

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA

RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ DE BLIDA

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

PROJET FIN D'ÉTUDES POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME

MASTER II EN GÉNIE MÉCANIQUE OPTION : GÉNIE MÉCANIQUE ET MATÉRIAUX

THÈME

ETUDE DE DEPOTS DES COUCHES MINCES D'AL-SI OBTENUS PAR ÉVAPORATION
THERMIQUE

RÉALISER PAR :

BOUDEHRI .YAZID

DIRIGE PAR :

DR : M.OUCHABANE

DR : E.SAOUDI

ANNÉE UNIVERSITAIRE 2014/2015

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé simultanément au sein de laboratoire LTSM Saad Dahleb de Blida et au centre de développement des technologies avancées (CDTA) à la division milieux ionisés et laser (MLI)

J'exprime mes très sincères remerciements à Monsieur Mohammed OUCHABANE, qui a encadré ma mémoire, m'a accompagné au quotidien dans la préparation de ce travail avec la plus grande assiduité ainsi qu'avec des qualités humaines remarquables. Sa présence au quotidien fut un atout majeur pour la réalisation de ce travail tant d'un point de vue scientifique que moral et pour sa bonne humeur.

Je remercie chaleureusement Monsieur Elyes SAOUDI professeur au sein de l'université Saad dahleb, de m'avoir suivi le long de ce travail, ses déplacements, ses conseils et son expérience ont toujours été présents, pour son encadrement et sa disponibilité.

Je remercie vivement Monsieur Driss _Dergham, Fouaz-lekoui, Laid-henni et Sidali pour leur soutien quotidien qui ont rendu ce semestre de recherche particulièrement animé et agréable.

Je remercie très sincèrement toute l'équipe de caractérisation et spécialement Madame Fadhila Hayed, Bendiba Guedwar et Amine -doumaz pour leur travail remarquable.

Inconditionnellement pendant toute ma période de recherche.

Je remercie également Monsieur Daouadji professeur à l'université Saad dahleb département d'aéronautique.

Enfin je remercie l'ensemble de mes collègues, mais professeurs de l'université de Saad dahleb ainsi que tous les membres du centre de développement des technologies avancées CDTA et tout ce qui a contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

À mes parents qui me sont les plus chers au monde, que Dieu les protège,

À mon frère et ma soeur chacun à son nom ;

À tous les membres de la famille BOUdehri ; Kerreghli

À tous mes amis ;

À tous ceux que j'aime et qui m'aiment, où qu'ils soient ;

À tous ceux qui comptent pour moi ;

À tous ceux qui m'ont aidée de loin et de près ;

*À tous mes amis: Soufiane Hadj Ahmed, Sebsi Hichame , Belaidi Hichame
Ahmed, Alaa, Abdelhak, Nacer, Ismailkoundakdji, Nassim, Dahmane, Sidali, Ra
hal, Nabil,*

..... Je dédie ce modeste travail

Table des matières

CHAPITRE 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES ALLIAGES D'ALUMINIUM.....	<u>1</u>
I.1.Introduction.....	<u>1</u>
I.2.Historique de l'aluminium.....	<u>1</u>
I.3.Avantage technique et économique.....	<u>1</u>
I.3.1.Masse volumique.....	<u>2</u>
I.3.2.Conductibilité électrique.....	<u>2</u>
I.3.3.Rôle du film d'oxyde.....	<u>3</u>
I.3.4.Recyclage.....	<u>3</u>
I.4.Alliages d'aluminium.....	<u>3</u>
I.4.1Propriétés mécanique.....	<u>3</u>
I.4.2.Avantage.....	<u>3</u>
I.4.3. Inconvénients.....	<u>4</u>
I.4.4.Résistance à la corrosion.....	<u>4</u>
I.5.Les alliages d'aluminium de fonderie.....	<u>4</u>
I.5.1.Introduction.....	<u>5</u>
I.5.2.Propriétés des alliages de fonderie.....	<u>5</u>
I.6.Aluminium-silicium.....	<u>5</u>
I.6.1.Historique.....	<u>6</u>
I.6.2. Diagramme de phase Al-Si.....	<u>7</u>
I.6.3. Effet du silicium.....	<u>8</u>
I.6.4. Applications des alliages Al-Si.....	<u>8</u>
I.7.Solidification classique.....	<u>8</u>
I.7.1.Introduction.....	<u>9</u>
I.7.2.Germination et croissance.....	<u>10</u>
I.7.2.1.Réseau cristallin.....	<u>10</u>
I.7.2.2.Motif atomique.....	<u>10</u>
I.7.2.3.Les défauts cristallins.....	<u>11</u>
I.7.3.La diffusion.....	<u>11</u>
I.7.4.La précipitation.....	<u>12</u>
I.7.5.La microstructure de solidification.....	<u>12</u>
I.8.La solidification Rapide.....	<u>12</u>
I.8.1.Introduction.....	<u>13</u>
I.8.2.La Transition vitreuse.....	<u>13</u>
I.8.3.Origine des microstructures des alliages SR.....	<u>13</u>

I.8.4.Aspect cinétique de la vitrification.....	14
I.8.5.Affinement de la structure dendritique et granulaire.....	16
CHAPITRE 2 MATERIAUX EN COUCHE MINCE	16
II.1.Introduction.....	16
II.2.Généralités.....	17
II.2.1.Couche mince	18
II.2.2.Procédure de dépôt des couches minces	19
II.2.3. Couches de protection.....	20
II.2.4. Morphologie des couches minces	21
II.3.Techniques de dépôt et revêtement.....	22
II.3.1.Dépôt par projection thermique.....	22
II.4. L'évaporation sous vide.....	23
II.4.1.Introduction.....	23
II.4.2. Procédé de dépôt sous vide	24
II.4.2.1. Dépôts chimiques en phase vapeur	24
II.4.2.2. Dépôts physiques en phase vapeur.....	26
II.4.2.2.a.La pulvérisation cathodique	26
II.4.2.2.b.Pulvérisation cathodique magnétron.....	26
II.4.2.3.Evaporation Thermique.....	27
II.4.2.3.a.Introduction.....	28
II.4.2.3.b.Principe d'évaporation	28
CHAPITRE 3 TECHNIQUE EXPERIMENTAL.....	30
III .1Obtention de la matière ou de la poudre.....	30
III.1.1Moulage à sable	31
III.2Préparations des substrats avant dépôts.....	32
III.2.1.Polissage des substrats d'acier.....	32
III.2.2.Le nettoyage des substrats d'acier.....	33
III.3.Microscopie de caractérisation.....	35
III.3.1Microscopie Optique Métallographique	36
III .3.2.Diffraction des rayons X	37
III.3.3.Microscopie électronique	37
III.3.4.Métalliseur MEB.....	38
III.4.Nano indentation	39
III.4.1.Introduction	40
III .4.2.Principes	41
III .4.3.Indenteur de Berkovich	41

III .4.4.Courbes de charge décharge.....	41
III .4.5.Dépôt d'Aluminium-silicium par la méthode (PVD).....	41
III.4.5.1.Introduction	45
III.4.5.2.Application	48
III .4.5.3.Technique de Réalisation le dépôt.....	48
III.4.5.4.Le système de pompage.....	51
CHAPITRE 4 RESULTAT ET INTERPRETATIONS	53
IV.1. Observation de dépôt d'alliage aluminium silicium en couche mince par Microscope optique	54
IV.2.Observation au microscope électronique à balayage.....	55
IV.3 Diffraction des rayons x sur les alliages Al-Si sous forme couche mince	59
IV.4. Tests de Nano indentation.....	59
IV.5. Conclusion	59

CHAPITRE 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

I.1.Introduction.....	
I.2.Historique de l'aluminium	
I.3.Avantage technique et économique	
I.3.1.Masse volumique	
I.3.2.Conductibilité électrique	
I.3.3.Rôle du film d'oxyde.....	
I.3.4.Recyclage	
I.4.Alliages d'aluminium	
I.4.1Propriétés mécanique	
I.4.2.Avantage	
I.4.3. Inconvénients.....	
I.4.4.Résistance à la corrosion.....	
I.5.Les alliages d'aluminium de fonderie	
I.5.1.Introduction	
I.5.2.Propriétés des alliages de fonderie.....	
I.6.Aluminium-silicium	
I.6.1.Historique	
I.6.2. Diagramme de phase Al-Si	
I.6.3. Effet du silicium.....	
I.6.4. Applications des alliages Al-Si.....	
I.7.Solidification classique.....	
I.7.1.Introduction	
I.7.2.Germination et croissance.....	
I.7.2.1.Réseau cristallin.....	
I.7.2.2.Motif atomique.....	
I.7.2.3.Les défauts cristallins.....	
I.7.3.La diffusion.....	
I.7.4.La précipitation.....	
I.7.5.La microstructure de solidification	
I.8.La solidification Rapide.....	
I.8.1.Introduction	
I.8.2.La Transition vitreuse	
I.8.3.Origine des microstructures des alliages SR	
I.8.4.Aspect cinétique de la vitrification.....	
I.8.5.Affinement de la structure dendritique et granulaire.....	

CHAPITRE 2 MATERIAUX EN COUCHE MINCE

II.1.Introduction	
II.2.Généralités	
II.2.1.Couche mince.....	
II.2.2.Procédure de dépôt des couches minces.....	
II.2.3. Couches de protection	
II.2.4. Morphologie des couches minces	
II.3.Techniques de dépôt et revêtement.....	
II.3.1.Dépôt par projection thermique	
II.4. L'évaporation sous vide	
II.4.1.Introduction	
II.4.2. Procédé de dépôt sous vide	
II.4.2.1. Dépôts chimiques en phase vapeur.....	
II.4.2.2. Dépôts physiques en phase vapeur.....	
II.4.2.2.a.La pulvérisation cathodique.....	
II.4.2.2.b.Pulvérisation cathodique magnétron	
II.4.2.3.Evaporation Thermique.....	
II.4.2.3.a.Introduction.....	
II.4.2.3.b.Principe d'évaporation.....	

CHAPITRE 3 TECHNIQUE EXPERIMENTAL

III.1Obtention de la matière ou de la poudre	
III.1.1Moulage à sable	
III.2Préparations des substrats avant dépôts	
III.2.1.Polissage des substrats d'acier	
III.2.2.Le nettoyage des substrats d'acier	
III.3.Microscopie de caractérisation	
III.3.1Microscopie Optique Métallographique	
III.3.2.Diffraction des rayons X	
III.3.3.Microscopie électronique	
III.3.4.Métalliseur MEB	
III.4.Nano indentation.....	
III.4.1.Introduction	
III.4.2.Principes	
III.4.3.Indenteur de Berkovich	
III.4.4.Courbes de charge décharge	
III.4.5.Dépôt d'Aluminium-silicium par la méthode (PVD).....	
III.4.5.1.Introduction	

III.4.5.2.Application
III.4.5.3.Technique de Réalisation le dépôt
III.4.5.4.Le système de pompage

CHAPITRE 4 RESULTAT ET INTERPRETATIONS

IV.1. Observation de dépôt d'alliage aluminium silicium en couche mince par
Microscope optique.....
IV.2.Observation au microscope électronique à balayage.....
IV.3 Diffraction des rayons x sur les alliages Al-Si sous forme couche mince...
IV.4. Tests de Nano indentation.....
IV.5. Conclusion.....

Chapitre 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

Figure I.1 Aluminium pure.....1

Figure I.2 Aladar pacz.....2

Figure I.3 Structure cristalline cubique à face centrée CFC d'aluminium.....2

Figure I.4 Exemple de corrosion par pique.....3

Figure I.5 La désignation des alliages d'Aluminium selon les normes.....5

Figure I.6 poudre d'alliage aluminium silicium.....7

Figure I.7 Diagramme d'équilibre aluminium silicium.....7

Figure I.8 Diagramme d'équilibre aluminium silicium.....8

Figure I.9 Diagramme de phase et les phases correspondantes selon la composition chimique.....9

Figure I.10 Diagramme d'analyse thermique de la solidification classique d'un corps pur...10.

Figure I.11 L'apparition d'un germe.....10

Figure I.12 Ligne de dislocation coin et ligne de dislocation vis.....11

Figure I.13 Poly cristal, et schématisation à deux dimensions d'un joint de grain et d'un joint de phases.....12

Figure I.14 La viscosité en fonction de la température réduite lors de la solidification.....15

Figure I.15 Distance entre bras dendritique en fonction de la vitesse de solidification.....15

CHAPITRE 2 : MATRERIAUX EN COUCHE MINCE

Figure II.1 : Diagramme des étapes du procédé de fabrication de couches minces.....17

Figure II.2 : Etapes d'élaboration d'une couche mince.....18

Figure II.3 : Model structural (SZM) de Movchan et Demchishin.....19

Figure II.4 : Tableau des différents procédés de revêtement.....21

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

Figure II.5: Méthodes de dépôt des couches minces sous vide.....	23
Figure II.6: Collision des ions Argon incidents sur la cible.....	25
Figure II.7 : Émission d'atomes ou d'agrégats suite à l'impact des ions Argon.....	25
Figure II.8: Principe de la pulvérisation cathodique.....	26
Figure II.9 : Principe de l'évaporation thermique.	27

CHAPITRE 3 : TECHNIQUE EXPERIMENTAL

Figure III.1 Positionnement du sable de contact et de remplissage.....	28
Figure III.2 moulage en sable.....	29
Figure III.3 C) la barre obtenir par le moulage, D) la poudre obtenir par le chariotage.....	29
Figure III.4 pate diamantée LD 33 ^E	30
Figure III.5 Polisseuse MECAPOL 230.....	31
Figure III.6 Microscope optique métallographie ZEISS AXIO IMARER A2.....	32
Figure III.7 stereoscope microscope ZEISS Stemi 508.....	33
Figure III.8 Diffraction Bruker D8 Advence.....	34
Figure III.9. Principe de diffraction par rayon X.....	34
Figure III.10. Configuration Bragg-Brentano (θ -2 θ).....	35
Figure III.11. a) Principe du MEB – b) JOEL JSM _ 6360LV.....	36
Figure III.12. Sputter Coater 108auto.....	37
Figure III.13. Instrument de la nano indentation CSM.....	38
Figure III.14. Schéma du système de nano indentation, b) empreinte d'indenteur Berkovich..	39
Figure III.15. Géométrie de l'indenteur Berkovich, (a) Vue de dessus, (b) vue en coupe.....	39
Figure III.16. a) Représentation schématique de la section d'une indentation, b) Courbe d'indentation typique.....	40
Figure III.17. Système de dépôt de couches minces par évaporation thermique.....	41
Figure III.18 schéma qui simplifier la tension (volte) en fonction de la température (Celsius).....	42
Figure III.19 1) le montage à chaud ,2) la flasque alimenter.....	42
Figure III.20 C) montage à froid, D) le porte substrat.....	43

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

Figure III.21 Creuset en tungstène	43
Figure III.22 cible pas totalement évaporée.....	44
Figure III.23 Courbe d'augmentation de la température d'évaporation en fonction de pourcentage de silicium.....	45
Figure III.25 dépôt non adhérent sur les substrats dans les mêmes conditions E) verre F) acier.....	46
Figure III.24 Tableau des paramètres utilisés pour chaque dépôt.....	47

CHAPITRE 4 : RESULTAT ET INTERPRETATION

Figure IV.1 : Dépôt Al-Si 13 % sur le substrat en acier à $T=25^{\circ}\text{C}$	48
Figure IV.2 : Dépôt Al-Si 22 % sur le substrat en acier à $T=25^{\circ}\text{C}$	48
Figure IV.3 dépôt Al-Si 7% sur le substrat en verre à $T=360^{\circ}\text{C}$	48
Figure IV.4 . Dépôt d'Al-Si 7% évaporé sur verre à température ambiante.	49
Figure IV.5 . Dépôt Al-Si 7 % évaporé sur verre à $T=360^{\circ}\text{C}$	49
Figure IV.6 Dépôt Al-Si 22 % sur verre à température ambiante.....	50
Figure IV.7 Dépôt Al-Si 22 % sur verre à 360°C	50
Figure IV.8 . Spectre de diffraction des rayons x sur la couche mince Al-Si 7 %.....	51
Figure IV.9 Spectre de diffraction des rayons X sur les couches minces d'Al-Si 22%.....	52
Figure IV.10 Test nano indentation sur Al-Si 7%, $T=360\text{ C}$	53
Figure IV.11 Test nano indentation Al-Si 7%, $T=25\text{ C}$	54
Figure IV.12 Test nano indentation Al-Si 13 %, $T=360\text{ C}$	55
Figure IV.13 test nano indentation Al-Si 22% $T=25\text{ C}$	56
Figure IV.14 test Nano indentation Al-Si 22%, $T=360\text{ C}$	57
Figure IV.15 Test nano indentation sur le verre.....	58
Tableau IV.1 Nano indentation Al-Si 7% sur $T_{\text{substrat verre}}=360\text{ C}$	53
Tableau IV.2 Nano indentation Al-Si 7%, $T_{\text{substrat}}=25\text{ C}$	54
Tableau IV.3 Nano indentation Al-Si 13 % sur $T_{\text{substrat verre}}=360\text{ C}$	55
Tableau IV.4 Nano indentation de Al-Si 22 sur $T_{\text{substrat verre}}=25\text{ C}$	56
Tableau IV.5 Nano indentation Al-Si 22 % sur $T_{\text{substrat verre}}=360\text{ C}$	57

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

<i>TableauIV.6 Nano indentation sur substrat en verre.....</i>	<i>58</i>
--	-----------

Introduction générale

L'outil de travail, armes, moyens de transport etc. Préoccupent l'homme depuis de longues décennies. Les premiers revêtement de peinture de vernis ou tout simplement les imprégnations dans la résine datent de la préhistoire. L'histoire moderne a été marquée par des découvertes dans tous les domaines avec un capital croissant de connaissances en physique, chimie, science et technologie. Mais c'est seulement depuis la période d'histoire moderne que l'homme a commencé à s'intéresser aux aspects physique et chimique des méthodes de traitement de surface employées.

