

Série n°11 – 8 mai 2025

Fatigue – Thermique - Diffusion

Exercice 1 :

Répondez par vrai ou faux aux questions suivantes :

	Vrai	Faux
a. <i>Dans la fatigue oligocyclique, le faible nombre de cycles pour atteindre la rupture du matériau est dû au fait que la contrainte variable dépasse sa limite élastique.</i>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

b. <i>Lorsque la contrainte d'un test de fatigue d'un métal est dans la phase de compression, elle a tendance à refermer la microfissure sans la faire avancer.</i>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
---	--------------------------	-------------------------------------

Si la phase de compression de la contrainte variable a effectivement tendance à refermer la microfissure, elle a également tendance à faire avancer légèrement pour la raison suivante. La région du métal en avant de la fissure ayant subi une déformation plastique, sa limite élastique est augmentée, rendant cette zone moins déformable que le reste du matériau. (Voir slide 13 du cours)

c. <i>La fatigue d'origine thermique peut avoir lieu dans un seul matériau homogène, si la température est inhomogène et varie au cours du temps.</i>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
---	-------------------------------------	--------------------------

En présence d'un gradient thermique, les zones les plus chaudes sont en expansion alors que les plus froides sont en contraction. Le champ de contrainte ainsi créé, variable dans le temps, peut conduire à de la fatigue thermique, voire à la rupture du matériau.

d. <i>La distance caractéristique de la diffusion thermique dans un matériau solide est proportionnelle à la racine carrée du temps de diffusion multiplié par la diffusivité thermique.</i>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
--	-------------------------------------	--------------------------

e. <i>Le flux thermique lié à la diffusion de la chaleur dans un matériau a le même sens que le gradient thermique.</i>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
---	--------------------------	-------------------------------------

C'est faux : le deuxième principe de la thermodynamique implique que le flux de chaleur va des zones les plus chaudes aux zones les plus froides, donc est opposé au gradient thermique, i.e. $\vec{J}_T = -k\vec{\nabla}T$

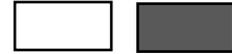
f. <i>De manière inverse aux métaux qui sont de bons conducteurs de l'électricité et de la chaleur, le diamant est un isolant électrique et un mauvais conducteur de la chaleur.</i>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
--	--------------------------	-------------------------------------

C'est faux : Le diamant est un isolant électrique, mais c'est un excellent conducteur de la chaleur via les vibrations du réseau (phonons). Sa conductivité thermique, 2000 W/m/K, est même 5 fois plus élevée que celle du cuivre pur. (Voir slide 30 du cours)

g. <i>La diffusion d'éléments chimiques dans un matériau est due à des sauts aléatoires des atomes.</i>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
---	-------------------------------------	--------------------------

C'est exact : la distance de diffusion \sqrt{Dt} correspond à la zone explorée par un atome sur un temps t , reflétant l'écart-type des sauts effectués depuis la position initiale.

h. Les atomes situés dans des sites intersticiels d'un réseau cristallin diffusent plus lentement que des atomes substitutionnels.



C'est l'inverse : pour qu'un atome substitutionnel puisse faire un saut, il faut avoir une lacune à proximité alors que ce n'est pas nécessaire pour des atomes en position intersticielle. La densité de lacunes étant faible, même si elle augmente avec la température, rend la diffusion des atomes substitutionnels plus lente.

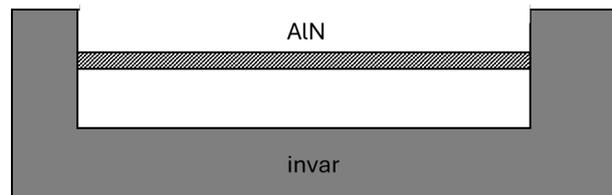
i. Puisque les atomes en substitution dans un réseau cristallin ont besoin de lacunes voisines pour diffuser, les lacunes diffusent elles aussi.



