

**ÉTUDE DE L'ANISOTROPIE DE DILATATION DES
SUPPORTS EN GRAPHITE UTILISÉS DANS LA
FABRICATION DES THERMOÉLÉMENTS**

par

**SAUVEUR BENET, BENIGNO ARMAS,* ROLAND BERGE,
JEAN-LOUIS DEJARDIN, MICHEL FOURNIER, GÉRARD VASSALLS**

**Centre Universitaire, Perpinyà
Laboratoire de Physique Statistique et Rhéologie,
Perpinyà, France**

* C.N.R.S., Laboratoire des Ultra-Réfractaires, Font Romeu-Odelló, (France).

INTRODUCTION

Dans la fabrication de thermoéléments de Borure de Silicium par décomposition chimique d'halogénures en phase vapeur sous pression réduite sur un front chaud (C.V.D.) on se heurte à des difficultés lors de la récupération des pastilles déposées.

En effet, il se produit entre le dépôt et le substrat en graphite utilisé une adhérence importante et au cours du refroidissement apparaissent des cassures de forme à priori aléatoire qui ne permettent pas de récupérer intacts les dépôts de Borure de Silicium.

On peut à priori penser à un écart très important entre les coefficients de dilatation des deux matériaux. La méthode que nous proposons apporte une solution plus complète au problème.

I. PRINCIPE ET AVANTAGES DE LA MÉTHODE D'HOLOGRAFIE.

Cette méthode permet de comparer deux états successifs d'un même objet ; la technique utilisée est celle de la méthode par double exposition. Dans une première exposition, on enregistre l'objet en son état initial (température ambiante). L'objet est ensuite porté à une autre température et enregistré sur le *même* hologramme dans son état final. À la restitution, on observera simultanément les deux images holographiques de l'objet ; ces deux images donneront un système de franges d'interférence dont l'interprétation permettra d'évaluer et de mesurer les dilatations subies par l'objet.

Avantages de la méthode. Nous les énumérons ci-dessous sans les discuter.

a) *Avantages propres à la technique d'holographie.*

Les méthodes classiques d'interférométrie nécessitent la mise en oeuvre de *surfaces réfléchissantes, de haute qualité optique*. Par contre, des surfaces diffusantes de forme quelconque permettent d'obtenir des résultats par la méthode holographique.

— Dans toutes les mesures de contraintes il est fait appel à un étalon comme référence. Ici c'est l'un des états de l'objet étudié qui joue le rôle de référence par rapport à l'autre.

— Il n'est pas nécessaire de suivre l'évolution de l'objet ou de la figure d'interférence pendant l'application de la contrainte. Il est à noter que cette technique est possible en réalisant l'interférométrie holographique *en temps réel*; on suivra ainsi l'évolution de l'échantillon en cours de test.

— La mise en oeuvre de la méthode n'est pas délicate et la position de l'objet n'est pas critique, la latitude de positionnement étant fonction de la longueur de cohérence du laser utilisé (1 mètre environ).

b) *Avantage propre à la méthode employée*^{1,2}.

Par une disposition et un choix convenable de l'objet de l'onde d'éclairement et de la direction d'observation on peut s'affranchir d'une translation d'ensemble de l'objet et d'une rotation de l'objet autour de l'axe commun d'éclairement et d'observation. C'est là un avantage très important dans la mise en oeuvre expérimentale de la méthode.

II. MONTAGE EXPÉRIMENTAL.

Pour pouvoir interpréter aisément la figure d'interférence obtenue à la restitution il convient d'adopter une géométrie particulière dans le système optique.

L'onde d'éclairement de l'objet est une onde plane définie par son vecteur d'onde \vec{k}^i .

L'observation de l'objet s'effectue dans la même direction ainsi $\vec{k}^e = -\vec{k}^i$.

III. ÉTUDE DU SYSTÈME D'INTERFÉRENCES.

Rapportons au trièdre (x_1, x_2, x_3) les coordonnées des points de l'objet étudié. Le déplacement le plus général d'un objet est le produit d'une translation \vec{T} et d'une rotation $\vec{\Omega}$. Dans ce cas