Un traitement de surface est généralement réalisé dans le but d'améliorer les caractéristiques superficielles d'un matériau (dureté, module d'élasticité, résistance à l'usure ou à l'oxydation, modification de la conductivité thermique ou électrique, aspect visuel) tout en préservant son intégrité dans son volume. Ces phénomènes peuvent présenter de très grands risques, pour les éviter on utilise des nouvelles méthodes de solidification pour obtenir des matériaux avec des propriétés améliorées.

C'est la raison qui nous a incité à diriger notre recherche vers la solidification comme matériaux de base, notre choix s'est porté sur les alliages Al-Si industriels. Cette préférence est due au fait qu'actuellement, l'un des principaux axes de recherche dans le domaine des matériaux est l'étude et le développement des matériaux est l'étude et le développement des alliages légers. Et nous savons que les principaux alliages légers sont à base d'aluminium car leurs caractéristiques nous offrent un champ d'application très vaste parmi ceux-ci les alliages Al-Si que l'on retrouve dans la plupart des domaines tels que l'industrie automobile, mécanique, aéronautique, électronique et maritime.

Au plan industriel la technologie de dépôt mince PVD permet de élaborer des dépôts d'épaisseurs de quelques micromètres. Le traitement des outils est une application importante afin de réduire les coûts d'usinage, le temps de immobilisation, la qualité de liquide de refroidissement et de déchets. Le but de ces dépôts sur des matériaux substrats adaptés consiste à accroître le temps de vie et à diminuer le temps d'usinage. Naturellement de tels dépôts doivent avoir une dureté élevée, avec une très bonne ténacité, une très forte adhésion au substrat ainsi qu'une excellente tenue en température et stabilité thermique.

Ce mémoire de master est subdivisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre est une recherche bibliographique sur les alliages aluminium silicium
- Le deuxième chapitre exprime les matériaux en couche mince
- Le troisième chapitre est consacré aux techniques expérimentales
- Le quatrième chapitre, sont présentés les résultats et discussion

Le mémoire qui commence par une introduction et termine par une conclusion générale dans laquelle sont rapportés les principaux résultats obtenus.

II.1.Introduction :

Depuis les années 90, l'élaboration des matériaux sous forme de couches minces s'est développée de manière importante car ils représentent un fort potentiel pour l'amélioration des performances des surfaces sur lesquelles sont déposés. En effet, ces dépôts surclassent généralement les traitements de durcissement superficiel traditionnels tant par leur propriétés intrinsèques (dureté, module de Young) que par leur résistance aux tests d'usure classique [3].

Les matériaux élaborés sous la forme de couches minces possèdent des propriétés physico-chimiques différentes en de nombreux points de celles des matériaux massifs. La nature chimique, la morphologie et la structure cristallographique du film sont en effet fortement liées à l'interaction se produisant entre le matériau à déposer et le substrat, lors de l'élaboration du revêtement. Afin de comprendre l'influence des conditions d'élaboration sur les propriétés finales du dépôt, l'étude des phénomènes réactionnels conduisant à la formation de l'interface et à la croissance du film est donc essentielle [5].

Nous décrivons d'abord les méthodes d'élaboration des dépôts atomistiques PVD ainsi que les avantages qu'offrent les techniques les plus représentatives en usage actuellement.

II.2.Généralités :

II.2.1.Couche mince:

Par principe, une couche mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions qu'on appelle l'épaisseur a été fortement réduite de telle sorte qu'elle s'exprime en Angstrom [17].

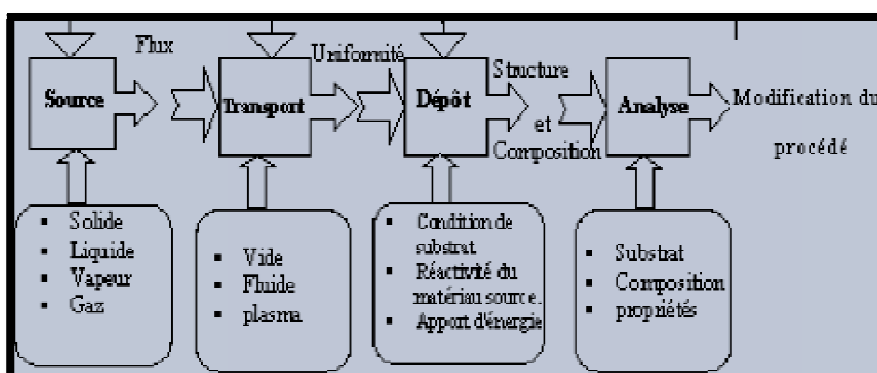
La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et celui en couches minces est liée au fait que dans l'état massif on néglige généralement avec raison le rôle des limites dans les propriétés, tandis que dans une couche mince ce sont au contraire les effets liés aux surfaces limites qui sont prépondérants [3].

L'intérêt des couches minces provient essentiellement de l'utilisation économique des matériaux en rapport avec les propriétés physiques et de la simplicité des technologies mise en œuvre.

En pratique, on peut distinguer deux grandes familles de méthodes d'élaboration de couches minces, celles qui font appel à un gaz porteur pour déplacer le matériau à déposer d'un récipient au substrat et qui s'apparentent aux techniques de diffusion utilisées dans la fabrication des composants actifs, et celles qui impliquent un environnement à pression très réduite et dans lesquelles le matériau à déposer sera véhiculé grâce à une impulsion initiale de nature thermique ou mécanique.[5]

II.2.2.Procédure de dépôt des couches minces:

Tous les procédés de déposition de couches minces contiennent quatre (parfois cinq) étapes successives. La source qui constitue le matériau de base du film mince à élaborer peut être un solide, un liquide, une vapeur ou un gaz. Lorsque le matériau est solide son transport vers le substrat s'effectue par vaporisation [17]. Ce qui peut être réalisé par évaporation thermique, ablation laser ou par des ions positifs "pulvérisation". L'ensemble de ces méthodes est classé sous le nom de dépôt physique en phase vapeur PVD " physical vapor deposition". Dans d'autre cas, le matériau de base est sous forme d'un gaz ou d'un liquide ayant une pression de vapeur suffisante pour qu'il soit transporté à des températures modérées. Les procédés qui utilisent, comme matériau de base, les gaz, les liquides évaporés ou solides évaporés par voie chimique sont connues sous le nom de dépôts chimiques en phase vapeur, CVD " Chemical vapor deposition ". [2]



FigureII.1 : *Diagramme des étapes du procédé de fabrication de couches minces [2].*

Dans l'étape de transport, l'uniformité du flux des espèces qui arrivent sur la surface du substrat est un élément important, plusieurs facteurs peuvent affecter cette uniformité et dépendent du milieu dans lequel s'effectue le transport, un vide poussé ou un fluide, principalement des gaz. Dans le cas d'un vide poussé, les molécules, provenant de la source et allant vers le substrat, traversent le milieu selon des lignes droites, tandis que dans un milieu fluide elles subissent plusieurs collisions au cours de leurs transports. En conséquence, dans le vide, l'uniformité du flux qui arrive sur le substrat est déterminée par la géométrie, tandis que dans un fluide il est déterminé par le débit du gaz et par la diffusion des molécules de la source dans les autres gaz présents.

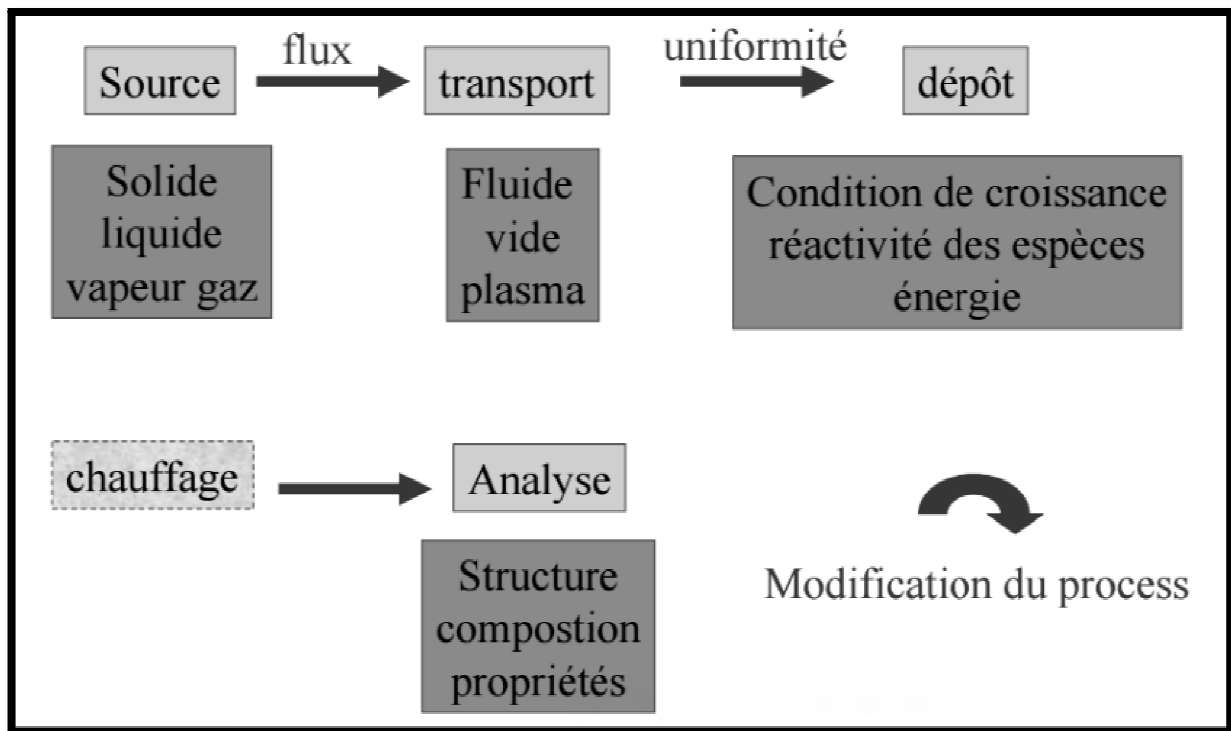
CHAPITRE 2

La troisième étape dans les procédés d'élaboration des films minces est le dépôt du film sur la surface du substrat. Cette phase passe par l'étape la de coalescence.

Le comportement de déposition est déterminé par les facteurs source, transport et aussi par les trois principales conditions de la surface du substrat. Ces dernières sont l'état de surface : Rugosité, niveau de contamination.

Avec le matériau qui arrive", la réactivité du matériau arrivant sur cette surface " Coefficient de collage" et l'énergie déposée sur la surface (Température de substrat) [18].

La dernière étape dans le processus de fabrication est la nécessité de l'analyse du film obtenu. Le premier niveau de contrôle du matériau consiste à effectuer des mesures directes de ses propriétés importantes. Si les résultats de l'analyse sont insuffisants, il est indispensable de recourir à des expériences particulières qui permettent de lever les éventuelles ambiguïtés d'un processus donné.



FigureII.2 :Etapes d'élaboration d'une couche mince [2].

II.2.3. Couches de protection :

Procédé qui consiste à déposer un matériau Y sur un matériau X avec pour objectif soit d'apporter une nouvelle fonctionnalité au matériau Y ou de créer une fonctionnalité propre au matériau déposé.

Monocouche – Dépôt constitué d'une seule couche de composition bien définie
 Multicouche – Dépôt constitué d'un empilement de couches de composition chimique différente

II.2.4. Morphologie des couches minces :

Le mode de croissance des couches ainsi que les conditions de dépôt (température du substrat, nature du substrat, caractéristiques du gaz partiel, etc.) influent les orientations cristallographiques et les détails topographiques des îlots.

En fait, plusieurs modèles fondus sur des approches liées à la croissance des couches minces ont été développées pour étudier l'influence des paramètres d'élaboration sur la microstructure des couches. Une première description de la morphologie de couches minces obtenues par dépôt physique en phase vapeur a été présentée par Movchan et Demchishin en 1969 [6].

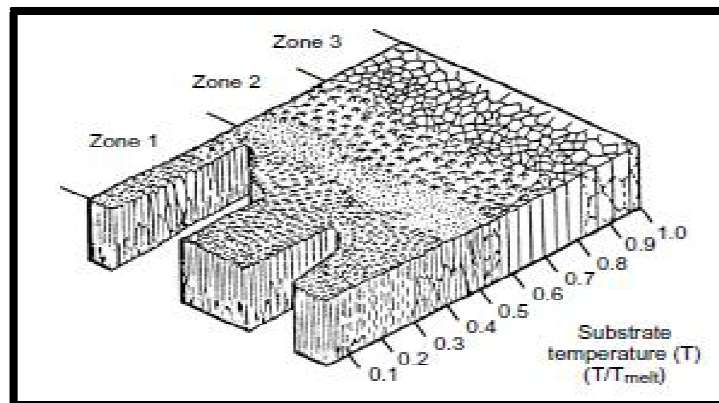


Figure II.3 : *Model structural (SZM) de Movchan et Demchishin [6].*

Cette description est un modèle de classification structural appelé modèle de zone de structure (Structure Zone Model SZM), qui permet de corréler les propriétés de la couche avec les conditions d'élaboration. , on distingue principalement trois zones de différentes structures en fonction du rapport (T/T_m) de la température du substrat T et la température de fusion de la cible T_m [6].

. **Zone 1:** Dans ce domaine de basse température ($T/T_m < 0,3$), l'énergie des atomes est trop faible pour qu'ils diffusent notablement. Les dépôts présentent une structure colonnaire et une faible compacité [6].

. **Zone 2:** Lorsque le rapport T/T_m est compris entre 0,3 et 0,5; la température étant plus élevée, la mobilité des atomes devient importante en surface. De ce fait, la taille des grains et la compacité augmentent. La structure reste colonnaire, mais la surface est plus lisse [6].

. **Zone 3:** À haute température ($0,5 < T/T_m < 1$), la mobilité des atomes devient importante dans le volume, ce qui permet la diffusion, la relaxation et la recristallisation dans le dépôt. Les couches deviennent très compactes avec des grains équiaxiaux sur toute l'épaisseur [6].

Les dépôts monocouches issus des procédés sous vide sont massivement étudiés depuis les années 1970. Initialement, ces revêtements étaient essentiellement utilisés dans les domaines d'usinage, comme la découpe ou le perçage, afin d'améliorer les caractéristiques techniques des Outils en terme de dureté et de longévité [7].

II.3. Techniques de dépôt et revêtement :

Le Mécanisme de protection par revêtement métallique est Selon leur comportement à la corrosion par rapport au substrat, on distingue deux types de revêtement métallique :

- Ceux plus nobles que le substrat
- Ceux moins nobles que le substrat [1]

En réalité il existe plusieurs techniques qui servent à fabriquer des revêtements métalliques ou non métalliques dont voici les plus utilisées:

- L'électrodéposition.
- L'immersion dans du métal liquide.
- La déposition par projection au pistolet.
- Évaporation thermique.
- Pulvérisation cathodique.
- Canon à électrons [1].
- Dépôt chimique en phase vapeur ou C.V.D pour Chemical Vapor Deposition [8].
- Dépôt à basse pression, L.P.C.V.D. pour Low Pressure Chemical Vapor Deposition.
- Dépôt assisté plasma, P.E.C.V.D. pour Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition.

CHAPITRE 2

		Epaisseur couche (typique)	Complexité géométrique	Compacité/ Qualité matière vis à vis de la corrosion	Adhérence	Contraintes résiduelles/ Déformations	Etat de surface	Dimensions	Coût Opération + matière
Voie Physique	Doublage	1mm	Cylindre	Bonne	Nulle	Nulle	Très bon	Grandes	Moyen
	Colaminage	1mm	Plaque, Cylindre	Bonne	moyenne	Forte	Très bon	Grandes	Moyen
	Détonation	1mm	Plaque, Cylindre	Risque de fissures	Bonne	Forte	Très bon	Moyennes	Moyen
	CIC/ Pack Cément	100µm-1mm	Plaque, Cylindre	Très bonne	Bonne	Très bonne	Moyen	Grandes	Moyen
Voie Chimique	PVD	<10µm	Géométries simples	Risques de discontinuités	Très bonne	Nulle	Très bon	Moyennes	Moyen
	CVD	<5µm	Géométries simples	Risques de discontinuités	Très bonne	Nulle	Très bon	Moyennes	Moyen
	Electrochimie	1-50µm	Géométries simples	Bonne	Très bonne	Nulle	Très bon	Moyennes	Faible
Projection thermique	Flamme	100-500µm	Géométries 3D	Faible compacité	Faible	Très faible	Moyen	Grandes	Faible
	Plasma	100-500µm	Géométries 3D	Moyenne	Moyenne	Très faible	Moyen	Grandes	Faible
	HVOF	100-500µm	Géométries 3D	Moyenne	Bonne	Faible	Moyen	Grandes	Faible
	Canon Détonation	200µm	Plaques	Bonne	Bonne	Moyenne	Moyen	Grandes	Moyen
	Cold Spray	200µm-1mm	Géométrie 3D	Bonne	Bonne	Moyenne	Moyen	Grandes	Moyen
Fusion	TIG (GTAW)	1mm	Géométries simples 3D	Bonne	Très bonne	Forte	Moyen	Grandes	Faible
	PTA (PTAW)	1mm	Géométries simples 3D	Bonne	Très bonne	Forte	Moyen	Grandes	Faible
	MIG (GMAW) Laser	200µm-1mm	Géométrie 3D	Bonne	Très bonne	Moyenne	Moyen	Grandes	Moyen

Très Bon à Bon
 Bon à Médiocre
 Médiocre à Mauvais

Figure II.4 : Tableau des différents procédés de revêtement. [8]

II.3.1. Dépôt par projection thermique :

Les types de substrats tolérant l'élévation de fines particules de poudre en fusion sont projetés sur le substrat par le jet de gaz d'une torche à plasma. Le dépôt par projection thermique, est parmi les nombreuses techniques disponibles, celle qui présente la facilité :

- le choix du couple dépôt/support.
- le choix du procédé de projection.
- la variété de tailles des pièces à traiter.
- la mobilité des installations.
- la diversité des applications.

