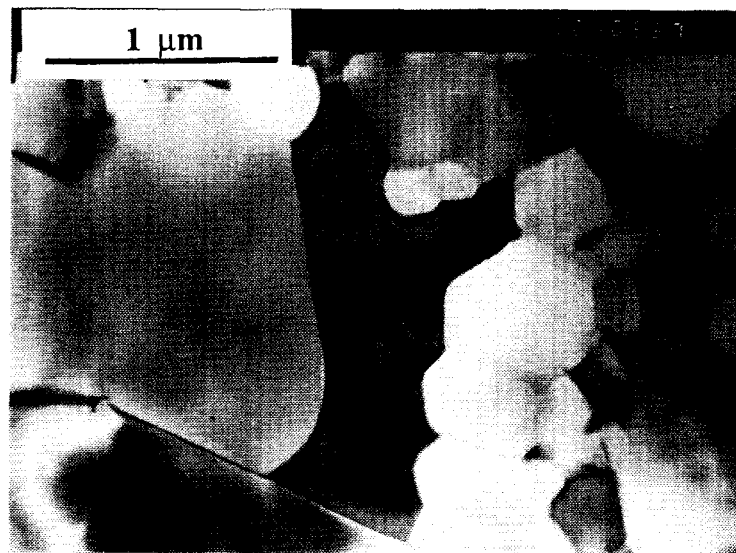


Figure 53: Micrographie en MET. Nuance NSC9-S recuite 72 heures à 1340°C sous air et déformée à 1280°C sous 300 MPa. Phase recristallisée ( $Y_2Si_2O_7$ ) avec macles ou fines aiguilles de verre ? Contrastes en forme d'ailes de papillon



*Figure 54: Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Absence de cavitation et de dislocation*



*Figure 55: Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Absence de cavitation et de dislocation*

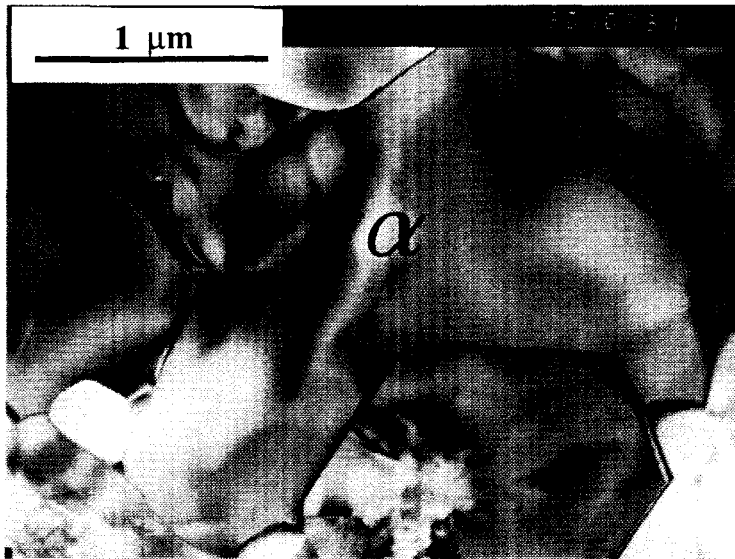


Figure 56: Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage déformée à 1280°C sous 300 MPa. Croissance de la phase  $\alpha$ -YSiAlON ?

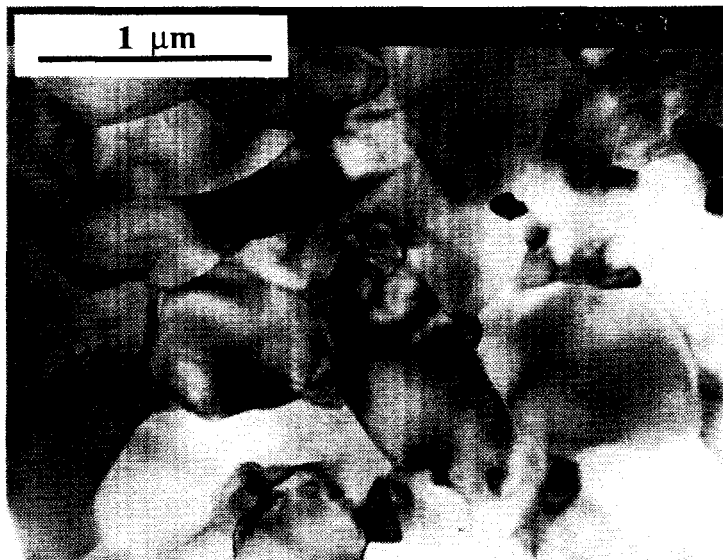


Figure 57: Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage ayant subi les sauts de contraintes. Absence de cavitation et de dislocation