C'est exact. Cependant, si l'élément de soluté et l'élément de solvant ont la même probabilité de saut (mobilité), la diffusion nette de lacune ne sera pas perçue par l'observateur. Toutefois, lorsque soluté et solvant n'ont pas la même probabilité de sauter dans le site vacant (la lacune), la diffusion des espèces chimiques s'accompagne d'une diffusion nette de lacunes. Cet effet, connu sous le nom de son découvreur (Kirkendall), peut par exemple amener à l'aggrégation de lacunes sous forme de porosités.

Exercice 2 : Fatigue thermique

Afin de tester le comportement à la fatigue thermique d'une céramique AlN destinée à l'aérospatiale, on fixe une tige de cette céramique à l'intérieur d'une pièce en invar en forme de « U ». Le coefficient d'expansion thermique de l'invar est nul alors que celui de la céramique vaut : $\alpha_{AlN} = 5 \times 10^{-6} K^{-1}$. Le module élastique de AlN vaut $E_{AlN} = 300 GPa$.



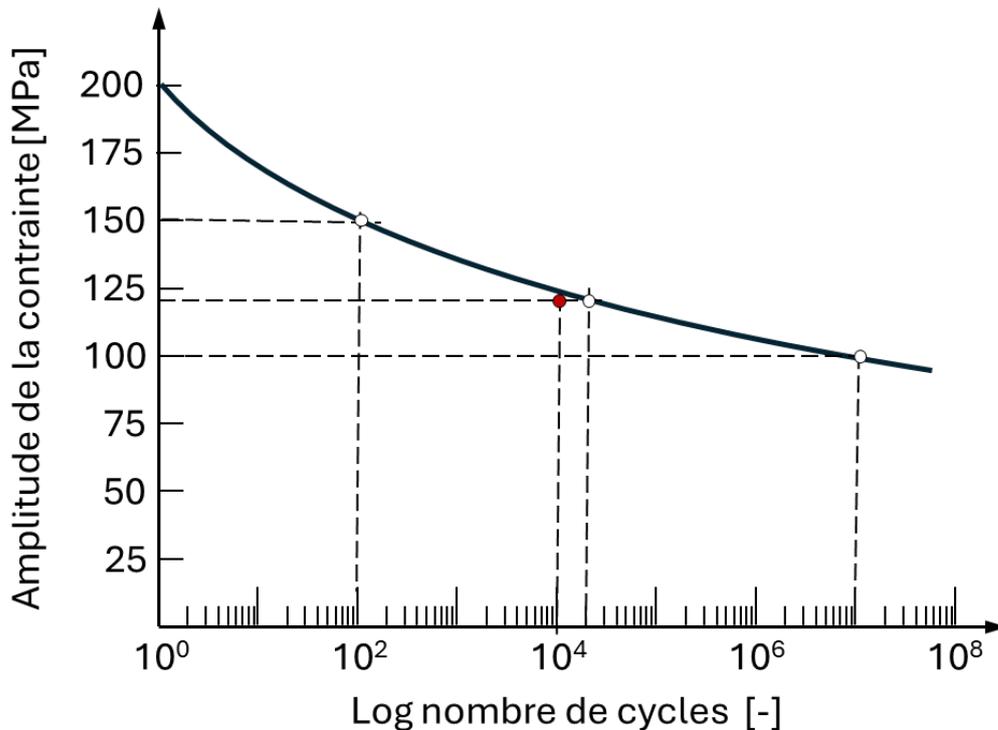
Le tout subit alors 10'000 cycles thermiques $\pm 80^\circ C$. Puis, pour tester encore plus sévèrement la céramique, on décide de faire des cycles $\pm 100^\circ C$. La courbe de fatigue de cette céramique est donnée ci-dessous. Les dimensions du « U » en invar sont telles que l'on négligera sa déformation devant celle de AlN.

a. Quelles sont les variations de contraintes dans la céramique lors des deux cycles de températures ?