La grande variété des matériaux projetables en projection thermique, ouvre à cette technique un grand domaine d'applications, telles que:

- l'augmentation des qualités mécaniques en surface, résistance au frottement ou à l'usure,
- la protection contre la corrosion en milieu atmosphérique ou ambiance hostile.

II.4. L'évaporation sous vide :

II.4.1.Introduction :

Le dépôt par évaporation fût l'une des premières méthodes mise au point dans la catégorie des dépôts physique en phase vapeur. Elle fût élaborée dans le but d'obtenir des couches minces et représente encore actuellement l'une des méthodes les plus couramment utilisé en industrie (même si elle tend à être remplacée par d'autres procédés tels que la pulvérisation cathodique, qui permet notamment un meilleur recouvrement de la surface des pièces et une meilleure adhérence, ou certains process de type CVD). Son principe repose, comme son nom l'indique, sur l'évaporation sous vide d'une source de matériau dont on souhaite revêtir une pièce. La présence d'un vide poussé au sein de l'enceinte est important pour ce procédé dans la mesure où l'établissement de ce vide permet une diminution de la température de sublimation de la matière qui, soumise à une source d'énergie, est alors portée à sa pression de vapeur saturante et évaporée pour venir se déposer à la surface du substrat (trajectoire plus ou moins directe reliée au libre parcours moyen des espèces rendue possible à l'aide de la mise sous vide). Il est notamment à noter que la notion de vide poussé est importante pour bon nombre de procédés de type PVD pour des raisons pouvant varier mais induisant un haut niveau de pureté de ces dépôts et permettant une trajectoire relativement rectiligne des éléments.

-Différents moyens peuvent être employés pour apporter l'énergie nécessaire à la sublimation du matériau tels que : le chauffage par effet Joule (ou résistif), le chauffage par induction.

Les dépôts en phase vapeur font partie de la catégorie dite de revêtement par voie sèche, au même titre que la projection thermique. Leur but est l'amélioration des propriétés des matériaux par une fonctionnalisation de leur surface pouvant augmenter :

- Leur aspect esthétique : différents coloris possibles tels que le noir, gris métallique, gris-blanc, marron, jaune paille à dorée, etc. avec un aspect mat ou brillant.
- Leur résistance à l'usure, leur comportement en frottement et de manière plus générale leur comportement tribologique.
- Leur dureté ainsi que leur comportement mécanique dans l'ensemble Leur résistance à la corrosion et ainsi qu'aux sollicitations chimiques et environnementales.
- Leurs propriétés électriques : conduction, isolation [8].
- Leurs propriétés optiques : réflexion, transmission, détection de rayonnement.

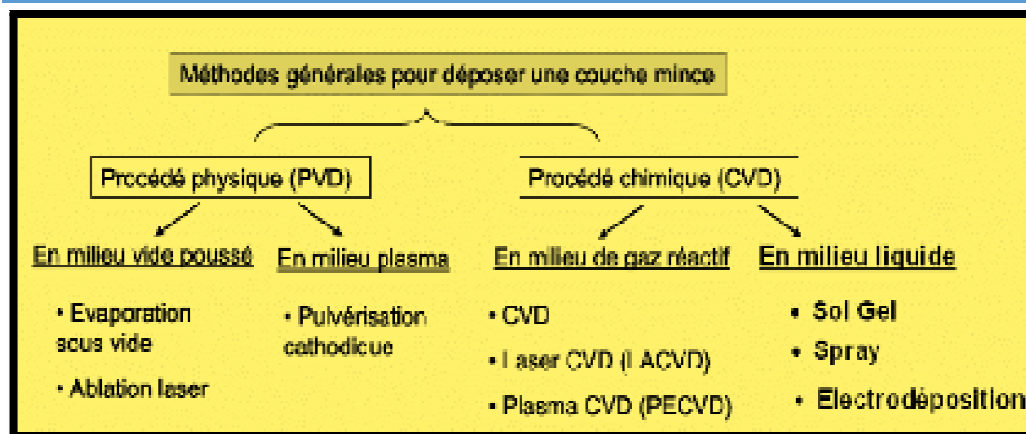


Figure II.5: Méthodes de dépôt des couches minces sous vide. [2]

II.4.2. Procédé de dépôt sous vide :

Le vide joue un rôle décisif dans de nombreuses opérations dans lesquelles les métaux, les plastiques ou le verre sont déposés sous forme de vapeur. Dans de nombreux cas, ces procédés ne seraient pas possibles sans vide. Un vide moyen ou élevé est appliqué à la chambre pour son évacuation au début du procédé, puis les gaz de réaction sont extraits ou les matières brutes solides vaporisées. [9]

Le dépôt est réalisé sous vide à une pression aux alentours de 10^{-3} - 10^{-4} Pa, de façon à limiter la collision entre les atomes évaporés et celles du gaz résiduel pour limiter la contamination des couches déposées et augmenter la vitesse de dépôt.

Tous ces procédés ont une exigence commune : un vide moyen ou élevé complètement fiable dans la chambre, parfaitement adapté au procédé de revêtement.

De telles opérations de revêtement sont exécutées pour modifier les caractéristiques de surface des matériaux, telles que la dureté et la résistance à la corrosion. Le revêtement sous vide peut aussi être utilisé pour améliorer les qualités adhésives.

II.4.2.1. Dépôts chimiques en phase vapeur :

Les méthodes par CVD permettent de réaliser des dépôts à partir de précurseurs gazeux qui réagissent chimiquement pour former un film solide déposé sur un substrat. La première utilisation de ce procédé date en 1893 (dépôt de tungstène pour la réalisation de lampe à incandescence).

Le Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD), est le procédé de dépôt par évaporation chimique, qui permet d'obtenir des couches faiblement contraintes du fait d'une réaction chimique induite thermiquement. Le matériau du revêtement est apporté dans l'enceinte sous

la forme d'un gaz précurseur. La vapeur se décompose alors ou réagit avec d'autres précurseurs supplémentaires, produisant ainsi un film sur le substrat. Les précurseurs sont introduits en continu dans la zone de réaction tandis que les produits résiduels sont éliminés. Les procédés CVD peuvent être réalisés sous vide ou à pression atmosphérique.

Le support qui doit recevoir le dépôt est chauffé à sa température de réaction. Cette température, très élevée dans la plus part des cas, puisque généralement comprise entre **900** et **1100°C**.

Les principaux avantages de ces techniques sont, de pouvoir contrôler la composition durant le dépôt, de réaliser un dépôt d'épaisseur et de composition uniformes possédant en plus une excellente adhérence.

- Excellente uniformité du revêtement, indépendante de la géométrie de la pièce ;
- Possibilité de revêtir des géométries complexes, y compris des diamètres intérieurs

Cependant ces techniques ont l'inconvénient de donner des films contaminés par les résidus des précurseurs et d'avoir une température de réaction souvent élevée.

II.4.2.2. Dépôts physiques en phase vapeur :

Le Dépôt Physique en phase Vapeur (PVD) est un procédé de revêtements de dépôts métalliques durs à partir de vapeur métallique. En réagissant avec certains gaz, cette vapeur va former une couche mince de composition déterminée sur le substrat [10].

Les procédés par PVD regroupent principalement l'évaporation et la pulvérisation sous toutes ses formes. Dans la réalisation d'une couche on peut distinguer les trois étapes suivantes :

- La création de la ou des espèces à déposer, sous forme d'atomes, de molécules ou de clusters (groupes d'atomes ou de molécules),
- Le transport de ces espèces en phase vapeur de la source vers le substrat,
- Le dépôt sur le substrat et la croissance de la couche.

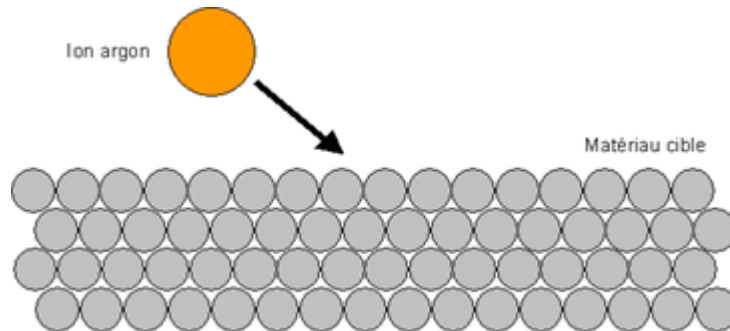
Les dépôts sont d'un bel aspect glacé et de très grande pureté. Les vitesses de déposition sont plus faibles qu'en projection thermique et le traitement de pièces volumineuses pose toujours des problèmes. Ces procédés sont principalement utilisés dans la réalisation d'outillage de coupe ou de déformation. L'inconvénient majeur, est le coût très élevé de ces installations.

II.4.2.2.a.La pulvérisation cathodique :

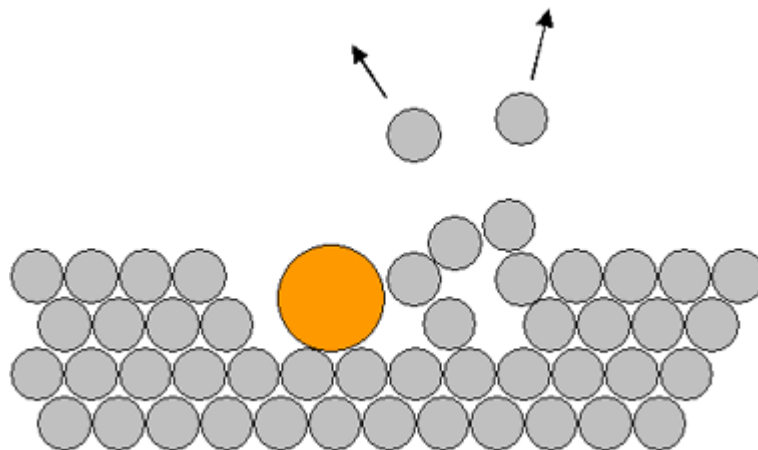
La pulvérisation cathodique (ou « sputter déposition ») est l'un des nombreux procédés affilié à la famille des dépôts sous vide dits PVD

CHAPITRE 2

Dans cette méthode, le substrat est mis dans une enceinte contenant un gaz (en général de l'Argon) à basse pression, dans lequel on provoque une décharge électrique. Cette décharge a pour rôle d'ioniser les atomes de gaz. Les ions ainsi obtenus sont accélérés par une différence de potentiel et viennent bombarder une cathode constituée du matériau à déposer (cible). Sous l'impact des ions accélérés, des atomes sont arrachés à la cathode et sont déposés sur le substrat. Dans certains cas, on introduit dans l'enceinte en plus de l'argon un gaz qui va réagir chimiquement avec les atomes pulvérisés pour former le matériau que l'on désire obtenir. Alors, on a une pulvérisation cathodique réactive. Cette méthode permet d'avoir des dépôts de faible résistivité. []



FigureII.6: Collision des ions Argon incidents sur la cible [9].



FigureII.7 : Émission d'atomes ou d'agrégats suite à l'impact des ions Argon [9].

Parmi les avantages et les inconvénients liés à cette technologie [] :

- Bonne adhérence des couches développées.
- Large gamme de revêtements métalliques et céramiques possibles.
- Élimination des impuretés et des espèces non suffisamment adhérentes.
- Vitesse de croissance limitée.
- Dégradation possible pour les substrats les plus sensibles.

II.4.2.2.b. Pulvérisation cathodique magnétron :

contrôle de la répartition du plasma à la surface de la cible à l'aide du système appelé magnétron composé d'une série d'aimants dont le champ magnétique permet de donner une trajectoire hélicoïdale aux électrons à proximité de la cible et ainsi venir augmenter au sein de cette zone le nombre de collisions.

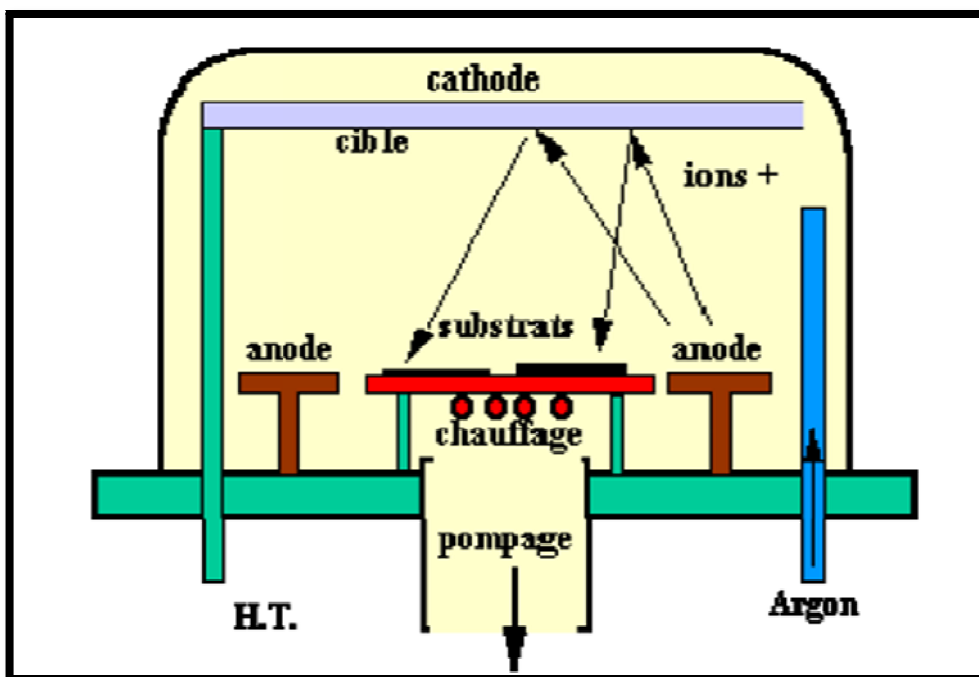


Figure II.8: Principe de la pulvérisation cathodique [6].

II.4.2.3 Évaporation Thermique:

II.4.2.3.a/Introduction :

En 1884, Edison déposa un brevet sur l'obtention de couches minces par évaporation sous vide. Par abus de langage nous confondons «évaporation thermique» qui suppose un passage du matériau par une phase liquide, "sublimation thermique" qui sous-entend le passage direct de la phase solide à la phase gazeuse.

Tout corps pur présente une pression de vapeur déterminée à toute température. Pour évaporer un matériau, il suffit de le porter à sa température d'évaporation ou de sublimation par chauffage joule dans une enceinte sous vide (pour un vide secondaire de

10^{-6} à 10^{-8} Torr). Pour ce faire, le matériau à évaporer est placé dans un creuset en métal réfractaire (Molybdène, Tungstène, Platine) alimenté par un générateur de puissance.

Le substrat est situé au-dessus du creuset sur un four à température réglable. Une élévation de température du substrat conduit à un meilleur arrangement des atomes ou molécules évaporées. Ce substrat est collé sur le four avec de la plaque d'argent car ce produit est un bon conducteur thermique.

II.4.2.3.b/Principe d'évaporation :

L'évaporation des métaux a lieu par chauffage d'un creuset contenant le métal. A haute température le métal se liquéfie et s'évapore ou se sublime. Les molécules montent du creuset vers la plaquette placée au-dessus.

L'énergie des particules lors du dépôt est un paramètre important plus l'énergie est grande, plus le nombre de sites de fixation augmente, en particulier pour l'ouverture de liaisons et pour l'accès des sites à l'intérieur du réseau moléculaire du substrat; nous verrons par la suite que la projection cathodique permet des adhérences supérieures grâce à une énergie plus élevée qu'il'évaporation.

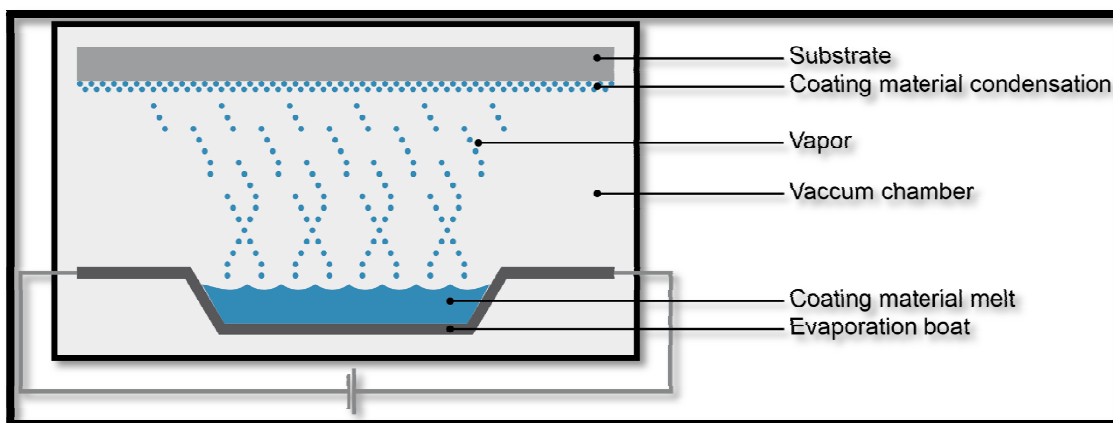


Figure .9 :Principe de l'évaporation thermique [6].

TECHNIQUE EXPERIMENTAL

IV.1 Obtention de la matière ou de la poudre :

IV.1.1. Moulage à sable :

Comme le montre la figure IV.1, le moulage en sable d'une pièce donnée se fait en première étape par la reproduction du modèle de la pièce dans le sable appelé souvent le noyau. Le positionnement se fera horizontalement, le plan de joint passant par le plan de symétrie longitudinal de la pièce dans le cas de notre modèle qui est sous forme une barre cylindrique de diamètre (10mm X 130mm).