Figure 58: Micrographie en MET. Nuance SiAlON brute de frittage ayant subi les sauts de contraintes. Absence de cavitation et de dislocation

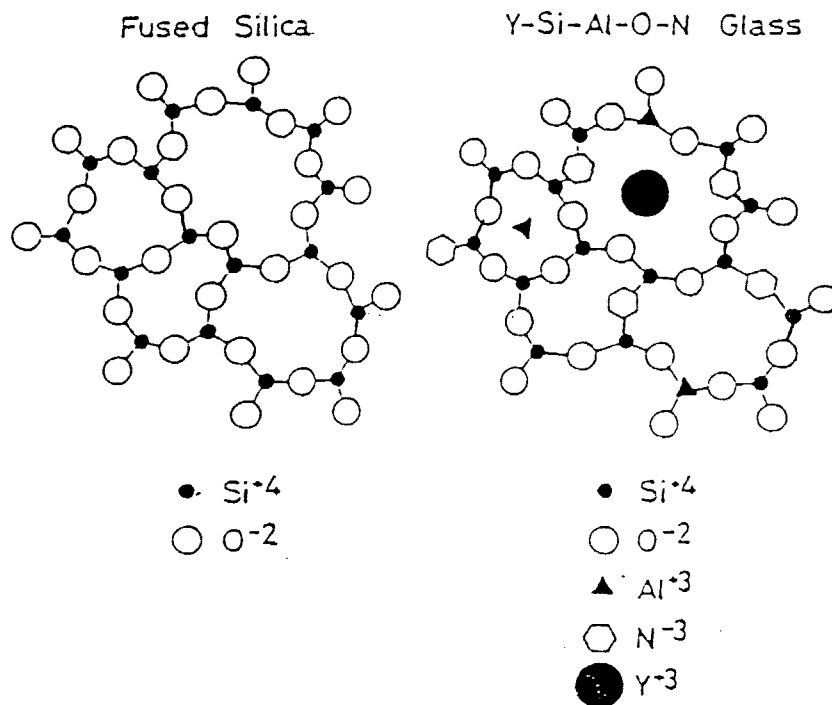
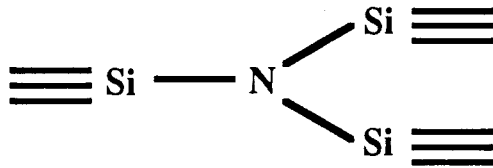
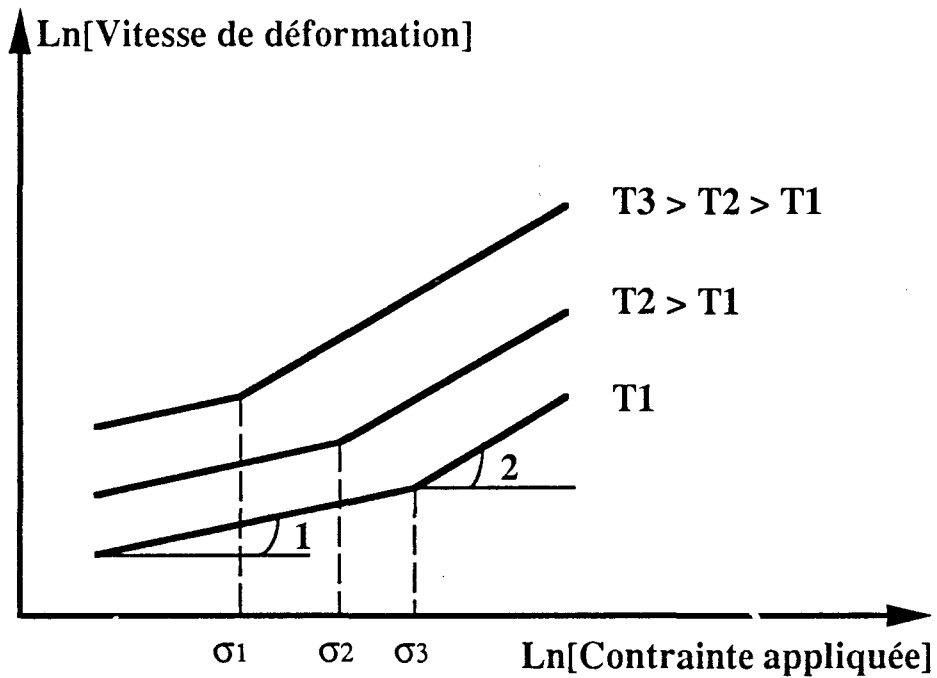