L'invar étant supposé ne pas changer de dimension au cours du cycle thermique, la déformation totale du petit barreau d'AlN est nulle au cours du cycle :

$$\varepsilon_{zz} = 0 = \varepsilon_{zz}^{th} + \varepsilon_{zz}^{el} = \alpha \Delta T + \varepsilon_{zz}^{el} = \alpha \Delta T + \frac{\sigma_{zz}^{el}}{E} \Rightarrow \sigma_{zz}^{el} = -E \alpha \Delta T$$

Le coefficient $E\alpha = 1.5 \times 10^6 \text{ PaK}^{-1}$. Lorsque $\Delta T = -80 \text{ K}$, la contrainte de traction vaut donc $+120 \text{ MPa}$, alors que pour $\Delta T = +80 \text{ K}$, la contrainte compressive vaut -120 MPa . Avec des cycles de $\pm 100^\circ\text{C}$, la contrainte vaut $\mp 150 \text{ MPa}$.



b. Comment déduisez-vous de cette courbe la contrainte maximum à la rupture de cette céramique fragile ? Et la résistance à la fatigue (endurance) ?

La rupture lors d'un seul cycle, soit 200 MPa (voir figure), correspond à la contrainte maximum de traction que AlN peut soutenir. La résistance à la fatigue est l'amplitude de la contrainte $\pm\sigma$ variable amenant à une rupture après 10^7 cycles. Elle vaut 100 MPa.

c. Représentez dans ce diagramme le premier cycle de température.

Le premier cycle correspond à une contrainte variable $\sigma = \pm 120 \text{ MPa}$ exercée sur 10^4 cycles. C'est le point rouge sur la figure.

d. Après avoir subi le premier cycle, combien de cycles le matériau pourra-t-il tenir avant de rompre lors du deuxième cycle ?

Le nombre de cycles $\pm 120 \text{ MPa}$ dans le premier cycle de température conduirait à la fissure du matériau après 2×10^4 cycles (voir figure). On a donc « fatigué » le matériau à 50% avec 10'000 cycles. Or, en faisant un cycle $\pm 100^\circ\text{C}$, cela équivaut à un cycle de contraintes $\pm 150 \text{ MPa}$. Un matériau « neuf » romprait après seulement 100 cycles d'après le graphique. Le matériau ayant déjà subi 50% d'endommagement par le premier cycle de température, il suffira de 50 cycles à $\pm 100^\circ\text{C}$ pour conduire à sa rupture selon la loi de Miner.

e. Que se serait-il passé si le « U » en invar était remplacé par : (i) un alliage de tungstène dont le coefficient de dilatation thermique est le même que AlN ; (ii) un acier dont le coefficient de dilatation thermique vaut $\alpha_{\text{acier}} = 10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

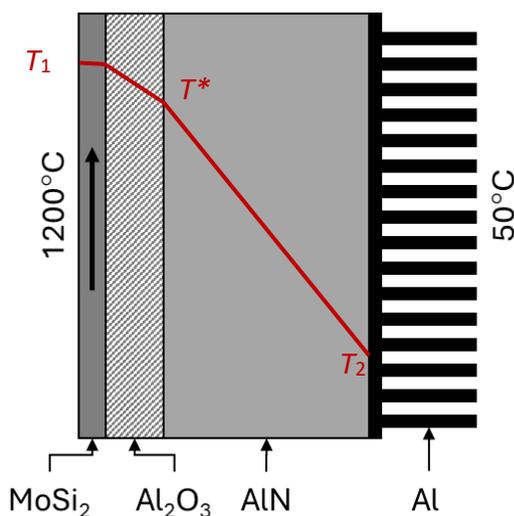
Dans le premier cas, le « U » en tungstène se dilate et se contracte comme le barreau d'AlN. Subissant la même déformation thermique, il n'y a pas de déformation élastique pour les deux.