Une fois le modèle est terminé, l'étape suivante consiste à couler l'alliage liquide choisi dans l'empreinte du moule. Dans le moulage en sable, la préparation mise en œuvre est une étape importante pour réussir une pièce moulée. Le sable siliceux et argileux contenant un certain taux d'humidité et bien malaxé avec les proportions qui lui confèrent la cohésion indispensable permet d'obtenir des pièces de bonne qualité.

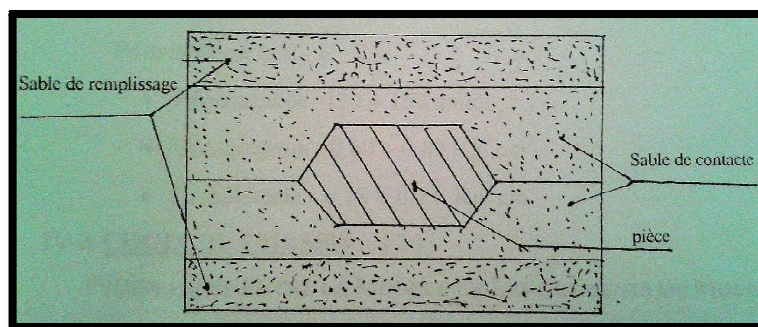


Figure IV.1 Positionnement du sable de contact et de remplissage.

Dans notre réalisation nous avons utilisé les châssis rectangulaires qui sont disponibles dans l'atelier de Micro-Fonderie de l'institut d'aéronautique dont les dimensions sont : (177 x 128 x 68).

A partir des lingots normalisés d'Al-Si ayant différents pourcentages de silicium (7%, 10%, 13% et 22%) des tranches de petites tailles ont été découpées. Ensuite ces tranches ont été mises dans un four de fusion jusqu'à la température de 800°C avec un temps de maintien de 30 min pour assurer la fusion totale de l'alliage et permettre un dégraissage après élimination de la couche supérieure. Les pièces en alliage Al-Si de forme cylindrique ont été passées par une opération de chariotage pour produire des copeaux de chaque alliage comme il apparaît sur la figure IV.3.D.



FigureIV.2moulage en sable.

C)



D)



FigureIV.3. C) La barre obtenus par moulage, D) Copeauxobtenus par chariotage.

IV.2. Préparations des substrats avant dépôts :

La préparation de la surface des substrats avant chaque opération de dépôt est une étape importante, car elle influe beaucoup sur la qualité du dépôt. Une surface male nettoyée donnera forcément un dépôt qui n'adhère pas à la surface du substrat.

Les substrats utilisés et qui ont subits des étapes de nettoyage chimique sont le silicium et le verre alors que l'acier a subit des étapes de polissage avant d'être nettoyé chimiquement.

IV.2.1. Polissage des substrats d'acier :

Le polissage est essentiellement une opération de finition qui a pour but, d'éliminer les défauts superficiels tels que les fissures, les porosités ou les inclusions, les imperfections géométriques (rugosité) et de maîtriser l'aspect de surface. Il se réalise en plusieurs étapes successives : tout d'abord avec un abrasif grossier (par exemple carbure de silicium) de granulométrie décroissante, puis avec un abrasif fin (aluminium en suspension aqueuse ou pate diamantée ...)



Figure IV.4 Patte diamantée LD 33E

A l'aide d'une polisseuse MECAPOL 230, on poli les substrats d'acier inoxydable et XC48, en utilisant des papiers avec des particules abrasives, sorte de papier de verre, mais avec une taille de particule plus fine et maîtrisée.

En fait, la taille des particules va de P240 à P2500 (La nomenclature la plus employée pour la taille des grains des papiers est celle de L'ISO 6344 taille moyenne des grains 58,5 à 8,4 µm)

La polisseuse MECAPOL 230 est conforme à la norme CE. Elle est de 470 mm de largeur, 175/320 mm de hauteur et 680 mm de profondeur, elle pèse 39 kg.

L'accélération du plateau peut être progressive et la rotation de celui-ci peut se faire dans les deux sens.



Figure IV.5 Polisseuse MECAPOL 230

IV.2.2. Le nettoyage des substrats:

Quels que soient les substrats utilisés, leur nettoyage fut identique. Une succession de passage dans les bains de solvant permet d'éliminer toutes les impuretés qu'elles soient de nature organique (résine, graisses, hydrocarbures,...) ou bien solide (poussière, morceaux de silicium, métaux,...).

En effet, toute impureté se trouvant à la surface de l'échantillon peut générer une mauvaise adhérence sont nettoyés selon la séquence suivante :

- Acétone pure (99,5%).
- Ethanol (99,5%).
- Acétone récupéré.
- Ethanol récupéré.

Toutes les séquences ont été effectuées dans un bac à ultrasons sous vibration pendant 10 minutes. A la fin de chaque étape, les substrats sont rincés à l'eau dés ionisée et séché a l'air comprimé après stockés dans des piluliers contenant de l'éthanol absolu jusqu'à leur utilisation.

IV.3. Microscopie de caractérisation :

Plusieurs techniques ont été utilisées pour la caractérisation de nos échantillons.

Dans ce qui suit nous allons rappeler les principes de fonctionnement de quelques méthodes en indiquant les conditions de mesures de chaque méthode.

IV.3.1 Microscopie Optique Métallographique :

➤ Principes :

C'est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire, qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image (résolution) afin qu'il soit observable par l'œil humain. Le pouvoir de résolution du microscope optique ne dépasse guère 1500 x.

L'objet à observer est placé devant la première lentille qui est l'objectif et l'observation se fait par la réflexion de la lumière sur la surface de l'échantillon. Le faisceau incident fourni par un illuminateur est dévié par une lame semi-réfléchissante ou un prisme et traverse l'objectif pour éclairer l'objet.

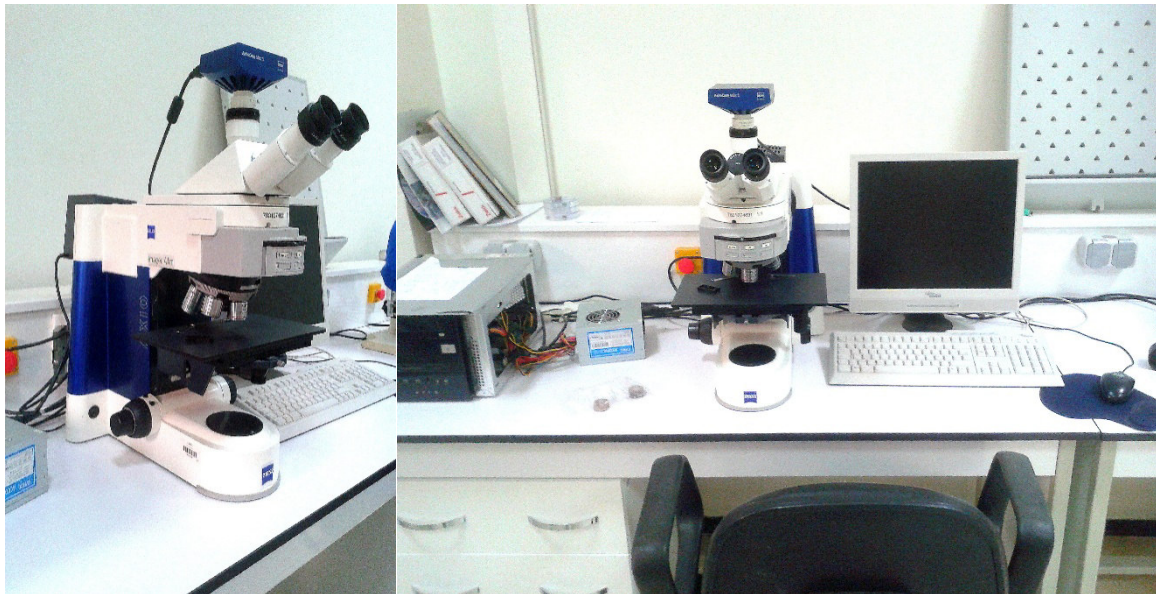


Figure IV.6 Microscope optique métallographie ZEISS AXIO IMARER A2.

Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope marque ZEISS AXIO IMARER A2, équipé d'une camera AXIOCAM MRC5.

Le microscope est lié avec un micro-ordinateur et les différentes micrographies obtenues sont traitées à l'aide du logiciel Axio vision 4.6. Les parties essentielles du microscope sont :

- Une platine orientable destinée à recevoir l'échantillon.

CHAPITRE 4

- Un dispositif d'éclairage qui comporte plusieurs parties : une source lumineuse et un illuminateur qui, permet l'éclairage uniforme de l'objectif.

Un dispositif d'observation constitué d'un objectif, dont le grossissement peut aller de 50 à 1000 fois (X5, X10, X20, X50, X100), d'un oculaire pour observation avec l'œil et d'un projectif pour photographie.

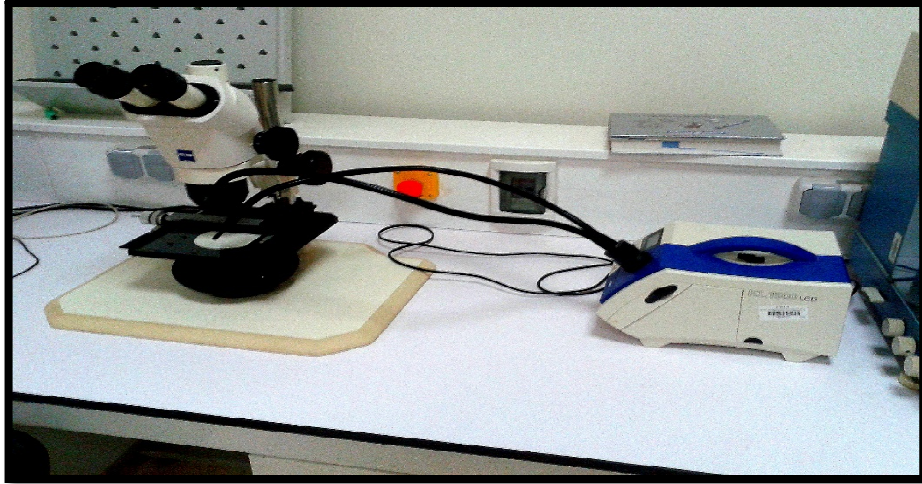


Figure IV.7 stereoscope microscope ZEISS Stemi 508.

IV.3.2. Diffraction des rayons X :

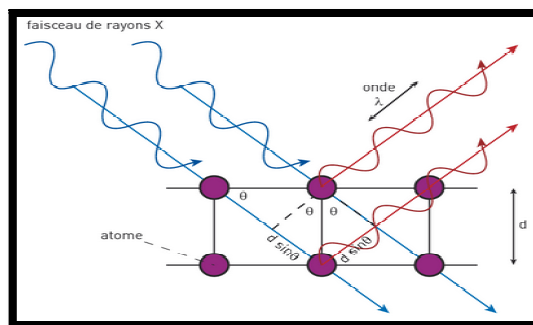
La diffraction des rayons X permet l'étude cristallographique des phases au sein des alliages métalliques.

➤ Principe :

Lorsqu'un faisceau de rayon X monochromatique est dirigé sur un matériau polycristalin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport au plan atomique doit avoir lieu sous un angle particulier. Il faut en effet que les ondes réfléchies soient en phase de sorte à l'interférer de manière constructive pour ensuite être mesurée par le détecteur.



FigureIV.8 Diffraction Bruker D8 Advence.



FigureIV.9.Principe de diffraction par rayon X.

➤ **Configuration Bragg-Brentano :**

En diffraction X, la configuration Bragg-Brentano, appelée aussi $\theta/2\theta$ est la plus utilisée.

L'angle d'incidence θ séparant le faisceau incident de rayons X et la surface de l'échantillon. Est égale à l'angle de mesure entre le détecteur et la surface de l'échantillon. Cela signifie que les plans qui sont dans la situation de réflexion de Bragg sont toujours parallèles à la surface.

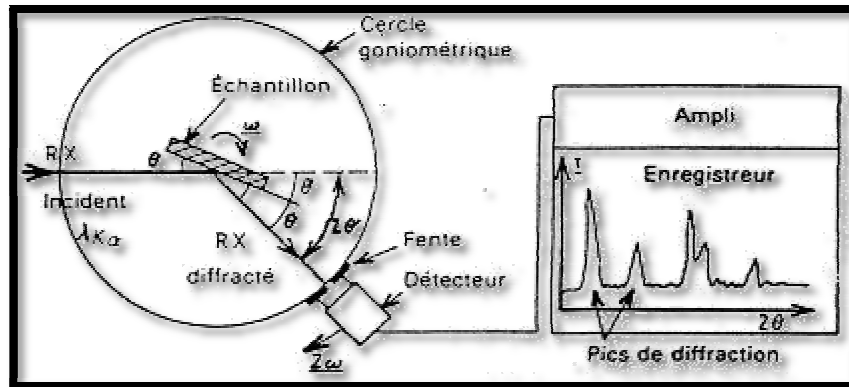
L'échantillon tourne autour de l'axe du goniomètre à une vitesse $w = d\theta/dt$ constante.

Le détecteur placé sur le même cercle que la source X se déplace avec une vitesse double.

CHAPITRE 4

Avec cette géométrie, la technique de diffraction X est de moins sensible quand l'épaisseur des couches minces devient de plus en plus faible.

Le diffractomètre utilisé pour cette étude était un Bruker D8 advance, Il utilise le montage de BRARG-BRENTANO avec une configuration θ - 2θ (thêta deux thêta).



FigureIV.10. Configuration Bragg-Brentano (θ - 2θ).

IV.3.3. Microscopie électronique :

Le principe général consiste à envoyer un faisceau d'électrons qui interagit avec l'échantillon. En réponse, l'échantillon examiné renvoie plusieurs rayonnements spécifiques qui sont détectés et analysés selon la technique choisie. Il est ainsi possible d'obtenir des renseignements de diverses natures.

En Microscopie électronique à Balayage (MEB) on travaille en vide ordinaire de l'ordre $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. Le dépôt d'un film conducteur d'or ou de carbone est parfois nécessaire si l'on veut observer des échantillons isolants.

Un faisceau d'électrons est produit au sommet de l'appareil à l'aide d'un canon à électrons. Ce canon est placé dans une colonne maintenue sous le vide et les électrons sont obtenus en chauffant un filament. Le faisceau d'électrons primaires ainsi formé suit un chemin vertical dans la colonne du microscope. Ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à des lentilles électromagnétiques et des bobines défectrices. Lorsque le faisceau entre en interaction avec l'échantillon, les électrons secondaires sont recueillis par les détecteurs placés à cet effet et le signal obtenu est ensuite analysé et transformé en signal visuel. Dans tous les cas, le grandissement va de 10 à 100 au maximum.

CHAPITRE 4

La microscopie électronique à Balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la morphologie et les microstructures des couches (en coupe transverse) et pour mesurer leur épaisseur. Ces observations apportent également des compléments d'information sur la mode de croissance des couches et les précipités qui peuvent se former.

Nous avons effectué des observations de MEB sur un microscope JEOL JSM-6360LV

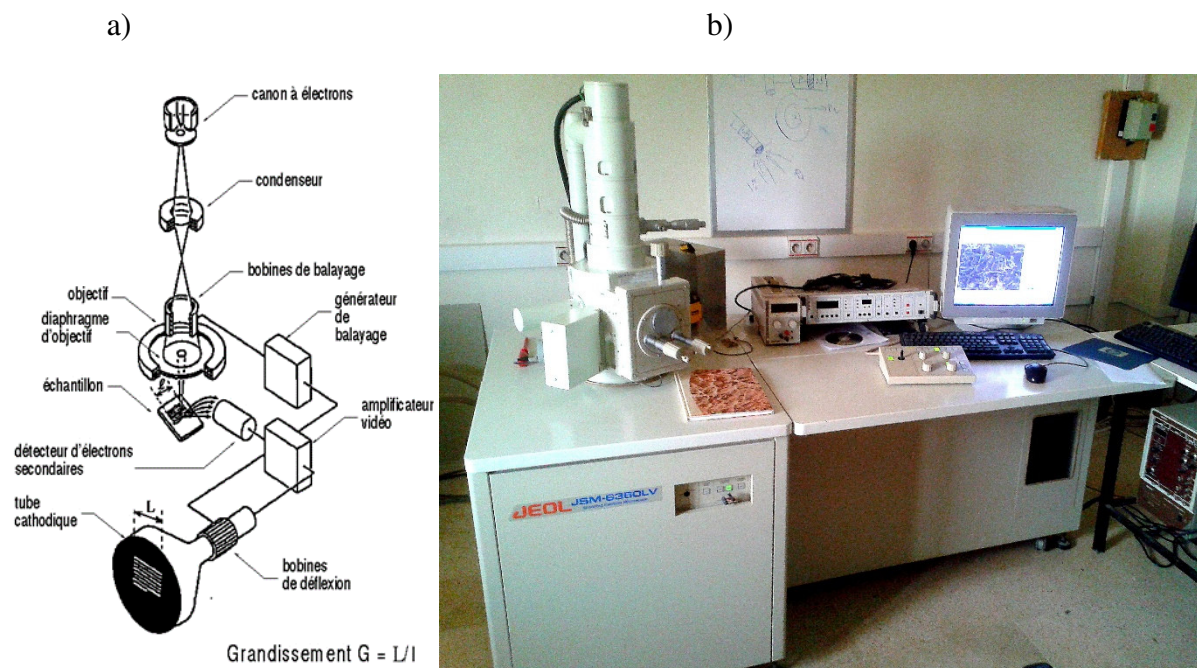


Figure IV.11. a) Principe du MEB – b) JOEL JSM _ 6360LV

IV.3.4. Métalliseur MEB :

Pour que l'échantillon remette les électrons à l'intérieur de la chambre d'observation du microscope, celui-ci doit être recouvert d'une fine couche de métal. Cette étape est réalisée à l'aide d'un métalliseur qui va permettre la mise en place de cette fine pellicule d'or/palladium d'environ 2 à 3 nm d'épaisseur.