1. Lee O. HEFLINGER et al., *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 44, 1973, p. 5.

2. L. KAISER, S. BENET, M. FOURNIER et S. BRUNET, *Physics in Industry*. Dublin, mars 1976.

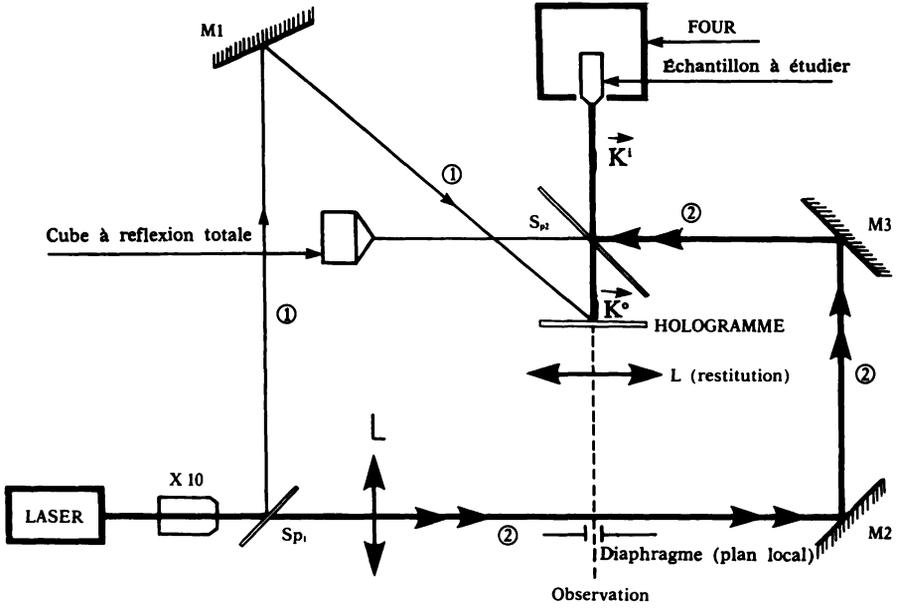


FIGURE 1. Schéma du dispositif expérimental.

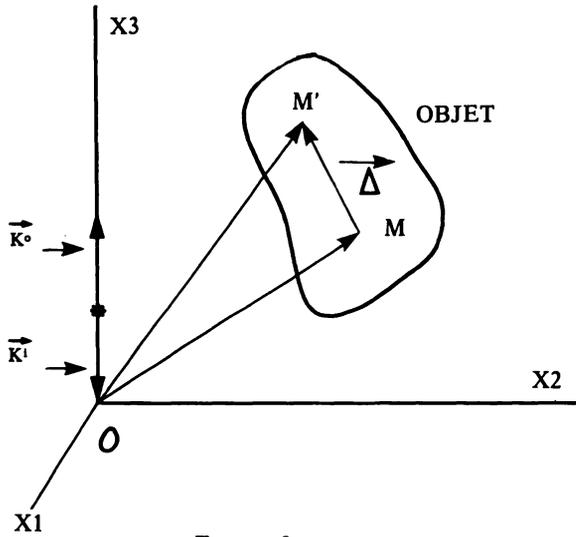


FIGURE 2

$$(\vec{OM}' - \vec{OM})_i = (\vec{\Delta})_i = (\vec{T})_i + (\vec{OM} \times \vec{\Omega})_i. \quad (1)$$

Une contrainte d'origine thermique se traduit par:

$$(\vec{OM}' - \vec{OM})_i = \alpha_{ij} x_j \Delta t, \quad (2)$$

α_{ij} étant les coefficients de dilatation thermique.

La déformation étant *homogène* pour une petite variation de température Δt du cristal (α_{ij}) est un tenseur symétrique que l'on peut rapporter à ses axes principaux, en l'occurrence les axes cristal.

Ainsi le déplacement d'un point de l'objet s'écrit:

$$u_i = (\vec{T})_i + (\vec{OM} \times \vec{\Omega})_i + \alpha_{ij} x_j \Delta t. \quad (3)$$

L'équation des plans d'onde s'écrit donc:

$$\delta = m\lambda = (\vec{k} - \vec{k}') \cdot (\vec{OM}' - \vec{OM}) = 2 (\vec{T})_i + (\vec{OM} \times \vec{\Omega})_i + \alpha_{ij} x_j \Delta t \quad (4)$$

On montre que la figure d'interférence est localisée sur l'objet,^{3, 4} ainsi le système de franges d'interférence est donné par l'intersection des plans d'onde avec la surface de l'objet.

Ainsi les équations (4) peuvent nous permettre de *déterminer* les 2 composantes de rotation Ω_j et Ω_k et les 3 coefficients de dilatation α_{kj} . Cette détermination dans le cas le plus général est difficile.

1. Mesure d'un coefficient de dilatation.

Cette mesure s'effectue aisément dans le cas d'un matériau isotrope, le tenseur de dilatation se réduisant à un seul coefficient. elle peut également être menée à bien dans le cas d'un matériau anisotrope dont on connaît la direction des axes cristallographiques et dont on fera coïncider l'un d'entre eux (\vec{k}) avec la direction d'observation.

En effet, dans ce cas l'équation (4) s'écrit:

$$m \frac{\lambda}{2} = (\vec{T})_k + (\vec{OM} \times \vec{\Omega})_k + \alpha_{kk} x_k \Delta t; \quad (5)$$

3. J. MONNERET, in «Applications de l'Holographie». Symposium International de Besançon. Juillet 1970.

4. Karl A. STETSON. JOSA Letters. Vol. 66, n.º 6. June 1976.

elle est identique à celle obtenue pour un matériau isotrope; la mesure donnera l'un des coefficients principaux de dilatation.