Dans le deuxième cas, l'acier se dilate et se contracte plus que l'AlN. Comme le « U » en acier impose ses changements de dimension au petit barreau d'AlN, on peut écrire pour ce dernier :

$$\varepsilon_{zz}^{AlN} = \varepsilon_{zz}^{th,acier} = \alpha^{acier} \Delta T = \alpha^{AlN} \Delta T + \varepsilon_{zz}^{el,AlN} = \alpha^{AlN} \Delta T + \frac{\sigma_{zz}^{el,AlN}}{E^{AlN}}$$

Ou encore : $\sigma_{zz}^{el,AlN} = E(\alpha^{acier} - \alpha^{AlN})\Delta T = 1.5 \times 10^6 \text{ PaK}^{-1}\Delta T$. L'acier ayant un coefficient de dilatation double de celui d'AlN, les signes de la contrainte sont inversés : pour une augmentation de la température, l'AlN est maintenant en traction au lieu d'être en compression.

Exercice 3 : Diffusion thermique



Un courant électrique circule dans un corps de chauffe en MoSi₂, élevant sa température à 1'200 °C. Le corps de chauffe est disposé directement sur une céramique isolante d'alumine Al₂O₃, elle-même en contact direct avec une couche de nitrure d'aluminium AlN. Ce dernier matériau, isolant électrique mais bon conducteur de la chaleur, est refroidi par un radiateur en aluminium, permettant d'évacuer la chaleur par convection de l'air.

L'épaisseur du nitrure d'aluminium est de 1 cm et on suppose que sa température en contact avec le radiateur est de 50 °C. Les caractéristiques de

ces céramiques isolantes sont :

$$Al_2O_3: k_1 = 25 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}, \rho_1 = 4 \text{ g/cm}^3, c_{p,1} = 900 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}, T_{max,1} = 1'500^\circ\text{C}$$

$$AlN: k_2 = 160 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}, \rho_2 = 3.3 \text{ g/cm}^3, c_{p,2} = 750 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}, T_{max,2} = 800^\circ\text{C}$$

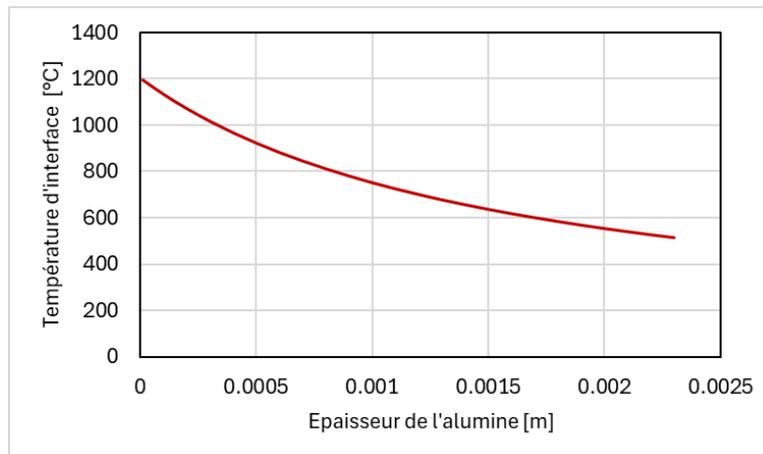
a. Sur la base d'une continuité des flux, en régime stationnaire, représentez graphiquement la répartition de température dans l'alumine et le nitrure d'aluminium. Assumant un contact parfait entre les matériaux, notamment à l'interface alumine-AlN, la température de l'interface T* est unique. A l'état stationnaire, le flux arrivant sur l'interface dans l'alumine doit être égal au flux partant de l'interface dans AlN.

b. Déterminez la température de l'interface T* entre l'alumine et le nitrure d'aluminium en fonction de l'épaisseur de la couche d'alumine.