Ensuite l'échantillon est fixé sur un support spécifique au MEB (plot métallique) à l'aide d'une colle conductrice ou simplement d'un ruban adhésif double face, là l'échantillon ainsi préparé est prêt à être observé au microscope.



Figure IV.12. Sputter Coater 108auto

IV.4. Nano indentation :

IV.4.1. Introduction :

Les dépôts PVD sont appliqués souvent pour améliorer la résistance à l'usure et la tenue en service des composants mécaniques. Leur utilisation est donc tributaire de leur niveau de performance.

Lors de la mesure des caractéristiques mécaniques des dépôts, si la charge appliquée sur l'indenteur Nano indentation est trop importante, les valeurs obtenues sont biaisées par la déformation du substrat. Pour limiter ce phénomène, l'enfoncement maximal de l'indenteur doit être petit par rapport à l'épaisseur du dépôt.

La technique d'indentation instrumentée inventée au cours des années 1980 permet de pallier cette limitation en appliquant des charges de l'ordre de dizaine de micro newtons (μN) pour des profondeurs comprises entre quelques dizaines de nanomètres (nm) et quelques micromètres (μm). La nano indentation offre une large gamme d'applications pour la caractérisation mécanique des matériaux : dureté, module de Young, fluage, adhérence, etc.

La dureté et le module de Young sont les propriétés les plus étudiées



FigureIV.13.Instrument de la nano indentationCSM.

IV.4.2.Principes :

Tout en gardant le principe traditionnel d'indentation, l'essai de nano indentation consiste, à enfoncer sur la surface d'un échantillon, une pointe (généralement en diamant) supposée indéformable et qui peut avoir différentes formes géométriques.

Le principe d'un nano-indenteur est présenté sur la figure, L'échantillon est placé sous la colonne de l'indenteur. La colonne est maintenue par les ressorts. Elle est mise en mouvement par la bobine magnétique qui détermine la charge. Le déplacement de la colonne de l'indenteur est mesuré à l'aide des capteurs de déplacement capacitifs.

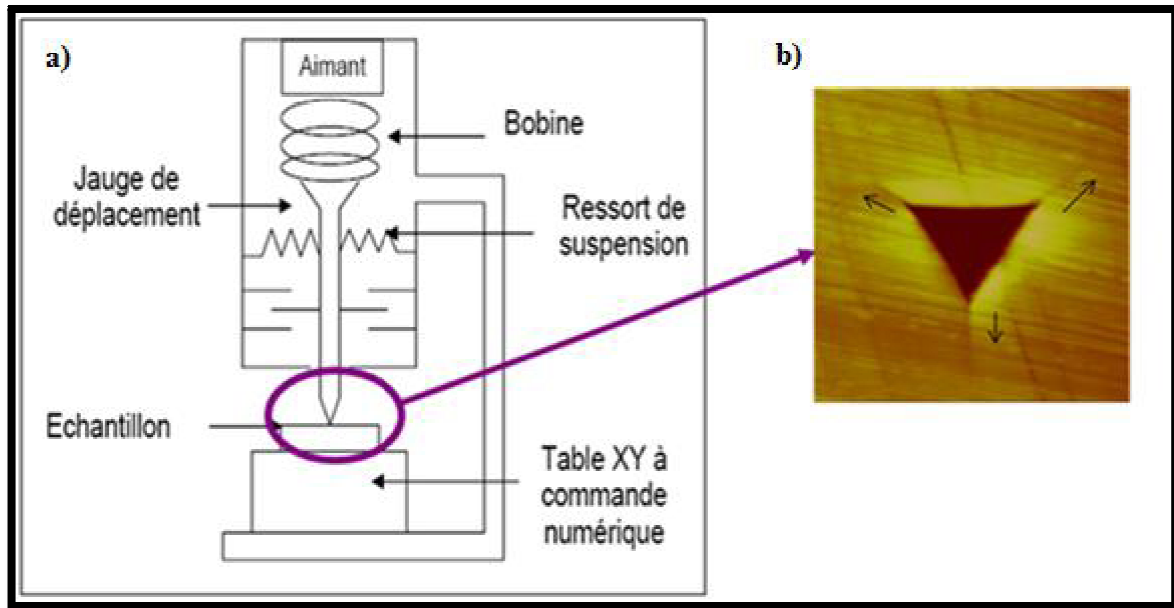


Figure IV.14. Schéma du système de nano indentation, b) empreinte d'indenteur Berkovich.

IV.4.3. Indenteur de Berkovich :

Les géométries d'indenteur les plus répandues dans les essais de nano indentation sont la pointe de type de berkovich et de type Vickers. Cependant, la pointe Berkovich présente un avantage du a la possibilité d'avoir un rayon de courbure très petit du fait de l'existence de seulement trois arêtes et la géométrie pyramidale aux trois faces limite les défauts de pointe en comparaison avec la géométrie Vickers a quatre faces .

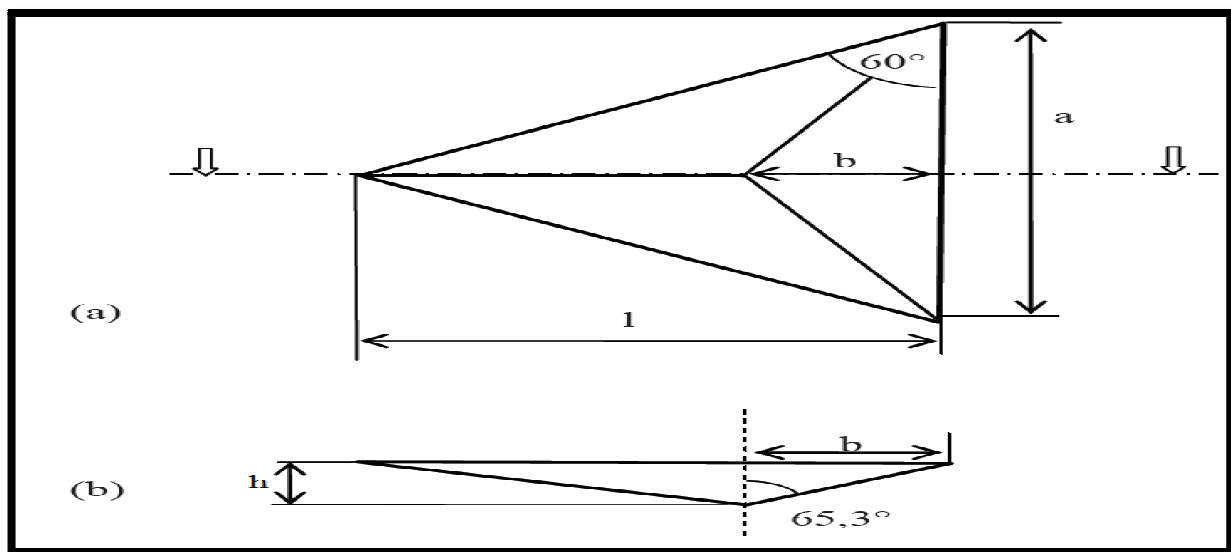


Figure IV.15. Géométrie de l'indenteur Berkovich, (a) Vue de dessus, (b) vue en coupe.

IV.4.4.Courbes de charge décharge :

La courbe obtenue lors d'un essai de nano-indentation se présente sous la forme charge décharge, pour un identeur de Berkovich l'aire d'indentation est donné par la formule :

Equation $A=24,5 h^2 c \dots(1)$

La Nano – dureté, exprimée en méga pascals, est donnée par :

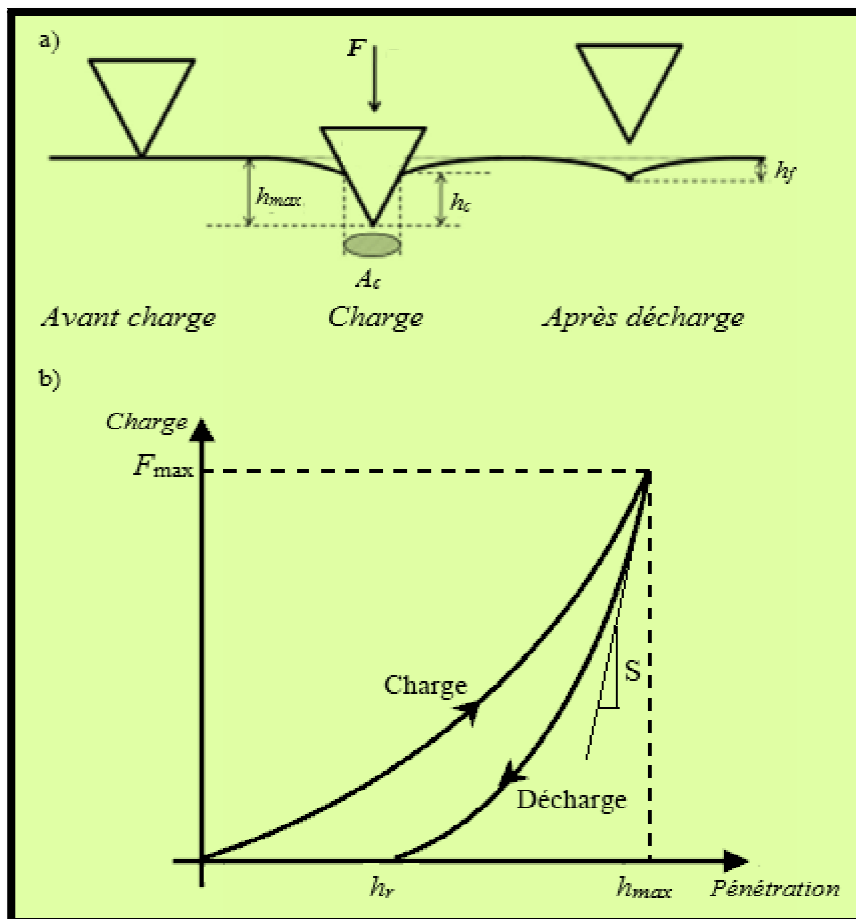
Equation $H=P_{max}/A \dots\dots(2)$

Il est possible d'en déduire le module d'élasticité équivalent E_{it} :

Equation $E_{it} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \times \frac{P}{\sqrt{A P}} \dots (3)$

A_p : aire de contact projetée, est déterminée à partir de la profondeur de contact

P : la charge applique

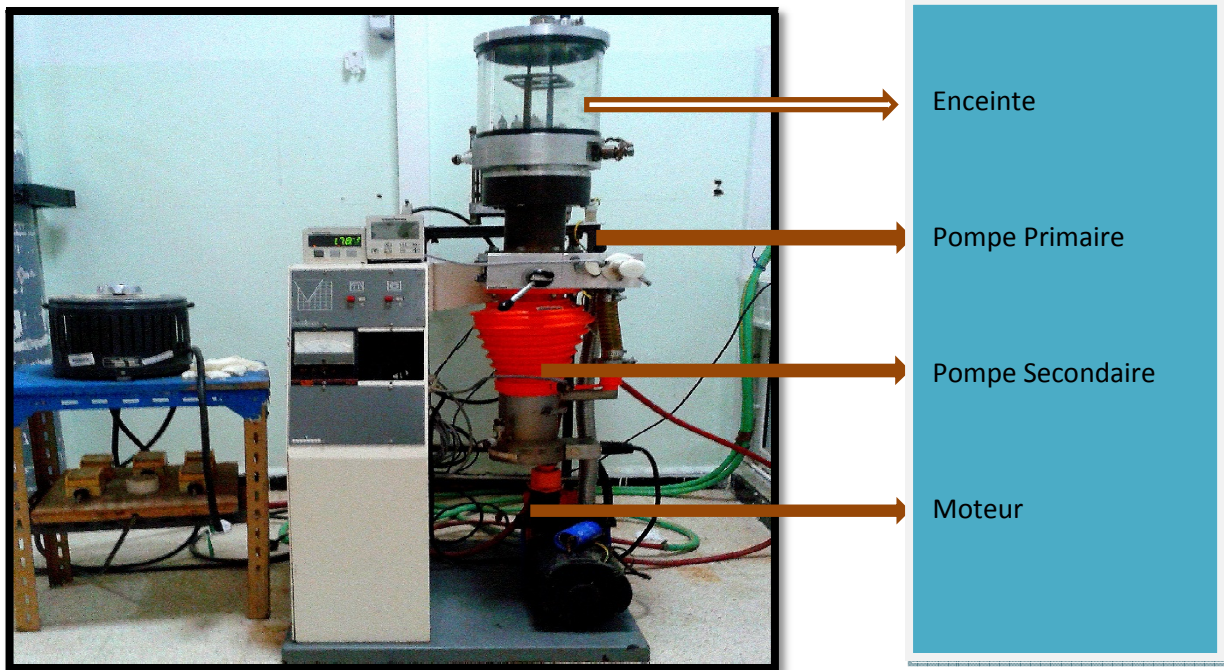


FigureIV.16.a) Représentation schématique de la section d'une indentation, b) Courbe d'indentation typique.

IV.4.5. Dépôt d'Aluminium-silicium par la méthode (PVD) :

IV.4.5.1. Introduction :

Le but de cette manipulation est d'augmenter la vitesse de refroidissement d'alliage aluminium silicium qui est qui est déposer sur des substrats en (verre, silicium, acier), alors en a utiliser deux système de dépôt, montage à froid ou montage à chaud.



FigureIV.17. Système de dépôt de couches minces par évaporation thermique.

IV.4.5.2. Application :

- Couches minces fonctionnelles
- Durcissement de surface
- Couches anti-usure
- Couche anticorrosion
- Modification des surfaces

IV.4.5.3. Technique de Réalisation le dépôt :

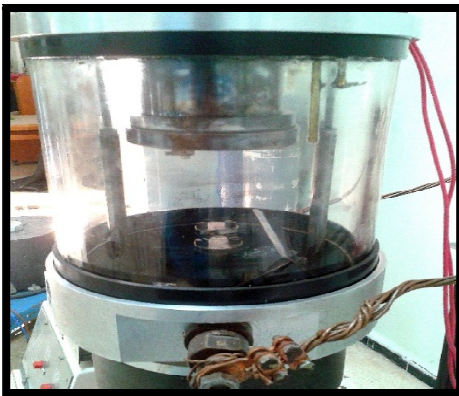
Après le nettoyage des échantillons, ces derniers sont fixés sur la surface du porte substrat en acier Inoxydable. Ce dernier repose sur une plaque chauffante dont la température peut arriver jusqu'à 500°C dans une chambre sous vide. La mesure de température du substrat n'est pas

Possible en cours du dépôt mais un étalonnage de la variation température en fonction de la puissance injectée nous permet de fixer les températures voulues. Le tableau ci-dessous représente les températures du substrat auxquelles nous avons effectué nos dépôts de couches minces d'Al-Si et les tensions respectives des températures.

Tension (V)	50	70	100
Température	170	290	360

FigureIV.18. Tableau Tension-Température.

1)



2)

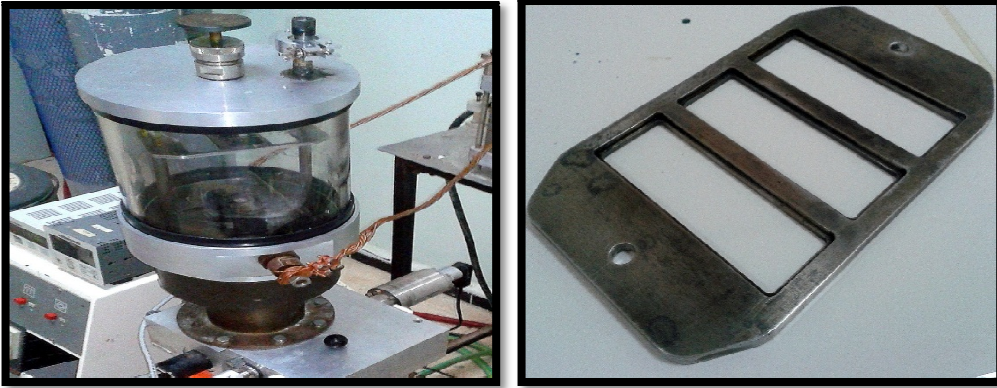


FigureIV.19 1) le montage à chaud ,2) la flasque alimenter

La durée du chauffage environ 1 heure pour que en puisse atteindre la température voulue. Nous avons choisis ces quatre températures pour pouvoir varier la vitesse de refroidissement des particules qui viennent de déposer sur la surface du substrat. A cet effet, plus la température du substrat est proche de l'ambiante plus la vitesse de refroidissement est importante. La de refroidissement est donc plus importante lorsque le substrat est à la température ambiante qui est supposée être égale à 25°C car les particules évaporées sont à une température ambiante et viennent de déposer sur une surface ayant une température plus basse. Le transfert de chaleur de fera alors avec une vitesse plus importante du faite du gradient de température qui existe entre les deux températures.

C)

D)



FigureIV.20. C) montage à froid,D) le porte substrat

L'alliage à évaporer est porté par un creuset en tungstène et tenu entre deux bornes pour être alimenté en courant.



FigureIV.21. Creuset en tungstène

L'alimentation en courant du creuset se fait par graduation de façon à avoir ces trois étapes pour éviter tous problèmes de non uniformités et d'inhomogénéités.

Comme le montre la figure IV.22 :

- 1) Chauffage de la cible $T=200\text{ c}^\circ$

CHAPITRE 4

- 2) fusion total de la cible $T=700\text{ c}^\circ$
- 3) l'évaporation de la cible $T=2700\text{ c}^\circ$



FigureIV.22 Alliage pas totalement évaporé.