Figure 59: Représentation schématique plane de la silice amorphe et de la phase vitreuse intergranulaire





**Figure 60:** *Atzote coordonné à trois atomes de silicium*



**Figure 61:** *Diagramme logarithmique ( $\dot{\epsilon}$ ,  $\sigma$ ). Surestimation de la valeur de l'énergie d'activation ?*



**ANNEXE 2**

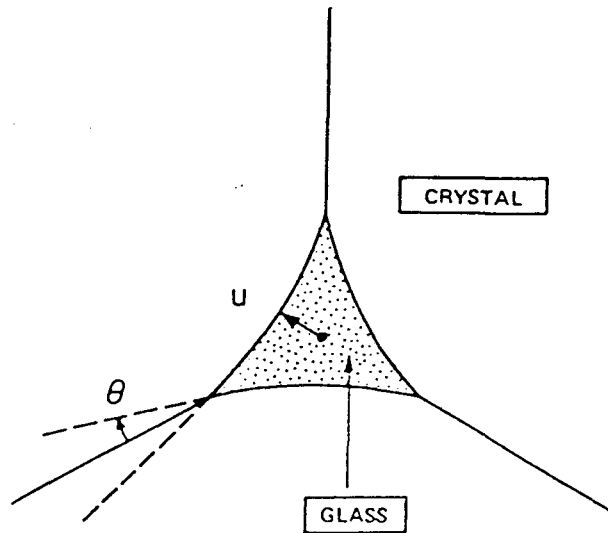


Figure 1a: Phase vitreuse intergranulaire ségrégée sous forme de poches aux nœuds triples. L'angle dièdre  $\theta$  est inférieur à  $30^\circ$

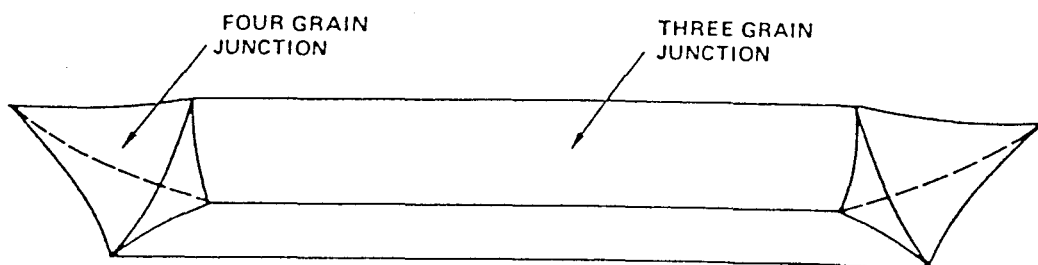
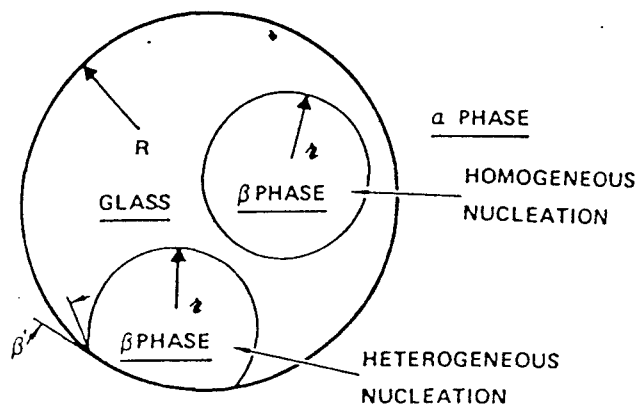


Figure 1b: Poches de verre résultant de la jonction de trois et quatre grains. Les poches qui résultent de la jonction de quatre grains sont approximées par des sphères de rayon  $R$ , celles qui résultent de la jonction de trois grains par un canal cylindrique de rayon  $R$



**Figure 2:** *Cristallisation de la phase  $\beta$  dans une poche de verre entourée par une matrice de phase  $\alpha$ . La nucléation peut être homogène ou hétérogène*