L'égalité des flux implique donc que :

$$k_1 \frac{T_1 - T^*}{e_1} = k_2 \frac{T^* - T_2}{e_2} \Rightarrow T^* = \frac{k_1 T_1 / e_1 + k_2 T_2 / e_2}{k_1 / e_1 + k_2 / e_2}$$

où e_1, e_2 ($= 1 \text{ cm}$) sont les épaisseurs d'alumine et de nitrure d'Al



Graphique montrant la température d'interface T^* en fonction de l'épaisseur d'alumine e_1

c. Quelle épaisseur d'alumine minimum faut-il mettre pour que la température à l'interface ne dépasse pas la température maximum d'utilisation de AlN ?

On remplace T^* par $T_{max} = 800^\circ\text{C}$ dans l'expression précédente et on trouve :

$$e_1 = e_2 \frac{k_1(T_1 - T_{max})}{k_2(T_{max} - T_2)} = 0.833 \text{ mm}$$

d. En partant du dispositif sans courant (donc à température ambiante) et une épaisseur d'alumine de 1 mm, quel est le temps caractéristique pour que la température d'interface soit notablement influencée ?

En commençant à chauffer (du côté alumine), c'est le temps de diffusion thermique sur l'épaisseur de l'alumine qu'il faut considérer pour influencer T^* . On a donc $\sqrt{a_1 t} \approx e_1$, soit :

$$t = \frac{e_1^2}{k_1 / (\rho c_p)_1} = \frac{10^{-6} \text{ m}^2}{25 / (4'000 \times 900) \text{ m}^2/\text{s}} = \frac{10^{-6} \text{ m}^2}{7 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}} = 0.14 \text{ s}$$

e. En partant de l'état stationnaire lors du fonctionnement, le radiateur en aluminium est soudainement enlevé. Quel est le temps caractéristique pour que la température d'interface soit notablement influencée ?

L'état stationnaire avec chauffage étant établi, l'enlèvement du radiateur se fera sentir sur l'interface par diffusion à travers l'AlN. On a donc :

$$t = \frac{e_2^2}{k_2 / (\rho c_p)_2} = \frac{10^{-4} \text{ m}^2}{160 / (3'300 \times 750) \text{ m}^2/\text{s}} = \frac{10^{-4} \text{ m}^2}{6.5 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}} = 1.54 \text{ s}$$

Exercice 4 : Dopage du silicium avec du phosphore

On souhaite doper un wafer de silicium avec du phosphore. Après une recherche bibliographique*, vous avez trouvé ce diagramme donnant la diffusivité de cet élément en fonction de la température.

a. Pourquoi adopter une telle représentation ?

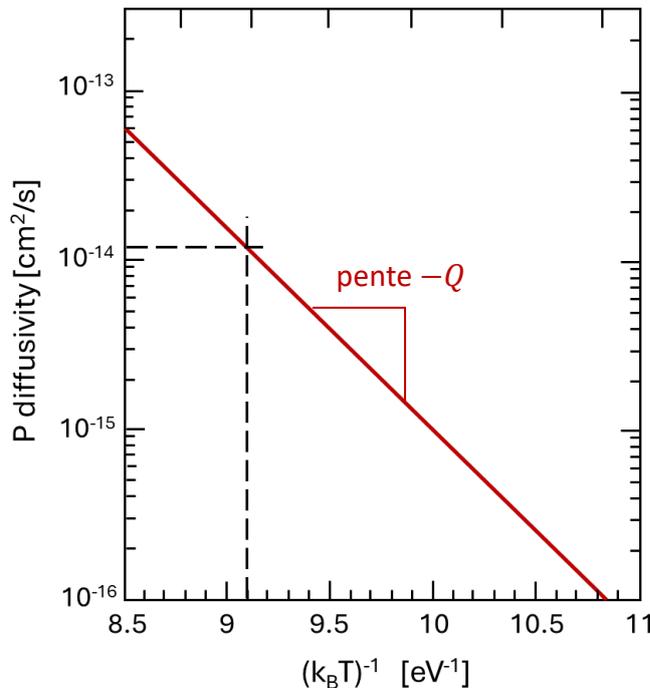
La diffusion est un phénomène thermiquement activé. Le coefficient de diffusion est donc du type :