Les équations (5) font intervenir 3 inconnues. Un système de 3 équations permet donc de résoudre simplement le problème. Cette résolution sera d'autant plus simple que l'on aura fait un choix judicieux de trois points. En particulier, en choisissant trois points de l'objet non coplanaires et dont les projections sur la plaque photographique sont alignées, le système conduit à:

$$\alpha_{kk} = \frac{1}{\Delta t} \cdot \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{m^{12} - \rho m^{23}}{(x^1_k - x^2_k) - \rho(x^2_k - x^3_k)}, \quad (6)$$

avec $m^{12} = m^1 - m^2$, différence des ordres d'interférence entre les points 1 et 2.

$$\rho = \frac{x^1_i - x_i^2}{x^2_i - x_i^3} = \frac{x^1_j - x_j^2}{x^2_j - x_j^3}, \quad (7)$$

équation de la droite tracée sur la restitution photographique de la figure d'interférences.

N.B.: L'hologramme n'ayant pas de mémoire, on ne peut déduire de la mesure le signe du coefficient de dilatation.

2. *Interprétation d'une figure d'interférence.*

Une analyse de la géométrie de la figure d'interférence obtenue peut se révéler très instructive et permettre d'obtenir l'ordre de grandeur des coefficients de dilatation ainsi que l'orientation des axes cristallographiques par rapport au repère du laboratoire. L'équation (4) développée s'écrit:

$$\frac{m \cdot \lambda}{2} = (\vec{T})_3 + (\alpha_{31} \Delta t + \Omega_2)x_1 + (\alpha_{32} \Delta t - \Omega_1)x_2 + \alpha_{33} \Delta t x_3. \quad (8)$$

Application à l'étude d'échantillons de graphite obtenus par extrusion.

Nous avons usiné un échantillon de graphite en forme de cône d'axe x_3 coïncidant avec l'axe d'extrusion. L'élévation de température est de 32°K. On note que les plans d'interférence sont des plans

«pratiquement» parallèles à l'axe x_3 et à l'axe x_2 . Des plans parallèles donneraient, en effet, des franges rectilignes. Le coefficient α_{33} , coefficient de dilatation suivant l'axe d'extrusion du barreau, est très faible.

Un calcul approché permet d'obtenir l'ordre de grandeur.

$$\alpha_{33} = \alpha_{\text{extrusion}} \approx 0,9 \cdot 10^{-6} (\text{°K})^{-1}.$$

Dans un deuxième temps, nous avons travaillé dans la direction x_1 . L'élévation de température est de 25°K. Dans ce cas, la normale aux plans * d'interférence est orientée suivant une direction voisine de l'axe x_1 . D'autre part, la figure d'interférences est formée d'ellipses * centrées sur un axe voisin de l'axe x_1 : L'interfrange étant faible, ceci permet de conclure que le coefficient de dilatation suivant l'axe x_1 est nettement plus élevé que suivant les deux autres axes. Une estimation conduit à:

$$\alpha_{11} \approx 10 \cdot 10^{-6} (\text{°K})^{-1}.$$

DISCUSSION

Le graphite obtenu par extrusion est un matériau anisotrope. Les plans de graphite ayant tendance à glisser les uns sur les autres, quand l'échantillon est soumis à une pression ces plans s'orienteront suivant une direction voisine de l'axe d'extrusion. Le graphite présente deux coefficients de dilatation très différents, l'un suivant une direction parallèle aux plans des hexagones (axe a), très faible, l'autre dans une direction normale aux plans (axe c) $\alpha_c = 17 \cdot 10^{-6} (\text{°K})^{-1}$, $\alpha_a = 1,3 \cdot 10^{-6} (\text{°K})^{-1}$.

Ces considérations sont en accord avec les résultats obtenus ci-dessus.

* Afin de préciser l'orientation de la normale aux plans d'interférence, on a travaillé avec des ondes légèrement sphériques. Les surfaces d'égale différence de marche sont donc transformées en surfaces sphériques et leur intersection avec la surface du cône permet de préciser le point de tangence.

CONCLUSION

Par cette méthode, nous avons, d'une part, *mesuré les coefficients de dilatation* d'un échantillon anisotrope usiné en forme de cône de dimension $\varnothing = 20$ mm ; $h = 20$ mm et, d'autre part, mis en évidence *l'orientation dans un matériau des axes d'anisotropie de dilatation*.

Il est à noter que cette détermination est facilitée par la forte anisotropie de dilatation présentée par le graphite.

Par ailleurs, les interférogrammes rendent compte des lignes de contrainte qui apparaissent lors de la cassure des dépôts de Borure de Silicium permettant ainsi une taille convenable des substrats de graphite utilisés en C.V.D.

Enfin, cette méthode est applicable à toute étude de déformation d'origines diverses (mécanique, électrique...) même dans la mesure où celles-ci sont faibles.