Par une étude expérimentale on peut déduire la température d'évaporation par la formule suivante :

$$T_f(\text{Al-Si}) = \frac{(M_{\text{Si}} \cdot T_{\text{Si}}) + (M_{\text{Al}} \cdot T_{\text{Al}})}{M_{\text{Si}} + M_{\text{Al}}}$$

T_{Si} = température d'évaporation de silicium $T \approx 2700^\circ\text{C}$.

T_{Al} = température d'évaporation de l'aluminium $T \approx 2520^\circ\text{C}$.

M_{Si} : la masse de silicium dans l'alliage.

M_{Al} : la masse de l'aluminium dans l'alliage.

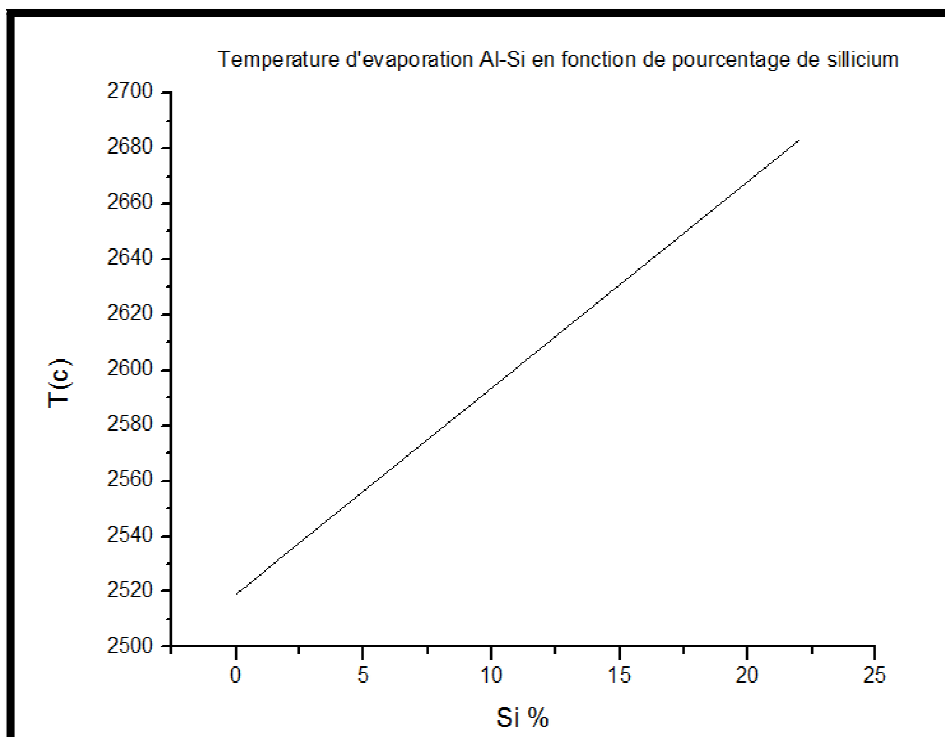


Figure IV.23 Courbe d'augmentation de la température d'évaporation en fonction de pourcentage de silicium.

IV.4.5.4. Le système de pompage :

Il est composé de deux pompes à vides : Une pompe primaire (pompe à palette) Leybold Hearsaus D40B (débit : $4\text{ m}^3/\text{h}$), avec laquelle nous atteignons une pression de 10^{-3} Torr. Une pompe secondaire d'huile (pompe à diffusion) Edwards 100 (débit : 200 l/S), qui permet d'atteindre une pression de l'ordre de 10^{-6} Torr. Cette partie assure deux fonctions, d'une part le pré-vidage de l'enceinte et son maintien sous un vide inférieur à 10^{-5} Torr.

La pression est mesurée par une jauge Alcatel type Pirani pour le vide primaire et pour le secondaire par un jauge Alcatel, de type Penning.

$$1 \text{ Torr} = 1,33 \text{ mbar}$$

La masse utile au cours du dépôt est environnant 80 mg, mais lorsque elle atteint la température de 290°C on voit que le dépôt ne s'adhère pas bien avec les alliages (Al-Si 7% et Al-Si 10%) donc on va alléger la masse vers 55mg.

E)

F)

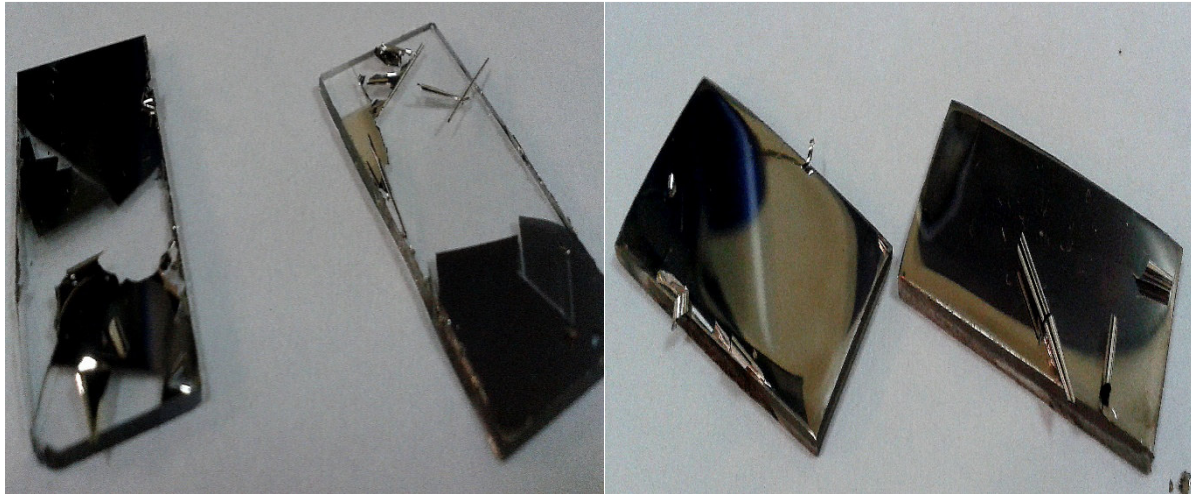


Figure IV.25 dépôt non adhérent sur les substrats dans les mêmes conditions E) verre F) acier.

T=360°C	T=290°C	T=170°C	T=25°C	T
M=54 mg $P_1=2 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2,3 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,3 \times 10^{-4}$ Mbar	M=55 mg $P_1=2,1 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,8 \times 10^{-4}$ mbar	M=79.3 mg $P_1=1,93 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2,2 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,6 \times 10^{-4}$ mbar	M= 80 mg $P_1=3,8 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1,95 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,4 \times 10^{-4}$ mbar	Al-Si 7%
M=58mg $P_1=2 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1,92 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=\times 10^{-4}$ mbar	M=58mg $P_1=2,4 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2,1 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,6 \times 10^{-4}$ mbar	M=81.8mg $P_1=1,85 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=3,90 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,7 \times 10^{-4}$ mbar	M=87.7mg $P_1=2,45 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2,10 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,7 \times 10^{-4}$ mbar	Al-Si 10%
M=72mg $P_1=2 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1,60 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,4 \times 10^{-4}$ mbar	M=73mg $P_1=2,8 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2,2 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,8 \times 10^{-4}$ mbar	M=86.3mg $P_1=3,5 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=3,2 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,4 \times 10^{-4}$ mbar	M=82mg $P_1=1,95 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1,96 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1,5 \times 10^{-4}$ mbar	Al-Si 13%

CHAPITRE 4

<p>M=80mg $P_1=1.93 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1.7 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1.5 \times 10^{-4}$ mbar</p>	<p>M=84.7mg $P_1=2.9 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2.7 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1.6 \times 10^{-4}$ mbar</p>	<p>M=85.3mg $P_1=3 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=2.95 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1.5 \times 10^{-4}$ mbar</p>	<p>M=80mg $P_1=2 \times 10^{-2}$ mbar $P_2=1.18 \times 10^{-5}$ mbar $P_3=1.2 \times 10^{-4}$ mbar</p>	<p>Al-Si 22%</p>
---	--	---	---	-------------------------

Tableau IV.24 paramètres utilisé pour chaque dépôt.

RESULTAT ET INTERPRETATIONS

IV.1. Observation de dépôt d'alliage aluminium silicium en couche mince par

Microscope optique :

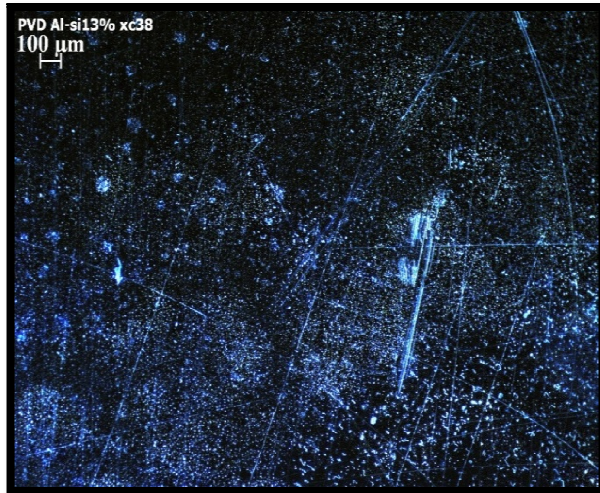


Figure IV.1 : Dépôt Al-Si 13 % sur le substrat en acier à $T=25^{\circ}\text{C}$.

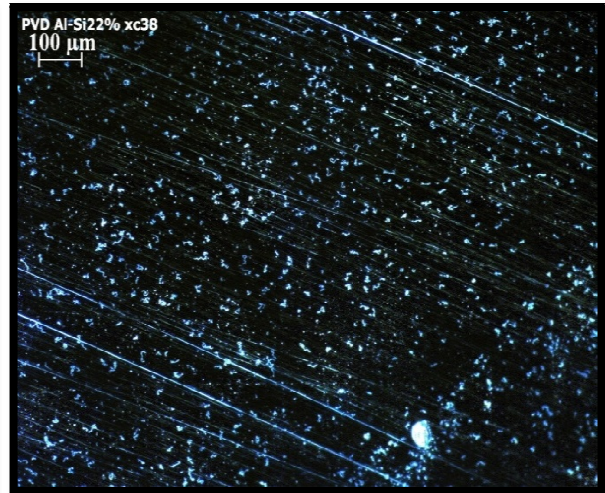


Figure IV.2 : Dépôt Al-Si 22 % sur le substrat en acier à $T=25^{\circ}\text{C}$.

Les figures **IV.1** et **IV.2** montrent un dépôt d'alliage Al-Si 13 % et d'Al-Si 22% sur un substrat en acier élaboré à température ambiante. Dans ce cas la vitesse de refroidissement des particules évaporées est importante. Sur la surface du substrat en acier apparaît une couche de cet alliage où les particules sont de tailles fine. Sur cette figure apparaît aussi des stries de polissage qui n'ont pas recouvert de dépôt. Pour éliminer l'apparition de ces stries l'épaisseur de la couche doit être plus importante que celle représentée par cette figure.

IV.2. Observation au microscope électronique à balayage :

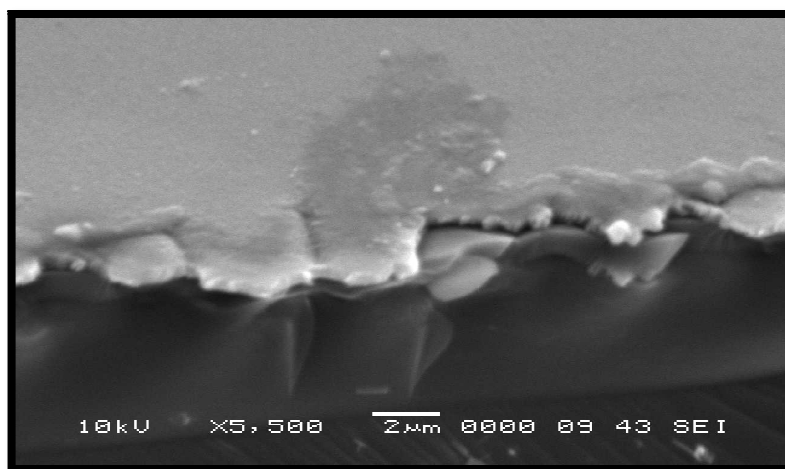


Figure IV.3 dépôt Al-Si 7% sur le substrat en verre à $T=360^{\circ}\text{C}$.

CHAPITRE 4

La figure IV.3 représente une image prise par microscope électronique à balayage (MEB). L'image qui représente l'épaisseur de la couche déposée sur un substrat en verre est prise suite à un clivage du substrat où l'on voit bien la couche de l'Al-Si et le substrat en verre. La couche de l'ordre de 1µm d'épaisseur apparaît de bonne adhésion sur le substrat en verre.

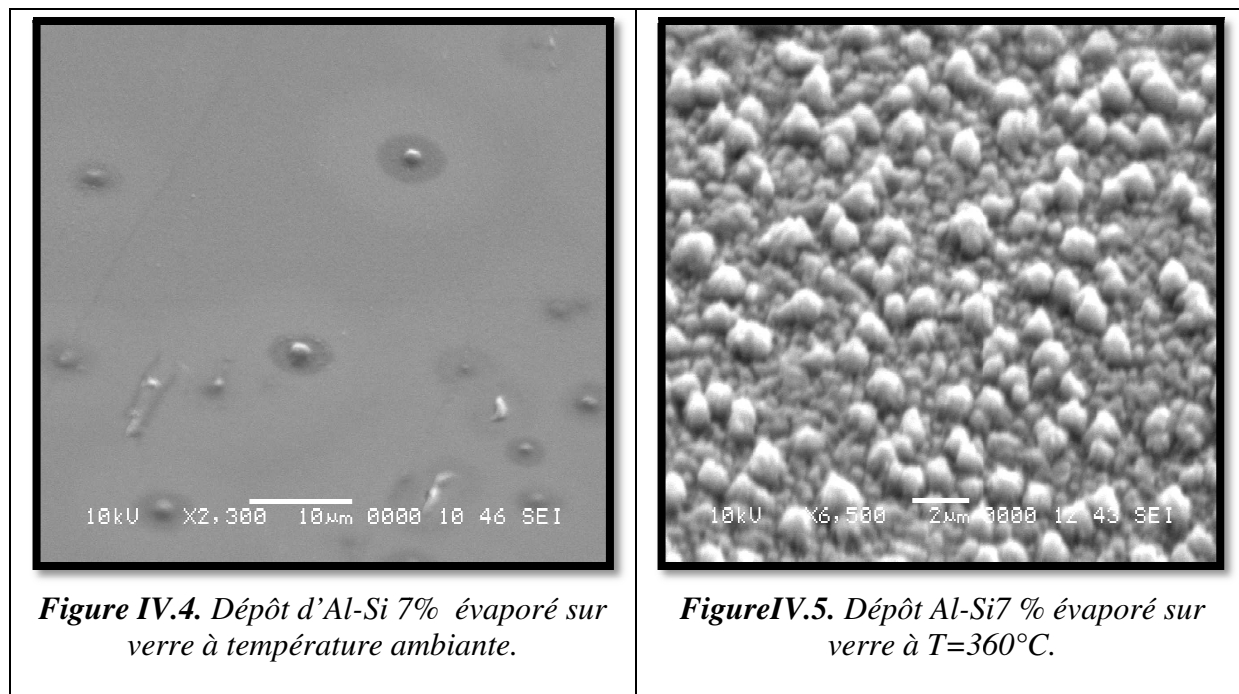


Figure IV.4. Dépôt d'Al-Si 7% évaporé sur verre à température ambiante.

Figure IV.5. Dépôt Al-Si 7 % évaporé sur verre à $T=360^{\circ}\text{C}$.

Les figures (IV.4) (IV.5), représentent un dépôt de couche mince d'Al-Si 7 % sur un substrat en verre déposé à deux températures ; T_{ambiante} et $T=360^{\circ}\text{C}$. Cette variation de température a pour rôle d'influer sur la vitesse de refroidissement des particules d'alliage qui se déposent sur la surface du substrat. En effet, lorsque la température est élevée les particules déposées auront plus de mobilité à la surface du substrat et la solidification est plus lente. Cela veut dire que les particules en fusion auront plus de temps pour se fusionner avec d'autres particules pour former un dépôt dont la morphologie est différente à celle où la température du substrat est à l'ambiante. C'est ce qu'on peut remarquer sur les deux figures IV.4 et IV.5. Sur la figure IV.4 le dépôt est formé de particules très fines et la rugosité du dépôt est beaucoup moins importante que celle d'un dépôt obtenu avec une température du substrat égale à 360°C . A cette température ambiante, les particules qui arrivent à la surface du substrat se refroidissent rapidement avec une mobilité très faible forment un dépôt d'alliage Al-Si 7% avec une structure fine où l'on ne peut pas faire la distinction entre les éléments d'alliage. Par contre sur la figure IV.5 les particules en surface sont supposées être des particules de silicium qui se refroidissent

Plus lentement que les particules d'Aluminium. Le dépôt Al-Si7% est donc formé d'une matrice d'Aluminium avec des particules de Si qui apparaissent en surface.

Le même effet de température est observé pour l'alliage Al-Si 22% comme le montrent les figures IV.6 et IV.7.