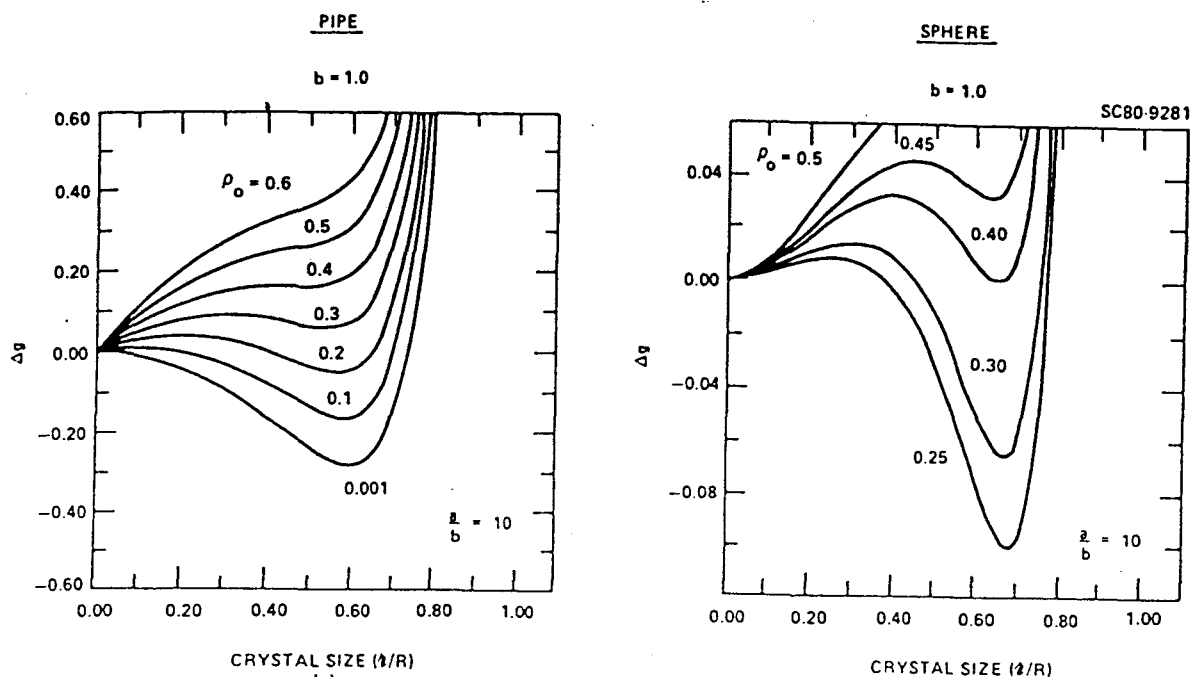


Figure 3: Variation de l'énergie libre lors de la cristallisation. Influence de la taille des poches de verre sur la position du minimum. Influence de la géométrie des poches (pipe = canal, sphere = sphère)