$$D(T) = D_0 \exp\left(-\frac{Q_m}{\mathcal{R}T}\right) = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right)$$

où D_0 est un coefficient pré-exponentiel, Q_m une énergie d'activation par mole, \mathcal{R} la constante des gaz parfaits et T la température absolue. Alternativement, si l'énergie d'activation est exprimée par atome (Q), la constante des gaz parfait est remplacée par la constante de Boltzmann $k_B = 1.38 \times 10^{-23}$ J/K. En prenant le logarithme de part et d'autre, on a donc :

$$\ln D(T) = \ln D_0 - \frac{Q}{k_B T}$$

Le logarithme du coefficient de diffusion exprimé en fonction de T^{-1} est donc une relation linéaire dont la pente est $-Q/k_B$, de pente $-Q$ si l'on reporte $(k_B T)^{-1}$ en abscisse.



b. A partir de ce diagramme, quels sont le coefficient pré-exponentiel et l'énergie d'activation apparaissant dans la loi exprimant le coefficient de diffusion en fonction de la température ?

On choisit 2 valeurs sur ce diagramme, par exemple l'intersection de la droite avec les axes horizontal et vertical :

$(k_B T)^{-1} = 8.5 \text{ eV}^{-1}$, $D = 6 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$	$\ln D = -30.44 = \ln D_0 - Q \times 8.5$
$(k_B T)^{-1} = 10.83 \text{ eV}^{-1}$, $D = 1 \times 10^{-16} \text{ cm}^2/\text{s}$	$\ln D = -36.84 = \ln D_0 - Q \times 10.83$

En soustrayant ces deux équations, on trouve la valeur de l'énergie d'activation :

$$Q = \frac{-36.84 - (-30.44)}{-10.83 - (-8.5)} \text{ eV} = 2.745 \text{ eV} = 4.39 \times 10^{-19} \text{ J}$$

Ayant cette valeur, on trouve le coefficient pré-exponentiel : $D_0 = 8.15 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{s}$.

c. Votre wafer étant placé dans un four à 1000°C , quel est le coefficient de diffusion du phosphore à cette température ?

A 1000°C, soit $T = 1273$ K et donc $k_B T = 1.757 \times 10^{-20} \text{ J} = 0.11 \text{ eV}$
 $(k_B T)^{-1} = 9.106 \text{ eV}^{-1}$, le coefficient de diffusion vaut :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right) = 1.143 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$$

Cette valeur peut être vérifiée sur le graphique (trait-tillé).

- d. Vous aimeriez diffuser le phosphore sur une distance caractéristique de $0.1 \mu\text{m}$.
 Combien de temps devez-vous laisser le wafer dans le four à 1000 °C ?

Si l'on veut diffuser sur $0.1 \mu\text{m}$, il faudra attendre un temps caractéristique donné par :

$$t = \frac{d^2}{D} = \frac{10^{-10} \text{ cm}^2}{1.143 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}} = 8'749 \text{ s}$$

- e. Quels seront les différences de profil de phosphore après diffusion si l'on utilise :
 (i) Un pré-dépôt avant diffusion sur le silicium d'une très fine couche de phosphore ;
 (ii) Une diffusion à partir d'un environnement gazeux de phosphine (PH_3) ?

Dans le premier cas, la quantité de phosphore a été fixée. Si on représente la couche par une fonction créneau d'épaisseur tendant vers zéro (fonction de Dirac), le profil sera alors la fonction gaussienne avec une largeur à mi-hauteur donnée par \sqrt{Dt} (figure à gauche ci-dessous). Dans le deuxième cas, le profil correspond à une composition imposée à la limite du silicium et le profil a alors plutôt la forme de la fonction d'erreur (figure à droite).