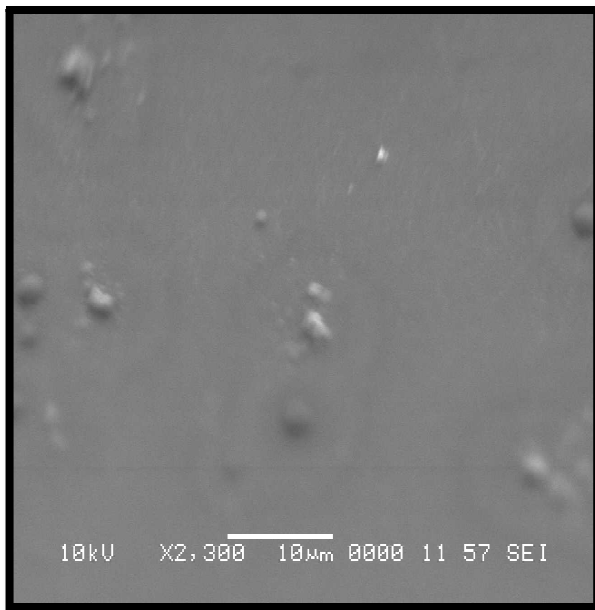


Figure IV.6 Dépôt Al-Si22 % sur verre à température ambiante

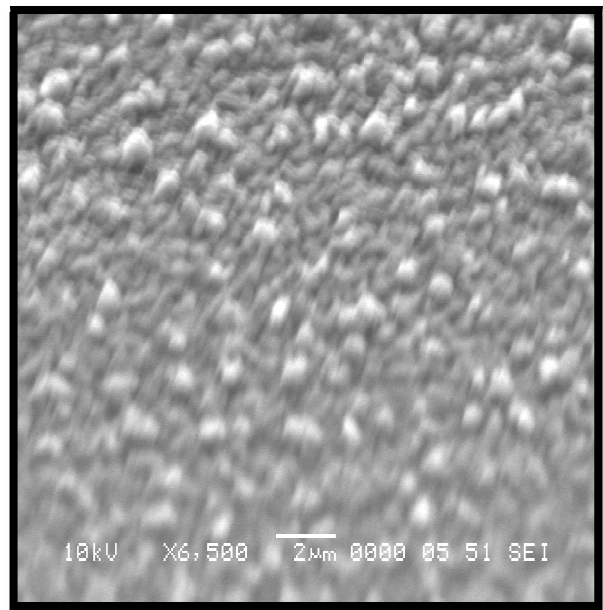


Figure IV.7 Dépôt Al-Si22 % sur verre à 360°C.

IV.3 Diffraction des rayons x sur les alliages Al-Si sous forme couche mince :

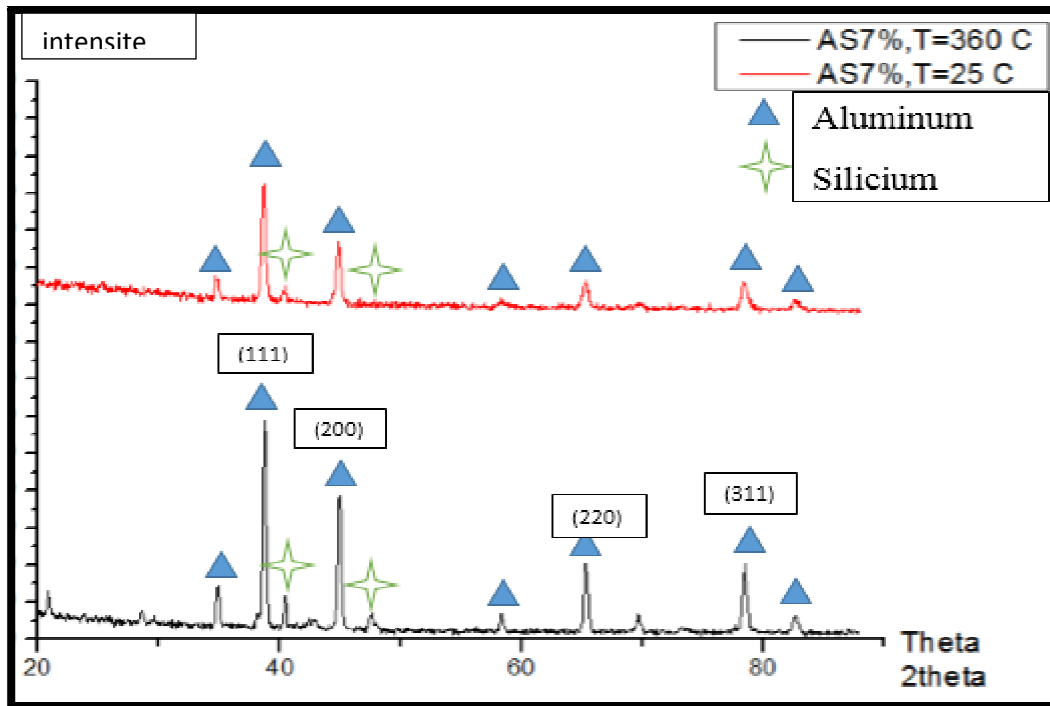
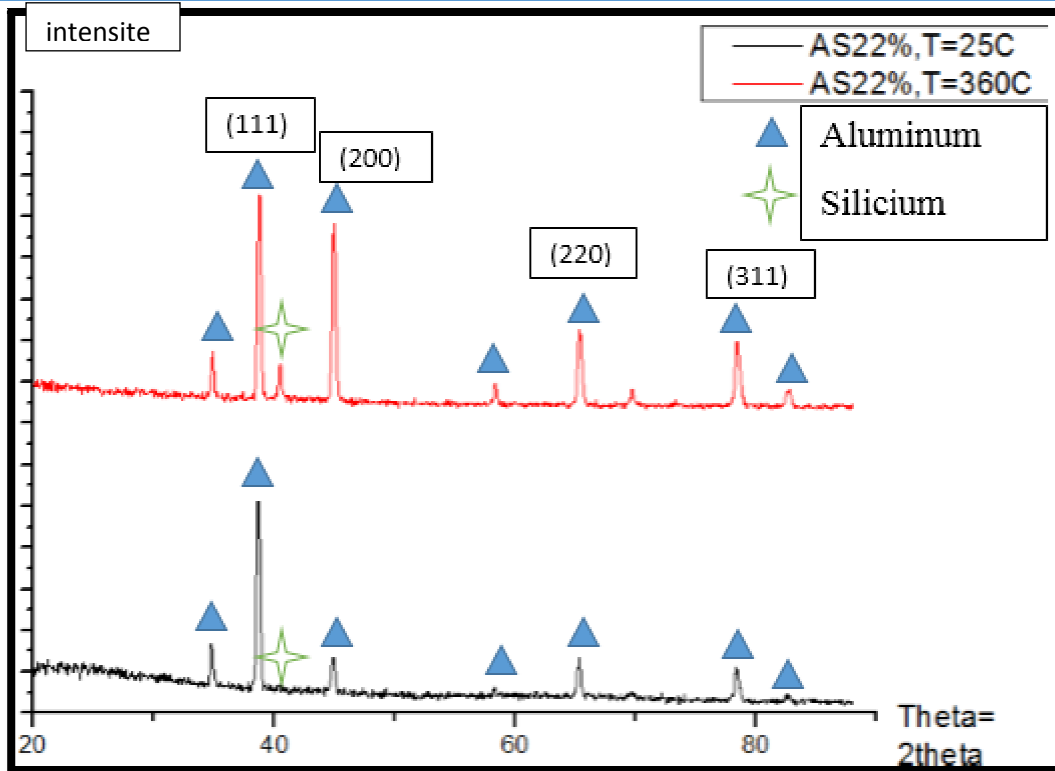


Figure IV.8. Spectre de diffraction des rayons x sur la couche mince Al-Si 7 %.

Sur la figure (IV.8) illustre une analyse par diffraction des Rayons X (DRX) des deux couches d'Al-Si 7% déposées à température ambiante et à une température égale à 360°C . Les spectres de diffraction des deux couches montrent que la structure est cristalline selon le plan (111) avec un angle de diffraction 2θ égale à 38.5° . On remarque aussi sur ces spectres l'apparition des pics de diffraction selon les plans (2.0.0), (220) et (3.1.1) aux angles respectives 2θ égales à 47.8° , 67.5° et 78° . On peut observer aussi que les pics de diffraction correspondant à l'Al et au Si sont moins intenses lorsque le dépôt s'effectue à température ambiante. Cela est probablement dû à la vitesse de refroidissement de l'alliage évaporé et à la taille des particules qui entrent dans la formation de l'alliage comme c'est illustré par les observations au MEB.



• **Figure IV.9** Spectre de diffraction des rayons X sur les couches minces d'Al-Si 22%.

Sur la figure **IV.9** illustre une analyse par diffraction des Rayons X (DRX) des deux couches d'Al-Si 22% déposées à température ambiante et à une température égale à 360°C. Les spectres de diffraction des deux couches montrent que la structure est cristalline selon le plan (111) avec un angle de diffraction 2θ égale à 38.5°. On remarque aussi sur ces spectres l'apparition des pics de diffraction selon les plans (2.0.0), (220) et (3.1.1) aux angles respectives 2θ égales à 47.8°, 67.5° et 78°. La même remarque peut être faite concernant les intensités des pics.

IV.4. Tests de Nano indentation :

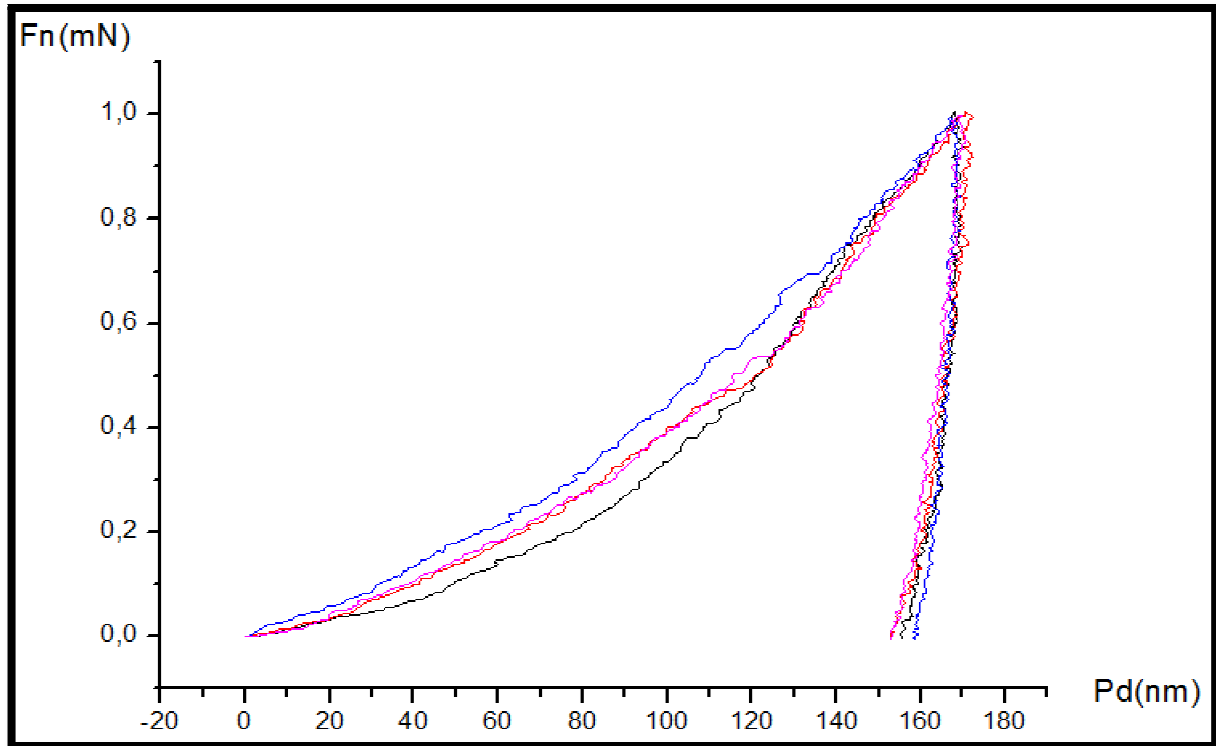


Figure.IV.10 Test nano indentation sur Al-Si 7%, T=360 C.

Nano indentation Al-Si7 % sur verre $T_{\text{substrat}}=360^{\circ}\text{C}$	
Module de Young	120
E_{moy} (GPa)	
Dureté Vickers H_{moy}	160
$(H_p/H_m)_{\text{moy}}$	0.91

Tableau IV.1 Nano indentation Al-Si7% sur $T_{\text{substrat verre}}=360\text{ C}$.

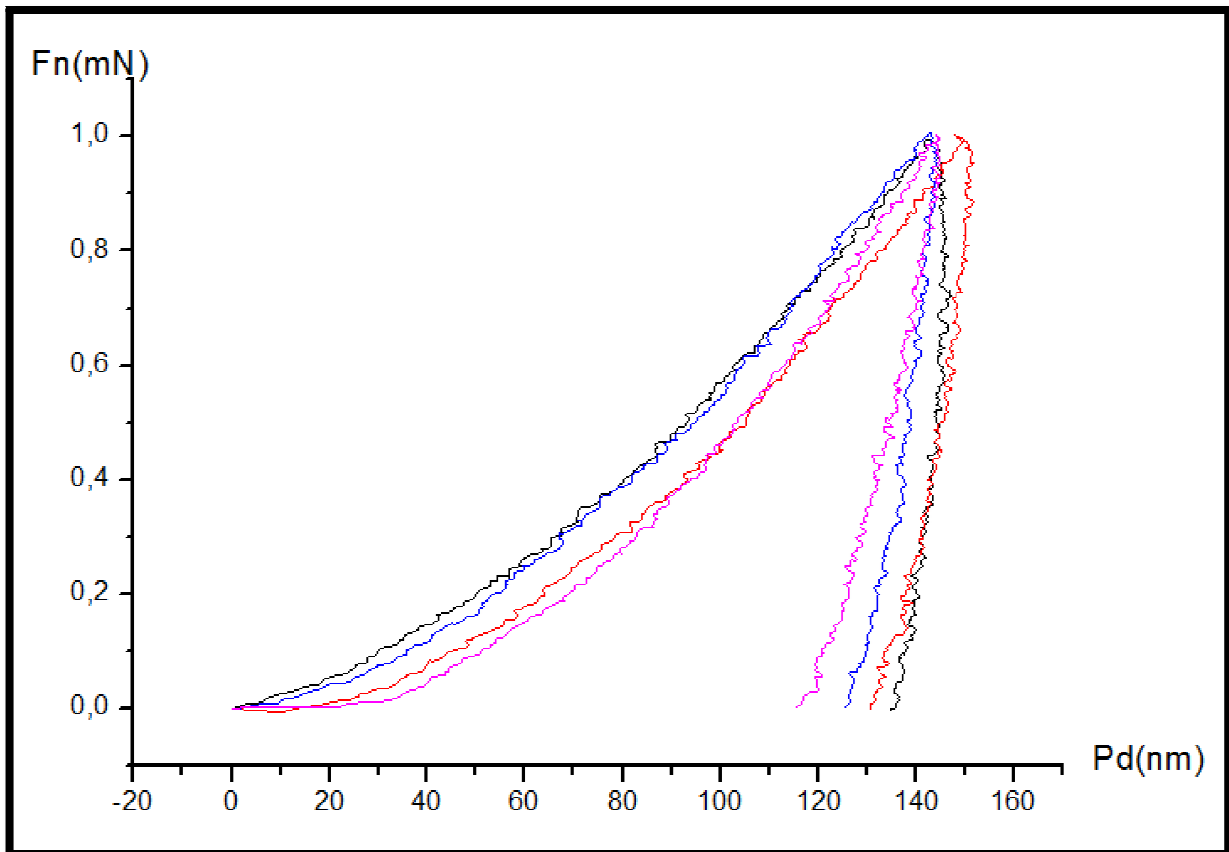


Figure.IV.11 Test nano indentation Al-Si 7%, T=25 C.

Nano indentation Al-Si 7% sur verre $T_{\text{substrat}}=25\text{ C}$	
Module de Young	104.79
E_{moy} (GPa)	
Dureté Vickers H_{moy}	224.72
$(H_p/H_m)_{\text{moy}}$	0.87

Tableau IV.2 Nano indentation Al-Si 7%, $T_{\text{substrat}}=25\text{ C}$.

Les figures IV.10 et IV.11 représentent les courbes Charge-Décharge issus de tests de nanoindentation. La première remarque qu'on peut tirer de ces courbes est que la couche déposée à température ambiante est plus dure (224.72 Vickers) que celle obtenue avec une température de 360°C (160 Vickers). Cela est dû certainement à l'effet de température qui influe sur la vitesse de refroidissement. La taille des grains de particules est fine lorsque la température est à l'ambiante et elle est plus importante lorsqu'elle est à 360°C. Alors c'est la

CHAPITRE 4

taille fine des particules qui a fait que la dureté est plus importante d'où l'effet Hall-Petch. De plus, lors de la décharge le matériau ne représente pas une élasticité importante par rapport à la taille de la zone plastique. La taille de la zone plastique de l'alliage élaboré à 360°C représente 91% de la taille de la déformation élasto-plastique alors qu'elle est de 87% dans le cas du même alliage déposée à température ambiante.