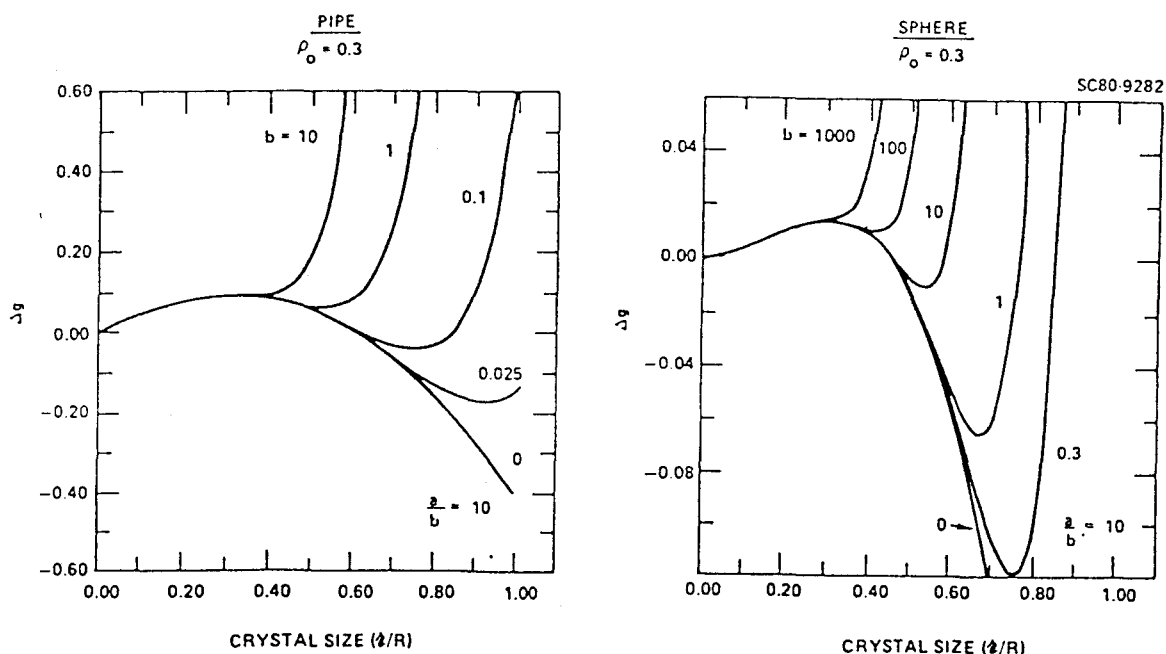
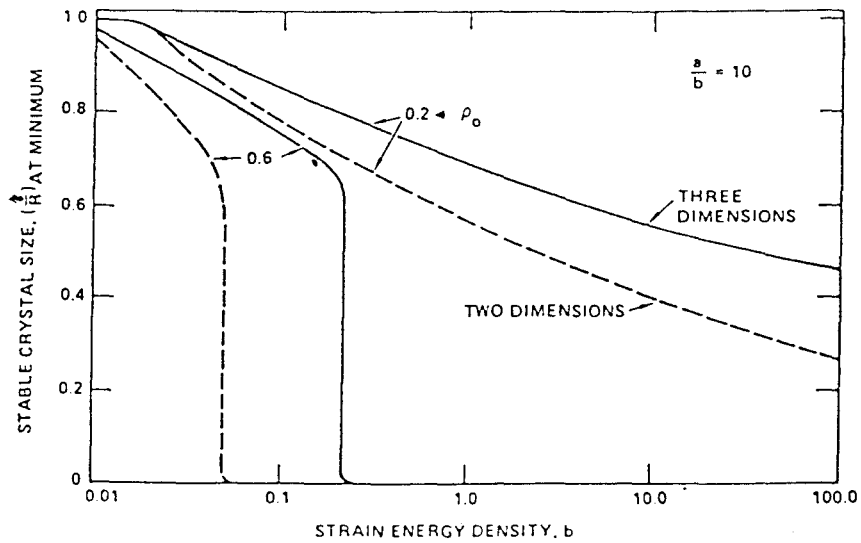
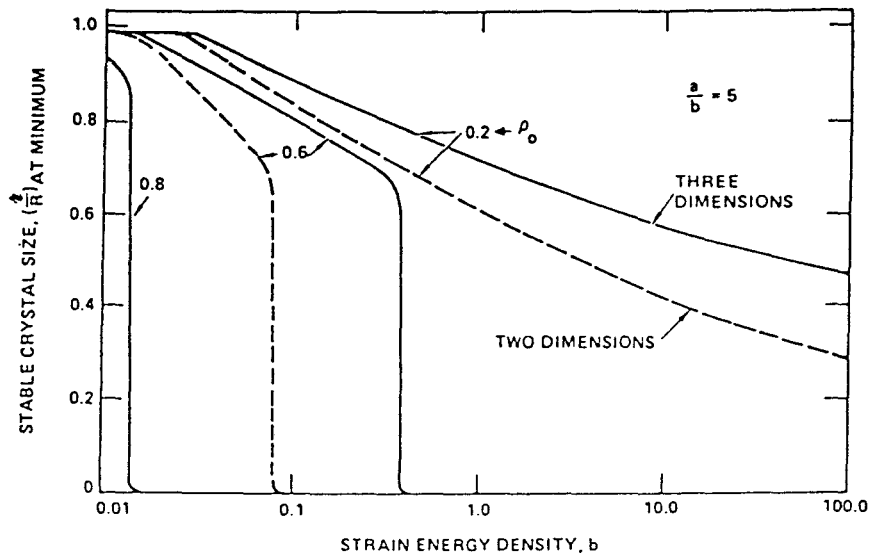


Figure 4: Variation de l'énergie libre lors de la cristallisation. Influence de l'énergie de déformation sur la position du minimum. Influence de la géométrie des poches (pipe = canal, sphere = sphère)



**Figure 5:** Variation du taux de phase recristallisée en fonction de l'énergie de déformation. Influence de la taille des poches, de la géométrie et du rapport  $K_\beta/K_g$  (two dimension = canal, three dimension = sphère)