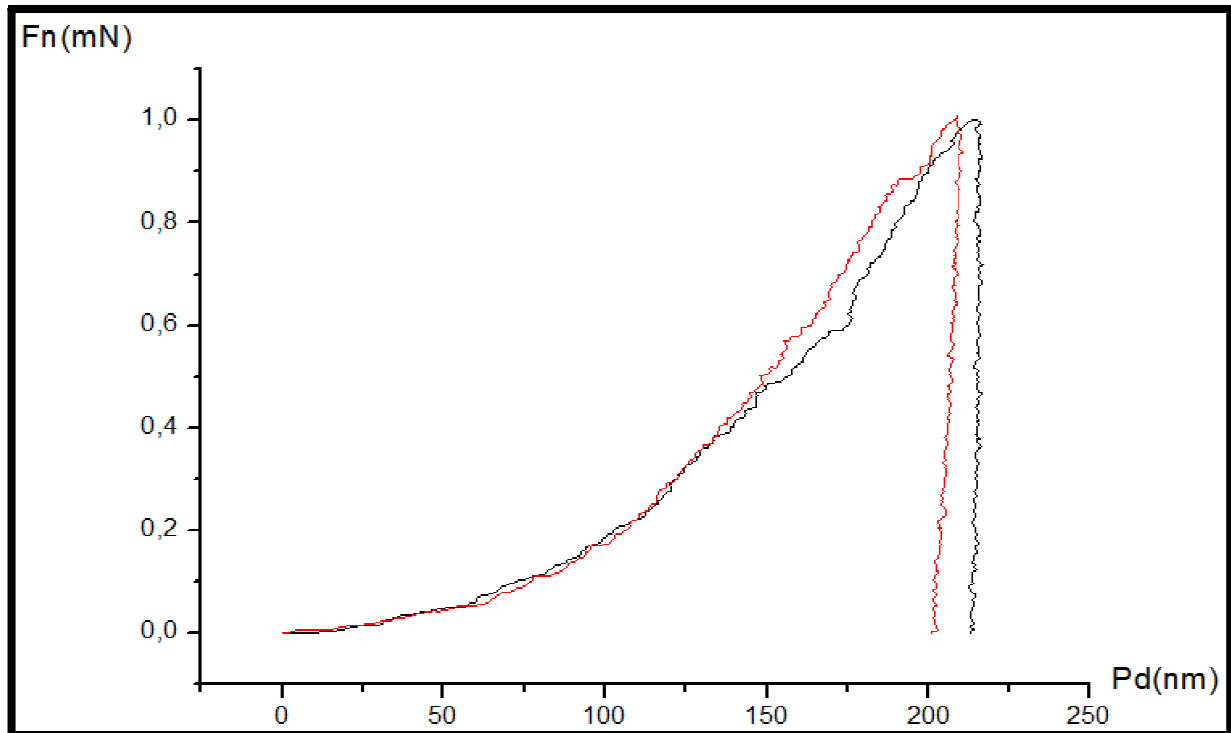


Figure.12 Test
Al-Si 13 %, $T=360$

nano indentation
C.

Nano indentation Al-Si 13% sur verre $T_{\text{substrat}}=360$ C	
Module de Young E_{moy} (GPa)	92.60
Dureté Vickers H_{moy}	548,28
$(H_p/H_m)_{\text{moy}}$	0.68

Tableau IV.3 Nano indentation Al-Si13 % sur $T_{\text{substrat verre}}=360$ C.

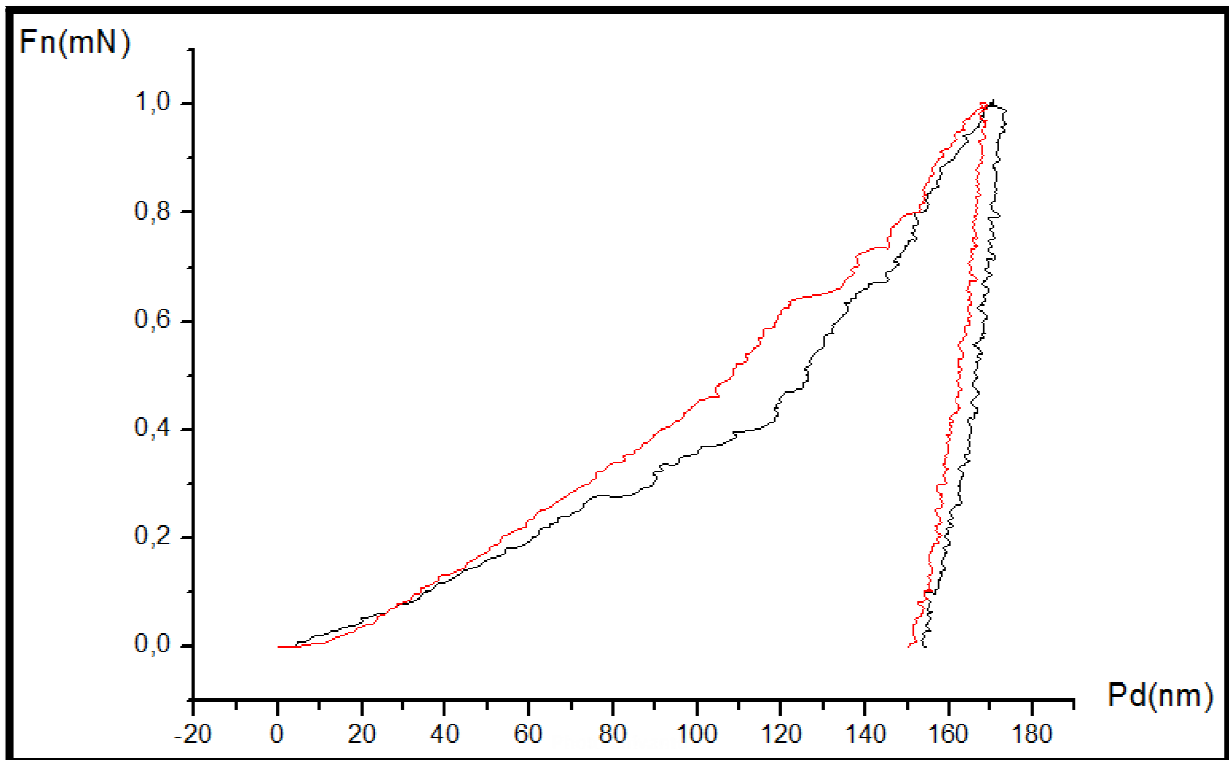


Figure.13 test nano indentation Al-Si 22% T=25 C.

Nano indentation Al-Si 22% sur verre $T_{\text{substrat}}= 25\text{C}$	
EiT (Module du Young) Gpa	93.76
H_v (la dureté Vickers) moy	161,905
Hp/Hm	0.89

Tableau IV.4 Nano indentation de Al-Si22 sur $T_{\text{substrat verre}}=25\text{ C}$.

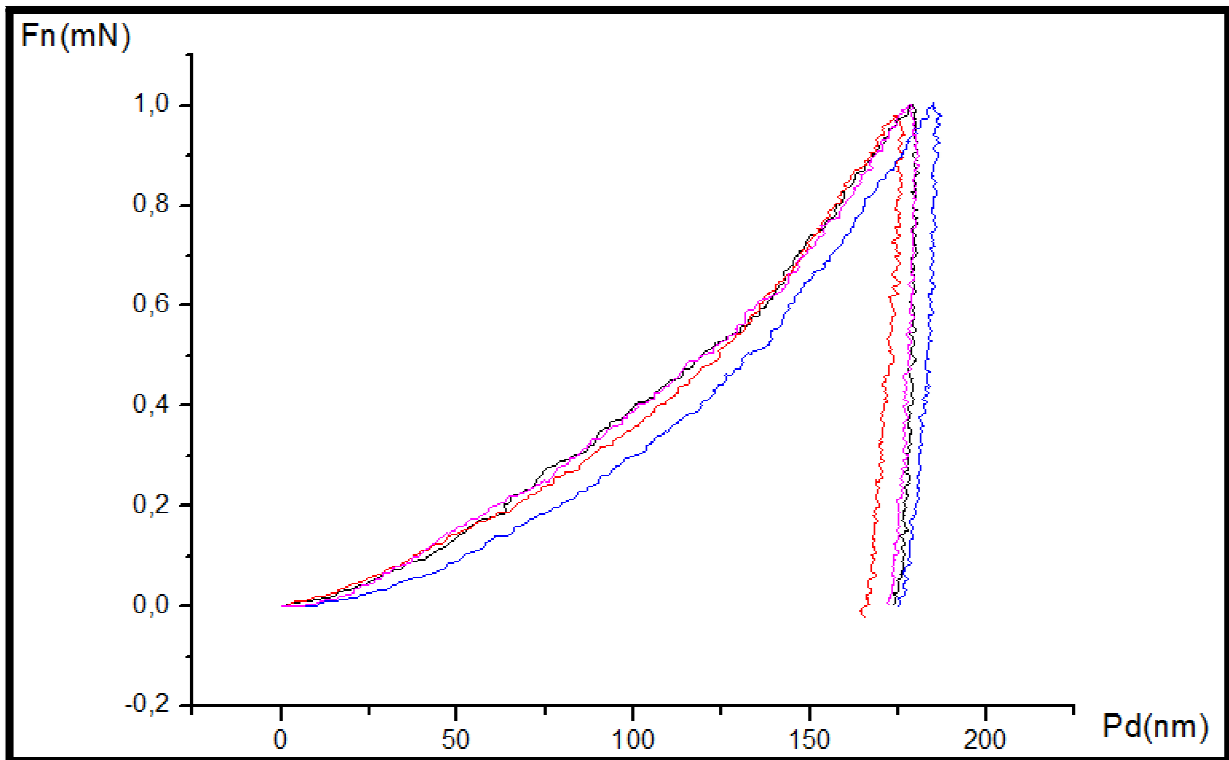


Figure.14 test Nano indentation Al-Si 22%, T=360 C.

Nano indentation Al-Si22 % sur verre $T_{\text{substrat}}=360$ C	
Module de Young	155.21
E_{moy} (GPa)	
Dureté Vickers H_{moy}	140
$(H_p/H_m)_{\text{moy}}$	0.95

Tableau IV.5 Nano indentation Al-Si22 % sur $T_{\text{substrat verre}}=360$ C.

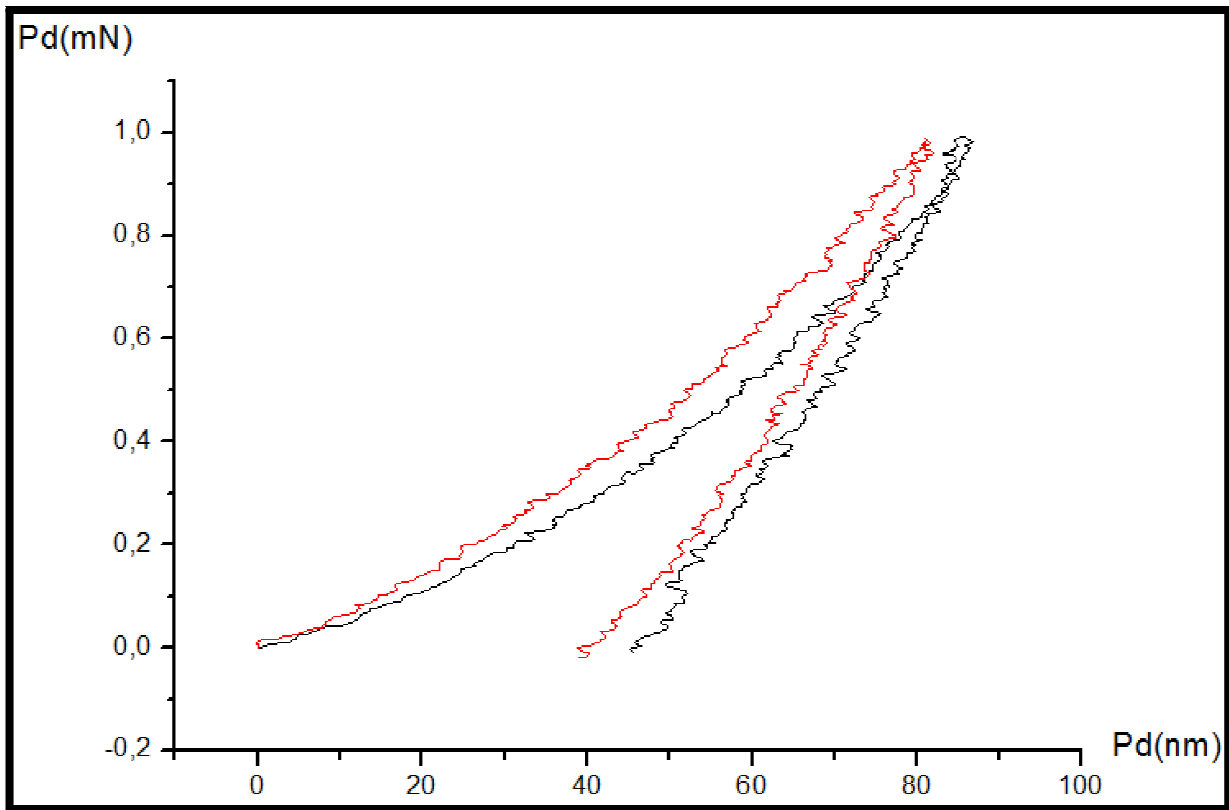


Figure.15 Test nano indentation sur le verre.

Nano indentation verre	
Module de Young	104.17
E_{moy} (GPa)	
Dureté Vickers H_{moy}	1259,175
$(H_p/H_m)_{\text{moy}}$	0.48

TableauIV.6 Nano indentation sur substrat en verre.

IV.5. Conclusion :

En conclusion de ce travail nous avons effectué des dépôts de couches minces par évaporation thermique de deux alliages avec deux températures différentes de substrat, l'une à l'ambiante et l'autre à 360°C. Les dépôts réalisés sur des substrats en verre, en silicium ou en acier étaient de bonne qualité en termes d'adhésion des couches. La structure fine est plus dure est obtenue à une température ambiante du porte substrat. Cela est dû à la vitesse de refroidissement du matériau en couche mince. En conséquence, on peut conclure que la température du substrat est un paramètre important qui influe sur la structure, la morphologie et les propriétés mécaniques des couches déposées.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] DIETER.LANDOLT, 12.CORROSION ET CHIMIE DE SURFACE DES METAUX, PRESSES POLYTECHNIQUES ET UNIVERSITAIRES ROMANDES.
- [2] HAFDALLAH.ABDELKADER, THESE DE MAGISTER EN PHYSIQUE, ETUDE DE DOPAGE DES COUCHES MINCES DE ZNO ELABOREES PAR SPRAY ULTRASAMIQUE, 2007.
- [3] LPCVD OXYDE FROM AND OXIGEN, JORNAL OF ELECTROCHEMICAL SOCIETY, VOL 136, N°5, 1989.
- [4] PROCEDES DE SOLIDIFICATION RAPIDE, INSTITUT DE CHIMIE EST DES MATERIAUX PARIS, EST-UMR7182.
- [5]CHRISTIAN.MANSTERSKI, ARTICLES LES REVETEMENT PVD/DLC UTILISENT DANS LE LUXE ET DANS LA DECORATION 2012.
- [6] GHAILEN.BEN GHORBAL, CARACTERISATION MECANIQUE EST ADHERANCE DE REVETEMENT PVD EN CARBURE DE TUNGSTENE UNIVERSITE DE TUNIS, 2012.
- [7] D.TABOR.CLARENDON, PRESS, OXFORD 1951.
- [8] PASCAL.AUBRY, ETUDE DE REVETEMENT DURS POUR LA TENUE A LA TRIBO-CORROSION, LABORATOIRE D'INGENIERIE DES SURFACES ET LASERS ,2012.
- [9] HUSSIEN.TERMESS, THESE DE DOCTORAT, PREPARATION DE REVETEMENT DE NITRURE DE BORE (BN) PAR VOIE POLYMERE PRECERAMIQUE, 2006.
- [10] MOURAD KHECHBA, THESE DE MAGISTER, CARACTIRISATION DE LA REACTION INTERFACIALE ENTRE COUCHE MINCE DE TUNGSTENE, UNIVERSITE DE CONSTANTINE, 2008.
- [11] DJELLABI.OUSSAMA, ETUDE DES ALLIAGES AL-SI-CU (7-17SI%,1-3CU%) SOLIDIFIER RAPIDEMENT, ETUDE MECANIQUE ET METALLOGRAPHIQUE, UNIVERSITE DE SAAD DAHLEB.2014.
- [12] E.SAOUDI, THESE MAGISTER, ETUDE ET MODILISATION DES PHENOMENE DE SOLIDIFICATION DES ALLIAGES AL-SI INDUSTRIELS (7-22%SI), ENP ALGER 1994.
- [13] MICAEL.DUPLEUX, AIDE MEMOIRE SCIENCE DES MATERIAUX, NOUVEAU TIRAGE CORRIGE, DUNOD, PARIS 2005.
- [14] JEAN SYLVESTRE.SAFRAUNY, ANODISATION DE L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES PECHINEY CENTRE DE RECHERCHES DE VOREPPE, 2009.
- [15] CHAKRONE.ABDDERAHMENE, THESE DE DOCTORAT ETUDE METALLOGRAPHIQUE ET CINETIQUE DE LA FORMATION DE LA OUCHE D'ALLIAGE LORS DES REVETEMENT D'ACIER PAR ALUMINIUM ET ALUMINIUM SILICIUM, UNIVERSITE DE METZ, 2004.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [16] CHRISTOPHE CIBERT, THESE DE DOCTORAT, FILM MINCE D'OXYDE ET DE NITRURE D'ALUMINIUM, UNIVERSITE DE LINOES, 2007.
- [17] MATHIEU.FREGNAUX, THESE DOCTORAT, ELABORATION ET CARACTERISATION DE MONOCRISTAUX DE SULFURE DE CADMIUM DEPOSE EN COUCHE MINCE MONOSTRUCTUREE, 2012.
- [18] MICHAELS.F.ASHLEY.DAVID RH.JONES, ENGINEERING MATERIALS 1, SECOND EDITION, 1996.
- [19] HERVE.HIDALGO, THESE DOCTORAT, DEPOSE CHIMIQUE EN PHASE VAPEUR DE COUCHE MINCES D'ALUMINIUM DANS UNE POSTE DECHARGE MICRO-ONDE, UNIVERSITE DE LINOES, 2003.
- [20] MM.BRONIEWSKI ET SMAILOWSKI, REVUE DE METALLURGIE SUR LES ALLIAGES ALUMINIUM SILICIUM.
- [21] ZAKARIA.TEGGUICHE, THESE MASTER, TRAITEMENT DUPLEX SUR ACIER FAIBLEMENT ALLIE, UNIVERSITE SAAD DAHLEB, 2015.
- [22] MELLAHI.RACHID NADJARI HAMID, THESE DE DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT EN GENIE MECANIQUE, COULEE D'UNE PIECE AVEC NOYAU, UNIVERSITE SAAD DAHLEB, 2000.
- [22] Matériaux métalliques, édition OPU 1992.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE