



**MEMOIRE**  
Présenté en vue de l'obtention du diplôme de  
**MAGISTER**

*Etude Comparative des Caractéristiques Mécaniques des  
Alumines, Verre et Zircone d'après la formule de Liang et  
d'autres formules de la littérature par Indentation Vickers*

**Option: Matériaux Avancés**

**Par**

**Hafida SEHLI**

**DIRECTEUR DE MEMOIRE:**

**Seddik BOURAS**

**Pr. Université d'Annaba**

**Devant le Jury:**

**Président**

Abdelhamid SOUABI

M.C

Univ. Badji Mokhtar-Annaba

**Examineurs**

Farid GHELDANE

M.C

Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Rachid MERABTINE

M.C

Univ. Badji Mokhtar-Annaba

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*A:*

*Mes chers parents.*

*Mon frère Foudil.*

*Mes sœurs Aicha, Aziza.*

*Ma grande famille.*

*Tous mes Amis.*

*Tous ceux qui m'aiment et qui m'estiment.*

## *Remerciements*

*Ce travail a été réalisé au département de Physique, Faculté des sciences, Université Badji Mokhtar d'Annaba, au sein du laboratoire LAMA (Laboratoire des Matériaux Avancés). Une partie a été effectuée au laboratoire des essais mécaniques (Centre de recherche Scientifique et technique en soudage et Contrôle C.S.C),*

*J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur le Professeur BOURAS Seddik qui est à l'origine de ce travail, pour ses conseils, sa patience et la clarté de ses explications, qui ont été pour moi un soutien particulièrement efficace pendant la réalisation de cette étude.*

*Je remercie ardemment les membres du Jury d'avoir accepté d'examiner ce mémoire de Magister:*

- ✓ Monsieur SOUJHI Abdelhamid Président du jury*
- ✓ Messieurs GHELDANE Farid et MERABTINE Rachid membres examinateurs*

*Je tiens aussi à exprimer mes remerciements aux responsables de laboratoire des essais mécaniques (Centre de Recherche Scientifique et Technique et Soudage et Contrôle C.S.C) pour leur aide.*

*Mes remerciements s'adressent enfin à tous les collègues de ma promotion pour leurs soutiens et encouragements.*

## RESUME

Le but de notre travail est l'étude de trois types de matériaux céramiques, il s'agit d'un verre, d'une zircone et de deux alumines (mince et épaisse), afin de déterminer la microdureté et la ténacité de ces matériaux en utilisant la méthode d'indentation Vickers. Le principe de cette méthode est de créer la fissuration à l'aide d'un indenteur pointu à base carrée (diamant Vickers) : nous obtenons ainsi différents types de fissures (médiane, radiale) qui dépendent directement de la charge maximale d'indentation. Nous mesurons ensuite les paramètres tels que les diagonales de l'empreinte Vickers, et les longueurs des fissures. Ceci nous permet de calculer et de tracer les variations de la microdureté en fonction de la charge d'indentation. Pour ce qui est de la ténacité, elle a été calculée en utilisant différentes formules données dans la littérature et elle a été aussi calculée par la formule standard de Liang puis une comparaison car la formule de Liang est une formule valable pour les deux systèmes de fissurations palmqvist et Half- penny alors que les autres formules ne concernent qu'un seul type soit l'un soit l'autre. Nous avons trouvé que les valeurs, en général, ne sont pas trop différentes, à une unité près pour cinq formules sur huit. Ceci nous permettra donc d'utiliser n'importe laquelle de ces cinq formules.

# SOMMAIRE

Page

<b>Introduction Générale.....</b>	<b>1.</b>
-----------------------------------	-----------

## *CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE*

I-1- Les matériaux céramiques.....	3
I-1-1-Définition.....	3
I-1-2 Type des céramiques.....	3
I-1-2-1 La céramique fonctionnelle.....	3
I-1-2-2 Les céramiques structurales .....	4
I-1-3 Microstructure des céramiques.....	4
I-1-4 Caractéristiques générales des céramiques.....	5
I-1-5 Application des matériaux céramiques.....	5
I-6 Céramiques types oxydes.....	6
I-1-6-1 La zirconne.....	6
I-1-6-1-1 Propriétés physiques de la zirconne frittée.....	6
I-1-6-1-2 Les différentes structures cristallographiques de la zirconne.....	8
I-1-6-1-3 Le frittage.....	8
I-1-6-1-4 Les propriétés mécaniques exceptionnelles de la zirconne .....	9
a- Résistance à la flexion .....	9
b- Le module d'élasticité .....	9
c- La ténacité.....	9
I-1-6-2 L'alumine.....	10
I-1-6-2-1 Types d'alumine.....	10
I-1-6-2-2 Applications.....	11
I-1-6-2-3 Propriétés de l'alumine frittée.....	11
I-1-6-3 Verre .....	13
I-1-6-3-1 Propriétés mécaniques des verres.....	13
I-1-6-3-2 Type de verre .....	14
a- Le verre flotté.....	14
b- Le verre à vitres.....	14
c- Le verre borosilicaté.....	14

<b>I-1-6-4 Vitrocéramique</b> .....	15
<b>I-1-6-4-1 Historique</b> .....	15
<b>I-1-6-4-2 Définition</b> .....	15
<b>I-1-6-4-3 Propriétés mécaniques des vitrocéramiques</b> .....	15
<b>I-2 La mécanique linéaire de la rupture</b> .....	16
<b>I-2-1 Bases de la mécanique linéaire de la rupture</b> .....	16
<b>I-2-1-1 Critère énergétique (Griffith)</b> .....	17
<b>I-2-1-2 Critère mécanique (Irwin)</b> .....	19
<b>I-2-2 Modes de rupture</b> .....	21
<b>I-2-2-1 Mode I</b> .....	21
<b>I-2-2-2 Mode II</b> .....	21
<b>I-2-2-3 Mode III</b> .....	21
<b>I-3 Caractérisation mécanique</b> .....	24
<b>I-3-1 Indentation des matériaux</b> .....	24
<b>I-3-1-1 Introduction</b> .....	24
<b>I-3-1-2 Essai de microdureté</b> .....	24
<b>a- L'essai de Knoop</b> .....	25
<b>b- L'essai de Brinell</b> .....	26
<b>c- L'essai de Rockwell</b> .....	26
<b>d L'essai de Vickers</b> .....	27
<b>I-3-1-3 Forme et chemin des fissures</b> .....	29
<b>I-3-1-4 L'essai de la Ténacité</b> .....	31
<b>I-3-1-4-1 Définition</b> .....	31
<b>I-3-1-4-2 Détermination de la ténacité par la méthode d'indentation Vickers</b> .....	33
<b>a- la mesure de ténacité par la longueur de fissuration</b> .....	33
<b>b- La méthode du défaut contrôlée</b> .....	34
<b>I-3-1-4-3 Calcul de <math>K_{IC}</math></b> .....	36
<b>a- Fissuration de type médiane</b> .....	38
<b>b- Fissuration de type Palmqvist</b> .....	40
<b>c- Fissure de type mixte médiane – Palmqvist</b> .....	44

## *CHAPITRE II:PROCEDURES EXPERIMENTALES ET TECHNIQUES DE MESURES*

II-1 Description et préparation des échantillons .....	45
II-1-1 Description des matériaux étudiés .....	45
II-1-1-1 L'alumine mince .....	45
II-1-1-2 L'alumine épaisse.....	45
II-1-1-3 Verre.....	45
II-1-1-4 Zircone.....	46
II-1-2 Préparation des échantillons .....	46
II-2 Description des techniques de mesures.....	46
II-2-1 Caractérisation de l'appareil .....	46
II-2-2 Procédé de mesure .....	47
II-2-3 Principe de mesure .....	48
II-2-3-1 La microdureté Vickers .....	48
II-2-3-2 La ténacité .....	48

## *CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION*

III- Résultats de l'indentation Vickers.....	50
III-1 Analyse des différents types de fissures.....	50
III-1-1 Fissure médiane .....	50
III-1-2 Fissures radiales .....	51
a- Fissures radiales primaire .....	51
b- Fissure radiale secondaire .....	52
III-2 Caractéristiques mécaniques.....	53
III-2-1 Cas de l'alumine.....	53
a- Mesure des diagonales des empreintes.....	53
b- Microdureté .....	55
c - Longueurs des fissures .....	56
d- Ténacité .....	57
1- Cas de l'alumine épaisse.....	58

<b>2 - Cas de alumine mince .....</b>	<b>61</b>
<b>III-2-2 Résultats de verre .....</b>	<b>65</b>
<b>a- Mesure de diagonale de empreinte.....</b>	<b>65</b>
<b>b- microdureté .....</b>	<b>66</b>
<b>C - Longueurs des fissures .....</b>	<b>67</b>
<b>d- Ténacité .....</b>	<b>67</b>
<b>III -2-3 Résultat de zircone .....</b>	<b>71</b>
<b>a- Mesure de diagonale de empreinte.....</b>	<b>71</b>
<b>b- Microdureté .....</b>	<b>72</b>
<b>C- Longueurs des fissures .....</b>	<b>73</b>
<b>d- La ténacité .....</b>	<b>74</b>
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>79</b>

Figure	Titre	Page
I-1	Microstructure typique d'une surface céramique.	3
I-2	Les différentes mailles des zircons.	6
I-3	Dilatation de l'oxyde de zirconium.	7
I-4	Ressort en zircone.	9
I-5	Microstructure de l'alumine.	10
I-6	Structure de l'alumine- $\alpha$ .	11
I-7	Facteur d'intensité critique de contrainte $K_{IC}$ en fonction de la température.	11
I-8	Variation de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles.	12
I-9	Comportement fragile d'un verre en traction.	13
I-10	Somme des énergies en fonction de a.	18
I-11	Fissure de Griffith.	19
I-12	Contrainte au voisinage de la fissure.	20
I-13	Modes de rupture.	22
I-14	Essai de microdureté Knoop.	25
I-15	Essai de microdureté brinell.	26
I-16	Essai de microdureté Rockwell.	26
I-17	Essai de microdureté Vickers.	27
I-18	Mesure des diagonales.	28
I-19	Schématisation de la séquence de formation de fissures sous	29

	l'action d'un indenteur Vickers.	
I-20	Schéma de trois types de fissures engendrées par l'indentation.	31
I-21	Variation caractéristique de la ténacité $K_{IC}$ .	32
I-22	Profils de fissure.	34
I-23	Défaut demi elliptique introduit par indentation (diamant Knoop) [32].	35
I-24	Evolution du paramètre $\phi$ en fonction du rapport a/c.	36
I-25	Défaut Palmqvist (a) et un défaut analogue chargé par un coin de largeur 2h (b).	42
I-26	Empreinte produite par l'indenteur Vickers.	43
II-1	Micro-duromètre Vickers Matsuzawa / MXT 70.	47
II-2	Principe de mesure des diagonales de l'empreinte.	47
III-1	Fissure médiane.	51
III-2	Fissures radiales primaires.	52
III-3	Fissure radiale secondaire obtenue à 10 N (alumine mince).	53
III-4	a- Variation de la longueur de la diagonale de l'empreinte en fonction de la charge d'indentation. (cas de l'alumine épaisse).	54
	b- Variation de la longueur de la diagonale de l'empreinte en fonction de la charge d'indentation. (cas de l'alumine mince).	54
III-5	a- Variation de la microdureté Vickers en fonction de la charge d'indentation. (cas de l'alumine épaisse).	55
	b- Variation de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation (cas de l'alumine mince).	55

III-6	a- Variation de la longueur de fissure en fonction de la charge d'indentation. (cas de l'alumine épaisse).	56
	b- Variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation (cas de l'alumine mince).	57
III-7	a- Variation de la ténacité $K_{IC}$ en fonction de la charge	58
	b- Variation de la ténacité obtenue par différentes formules. (cas de l'alumine épaisse).	61
III-8	a- Variation de la ténacité $K_{IC}$ en fonction de la charge.	62
	b- Variation de la ténacité obtenue par différentes formules. (cas de l'alumine mince).	64
III-9	Variation de la longueur de diagonale de l'empreinte en fonction de la charge d'indentation.	66
III-10	Variation de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation.	66
III-11	Variation de la longueur de fissure en fonction de la charge d'indentation.	67
III-12	a- Variation de la ténacité $K_{IC}$ en fonction de la charge.	68
	b- Variation de la ténacité obtenue par différentes formules.	70
III-13	Variation de la longueur de diagonale de l'empreinte en fonction de la charge.	72
III-14	Variation de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation.	73
III-15	Variation de la longueur de fissure en fonction de la charge.	73
III-16	a- Variation de la ténacité $K_{IC}$ en fonction de la charge.	74
	b- Variation de la ténacité obtenue par différentes formules.	77

**LISTE DES TABLEAUX**

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
I-1	Modèles utilisés pour le calcul de la ténacité.	37
III-1	Valeurs de la ténacité de l'alumine mince et de l'alumine épaisse selon différentes formules.	65
III-2	Ténacité selon différentes relations de verre.	71
III-3	Ténacité selon différentes relations de zircon.	77

**LISTE DES PHOTOS**

<b>Photos</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
II-1	Micro-duromètre Vickers Matsuzawa / MXT 70.	47
III-1	Fissure médiane : a- Photo de l’empreinte obtenue à 1N (zircone) b- Photo de l’empreinte obtenue à 3N (verre).	51 51
III-2	Fissures radiales primaires : a- Photo de l’empreinte obtenue à 10N (zircone). b- Photo de l’empreinte obtenue à 10N (verre). c- Photo de l’empreinte obtenue à 5 N (alumine épaisse	51 52 52
III-3	Fissure radiale secondaire obtenue à 10 N (alumine mince).	53

## Listes des symboles

MLR:	Mécanique linéaire de la rupture	
$\gamma_s$ :	L'énergie de surface.	(J/m <sup>2</sup> )
H :	Microdureté	(GPa)
H <sub>v</sub>	Microdureté Vickers	(GPa)
K <sub>IC</sub> :	Ténacité	(MPa m <sup>1/2</sup> )
d <sub>1</sub> et d <sub>2</sub> :	Diagonales de l'empreinte	( $\mu$ m)
$\sigma$ :	Contrainte appliquée	(MPa)
$\nu$ :	Coefficient de poisson	
$\sigma_f$ :	Contrainte à la rupture	(MPa)
P :	La charge appliquée	(N)
PSZ :	La Zircone Partiellement stabilisée	
S :	Surface imprimée sur l'échantillon	(mm <sup>2</sup> )
<i>E</i> :	Module d'Young	(GPa)
<i>T<sub>f</sub></i> :	Température de fusion	(C°)
U <sub>0</sub> :	Energie de déformation élastique	(J)
CDM:	Direct Crack Measurements.	
D:	Diamètre de particule	( $\mu$ m)
a :	Demi longueur de la diagonale de l'empreinte d'indentation	( $\mu$ m)
C :	Longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte	( $\mu$ m)
l :	Longueur de fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte	( $\mu$ m)

## INTRODUCTION GENERALE

Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les structures cristallines des céramiques sont plus complexes que celle des métaux car au moins deux éléments chimiques différents sont présents. Il existe des céramiques ioniques, composées d'un métal et d'un non métal (par exemple NaCl, MgO...) et les céramiques covalentes composées de deux non métaux ou d'éléments purs (diamant, carbure de silicium, etc.). La structure des joints de grains est également plus complexe car des interactions électrostatiques entraînent des contraintes d'équilibre supplémentaires.

Les ions de signes contraires ne doivent donc pas se toucher c'est pourquoi la céramique présente une certaine porosité (environ 20%).

La technique d'indentation des matériaux est largement répandue. Elle est utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux comme leur microdureté, leur module d'élasticité ou encore leur résistance à la fissuration. L'essai de microdureté repose sur l'application d'un pénétrateur à la surface du matériau à tester. Le pénétrateur, ou indenteur, peut présenter différentes formes géométriques simples: sphère, cône, cône tronqué, pyramide. Lorsque l'indenteur est soumis à une charge donnée, il pénètre dans le matériau, d'autant plus facilement que celui-ci est mou. Lors du retrait de l'indenteur, il subsiste dans le matériau une empreinte résiduelle de forme similaire à celle de l'indenteur entourée d'une zone déformée plastiquement on calcule alors un nombre en effectuant le rapport entre la charge appliquée et une aire représentative de l'empreinte ce nombre, appelé nombre de microdureté, est équivalent à une contrainte. De manière intuitive, la microdureté caractérise donc la résistance à l'enfoncement du pénétrateur supposé indéformable.

L'objectif de notre travail consiste en l'étude de trois types de matériaux céramiques, des alumines épaisse et mince, du verre et la zircone. Pour caractériser les matériaux étudiés nous avons utilisé la méthode d'indentation Vickers dans le but de déterminer la microdureté et la ténacité et de comparer les résultats de la ténacité obtenus par différentes formules (concernant différents systèmes de fissuration) données dans la littérature, à celle de Liang qui semble être une formule standard s'appliquant à tous les systèmes de fissuration.

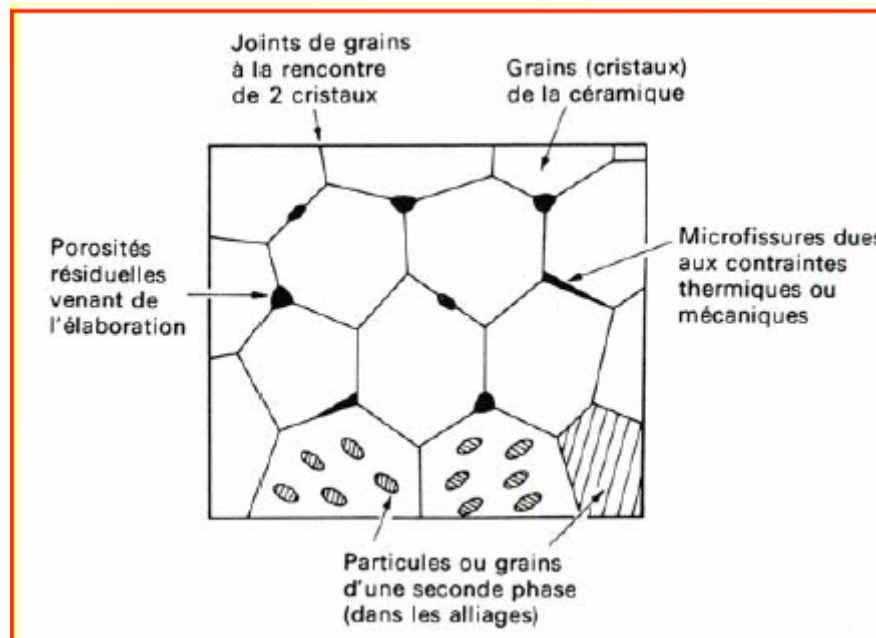
Ce travail se compose de trois chapitres essentiels et une conclusion générale :

- Le premier chapitre comporte une étude bibliographique dans laquelle nous faisons appel aux matériaux étudiés et leurs caractéristiques principales ensuite nous représentons quelques notions de la mécanique linéaire de la rupture, suivie d'une description de la méthode d'indentation Vickers.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation et la préparation des matériaux étudiés, suivi d'une description des techniques de mesure.
- Dans le troisième chapitre nous présentons les résultats obtenus et leurs discussions.

## I-1- LES MATERIAUX CERAMIQUES

### I-1-1-Définition

Les matériaux céramiques sont composés d'éléments métalliques et non métalliques. Ils sont généralement des oxydes, des nitrures, ou des carbures. Les groupes de céramiques englobent une vaste gamme de matériaux, comme les ciments, les céramiques traditionnelles faites d'argile. La plupart des céramiques modernes sont préparées à partir de poudres consolidées (mise en forme) et sont densifiées par un traitement thermique (le frittage). La plupart des céramiques sont des matériaux polycristallins, c'est-à-dire comportant un grand nombre de microcristaux bien ordonnés (grains) reliés par des zones moins ordonnées (joints de grains).



**Figure I-1 :** Microstructure typique d'une céramique

### I-1-2 Type des céramiques

#### I-1-2-1 La céramique fonctionnelle

La pureté, la composition, les additions spécifiques, la microstructure, peuvent conférer aux céramiques des propriétés physiques ou physico-chimiques remarquables et leur permettre l'assurer une fonction spécifique.

### **I-1-2-2 Les céramiques structurales**

Les céramiques possèdent par rapport aux métaux et alliages des avantages incontestables grâce à leur température de fusion élevée, à leur relative inertie chimique, à leur grande microdureté accompagnée d'une bonne résistance à l'usure, à l'abrasion aussi, les alumines, zircone, sialons (Oxynitrides à base de silicium et d'aluminium) et autre oxyde, les nitrides de silicium, d'aluminium, de bore de titane sont des matériaux d'excellence pour leur résistance, leurs applications vont des composants type pièces d'usure, outils de coupe, filières, poinçons jusqu'aux prothèses biomédicales en passant par les aubes de turbine et des composants des moteurs d'avions, mais leur durée de vie peut être limitée par leur fragilité. Cette fragilité est intrinsèque. Elle résulte de la force des liaisons interatomiques qui limite la mobilité des dislocations. Or, dans les métaux, c'est cette mobilité des dislocations qui véhiculent la déformation qui conduit à la plasticité. Aussi, à la différence des métaux et alliages qui peuvent s'accommoder des concentrations locales de contraintes par relaxation plastique, les céramiques résistent ou cassent par ouverture et propagation d'une fissure.

### **I-1-3 Microstructure des céramiques**

Du point de vue de leur structure, les matériaux céramiques occupent une place particulière par rapport aux métaux et polymères organiques. D'une façon générale, le principal paramètre qui différencie ces matériaux est le type de liaison chimique, ou en d'autres termes, la structure électronique. Les céramiques sont surtout à liaison ionique ou covalente (iono-covalente), les polymères organiques sont à liaison covalente et les métaux présentent la liaison métallique.

Les liaisons ioniques et covalentes impliquent tous les électrons de valence des éléments en présence, il n'y a pas d'électrons libres. Ce qui rend les céramiques dans leur ensemble, de mauvais conducteurs d'électricité et de chaleur.

Les liaisons ioniques et covalentes sont des liaisons particulièrement stables et fortes. Les températures de fusion des céramiques sont très élevées (supérieures à celles des métaux).

Les liaisons chimiques réagissent peu aux effets de l'environnement, elles possèdent une grande inertie chimique et ne sont à peu près pas sujettes à la dégradation par corrosion, comme le sont les métaux

### **I-1-4 Caractéristiques générales des céramiques**

Les matériaux céramiques sont caractérisés par les propriétés suivantes:

- température de fusion élevée.
- faible conductivité thermique.
- faible conductivité électrique.
- faible réactivité chimique, bonne tenue aux corrosions.
- haut module d'élasticité.
- bonne résistance à la compression.
- grande microdureté.

La fragilité des céramiques se manifeste de diverses manières, et avant tout par une absence de ductilité. La seconde manifestation de la fragilité des céramiques est leur médiocre ténacité, c'est-à-dire leur inaptitude à résister à la propagation de petits défauts ou microfissures, cette fragilité constitue l'inconvénient commun à toutes les céramique est impose des limitation dans les techniques de fabrication et d'emploi, mais en revanche, en niveau atomique, les caractéristique qui rendent fragile les céramiques sont en même temp. Celles qui leurs confèrent les propriétés désirées de microdureté, réfractaire, résistance chimique.

### **I-1-5 Application des matériaux céramiques**

Les céramiques ont joué et continueront à jour un rôle important dans le développement des produits nouveaux, des procédés de fabrication originaux, et dans l'industrie toute entière : mécanique, électrotechnique et électronique, chirurgie, optique, industrie nucléaire,

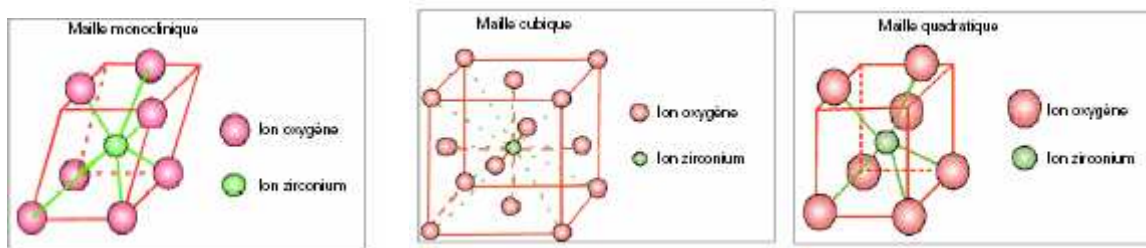
- Eléments chauffants pour les fours haute température,
- Bougies d'allumage et de préchauffage,
- Filtres à particules,
- Supports de catalyseurs
- Composites à matrice céramique
- Chambre de combustion,
- Chirurgie réparatrice,
- Domaine dentaire,
- Substrat,
- Condensateurs multicouches,
- Composants piézoélectriques,

## I-1-6 Les céramiques types oxydes

Les matériaux que nous avons utilisé dans notre étude sont des céramiques de type oxydes.

### I-1-6-1 La zircone

L'oxyde de zirconium se trouve dans la nature sous forme de baddeleyte monoclinique (appelée également zirkite), relativement pure (teneur moyenne 80%)



a- maille monoclinique

b- maille cubique

c- maille quadratique

**Figure I-2 :** Différentes mailles des zircons.

#### I-1-6-1-1 Propriétés physiques de la zircone frittée

Le coefficient de dilatation linéaire de la zircone dans l'intervalle de 20 à 200°C est approximation de  $9.10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Ce coefficient croît avec la température vers 1000 °C des changements irréguliers apparaissent, voir figure (I-3).

On remarque que le matériau s'arrête de se dilater et commence à se contracter vers la température de 1000° C. A 1200 °C l'échantillon a des dimensions plus petites qu'à la température ambiante.

A cette température la zircone PSZ (partially stabilized Zirconia) possède d'excellentes propriétés mécaniques.

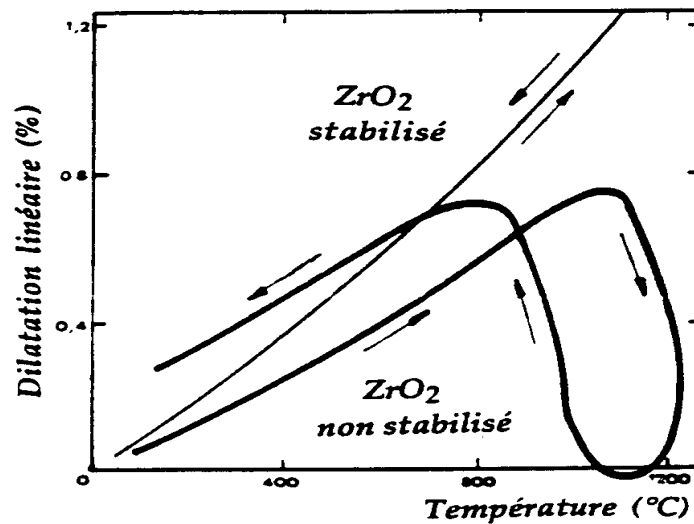


Figure I-3 : Dilatation de l'oxyde de zirconium

Le module de Young reste constant dans l'intervalle de température de 600 à 1100°C. Un faible module d'élasticité implique une grande déformation élastique de la zircone frittée supérieure à celle de l'alumine frittée, ce qui explique sa bonne résistance à la rupture. La zircone en généralement stabilisée à l'aide d'additifs (MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dont le taux varie entre 5 et 10%, elle possède :

- Bonne résistance à toutes les formes de corrosion,
- Densité: 6.02 g/cm<sup>3</sup>,
- Résistance à la flexion: 900MPa,
- Module d'élasticité: 220Gpa,
- Résistance à la compression: 2500MPa,
- Bonne résistance à l'usure et au frottement.
- Bonne résistance aux attaques des métaux.

La zircone non stabilisée est utilisée en tant qu'additif, matériau de revêtement, poudre abrasive...et la zircone stabilisée est utilisée comme : creusets, buses de coulée, éléments chauffants, revêtement anti-thermique, conducteurs ioniques.

### **I-1-6-1-2** *Les différentes structures cristallographiques de la zircon*

Ses différentes structures allotropiques la rendent instable, c'est pourquoi il est nécessaire de la stabiliser artificiellement. De la température ambiante jusqu'à 1170 °C sa structure est organisée sous forme de maille monoclinique (Fig : I-2-a).

De 1170°C à 2370 sa structure se transforme en phase quadratique, dite également tétragonale (Fig : I-2-c) et se présente sous cette forme toutes les propriétés mécaniques recherchées de la zircon. Au dessus de 2370°C la structure passe à la phase cubique (Fig : I-2-b) n'offrant à nouveau plus aucun intérêt quant à ses propriétés mécaniques. Lors de son refroidissement, le phénomène s'inverse: de la phase quadratique en descendant sous 950°C elle trouve sa phase monoclinique et perd ses propriétés mécaniques recherchées.

### **I -1-6-1-3** *Le frittage*

Lors du frittage, la jonction entre les grains élémentaires de zircon se fera aisément s'ils sont préalablement accolés les uns aux autres, d'où l'importance d'une bonne densité et homogénéité au moment de la mise en forme par pressage isostatique. S'il subsiste des défauts entre les grains, les propriétés mécaniques du matériau en seront altérées et nous serons en présence d'un matériau fragilisé.

Nous retrouvons deux types de frittage :

- Frittage naturel réalisé dans un four en milieu atmosphérique oxydant à une température variant entre 1350 °C et 1500 °C. La plupart des systèmes de fabrication de pièces prothétiques en zircon ont recours aujourd'hui à ce type de frittage.
- Frittage sous pression HIP (Hot Isostatic Pressing) signifie un frittage sous haute pression isostatique. Cette opération nécessite un four particulier permettant pendant le frittage, d'exercer une pression pouvant aller jusqu'à 2000 bars sur les pièces présentes dans la chambre de chauffe.

Ce traitement thermique permet de continuer à améliorer les propriétés mécaniques en augmentant légèrement la densité du matériau, par homogénéisation de la matière (élimination des microdéfauts internes).

Du fait de son coût, ce post-traitement dans l'industrie des céramiques techniques n'est utilisé que dans des cas particuliers où les résistances mécaniques doivent être ultimes (pièces mécaniques à hauts coefficients de sécurité, implants, aéronautique...)

#### **I-1-6-1-4** *Les propriétés mécaniques exceptionnelles de la zircon*

##### **a- Résistance à la flexion**

Elle dépend de la pureté et de la densité du matériau, de la taille critique des grains, du taux de phase quadratique et la maîtrise du frittage. Réunissant tous ces critères, la résistance à la flexion de la zircon atteint des limites extrêmement élevées.

##### **b- Module d'élasticité**

Le module d'élasticité de la zircon relativement bas, autorise une légère déformation du matériau avant rupture (Fig I-4) chose unique dans la classification des matériaux à rupture fragile. Ceci permet une certaine absorption des contraintes dans le matériau qui répond particulièrement bien aux tests de fatigue.



**Figure I-4** : Ressort en zircon.

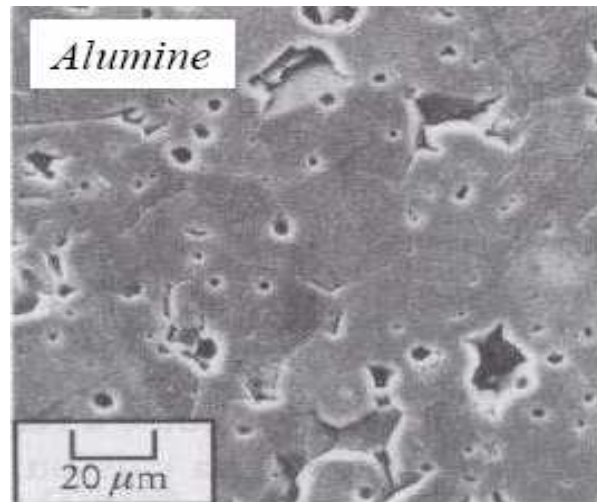
##### **c- Ténacité**

Elle caractérise le comportement d'un matériau face à la rupture en présence d'un défaut. En général, un matériau tenace est peu fragile.

La phase métastable de la zircon augmente sa résistance devant la propagation de la fissure par un phénomène d'absorption des contraintes. Les cristaux sont maintenus artificiellement en phase quadratique par la présence de l'yttrium.

### I-1-6-2 L'alumine

Elle se rencontre dans la nature sous la forme de minerais suivants bauxite, bayerite, corindon, Gibbsite



**Figure I-5 :** Microstructure de l'alumine

#### I-1-6-2-1 Types d'alumine

Alumine ou oxyde d'aluminium,  $Al_2O_3$ . Cet oxyde existe sous plusieurs formes:

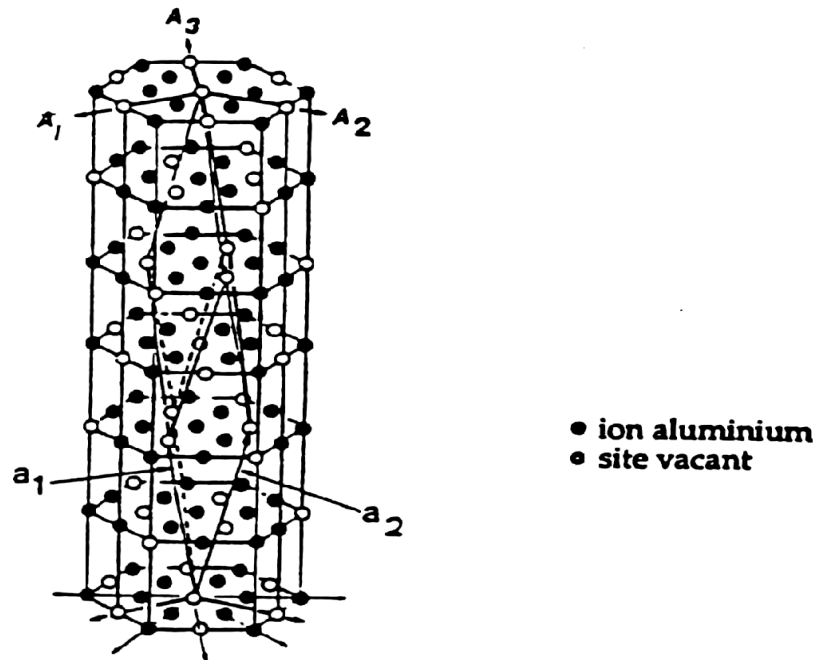
- Alpha- $Al_2O_3$ , la forme pure obtenue par calcination à température élevée
- Beta- $Al_2O_3$ , est le composé  $Na_2O, Al_2O_3$ .
- Gama- $Al_2O_3$ , stable jusqu'à 1000 °C et contient des traces d'eau ou d'ion hydroxyle.

L'alumine est le matériau le plus couramment utilisé pour les travaux de recherche et de développement des céramiques. Elle sert, à cause de son faible coût et sa facilité de manipulation, toujours comme matériau référence et est par ailleurs largement employée dans l'industrie, elle est caractérisé par : [13]

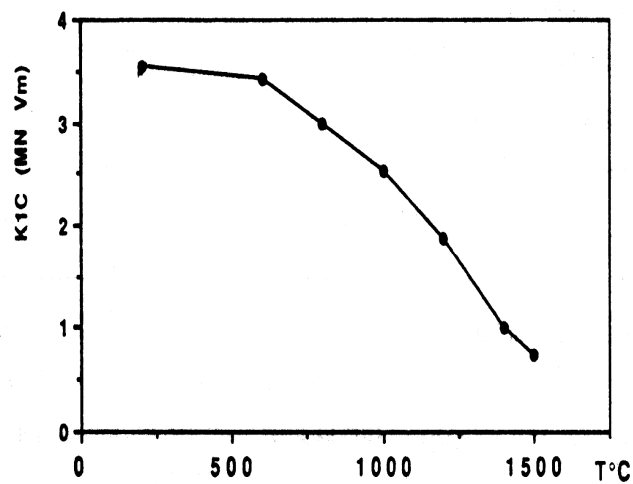
- Résistance à la corrosion,
- Facilement industrialisée,
- Bonne tenue mécanique aux températures élevées,
- Bonne conductivité électrique,
- Grande microdureté,
- Bonne résistance à l'usure,
- Inertie chimique.

**I-1-6-2-2 Applications**

- Isolateurs électriques,
- Supports d'éléments chauffants,
- Éléments de broyage,
- Composants mécaniques,

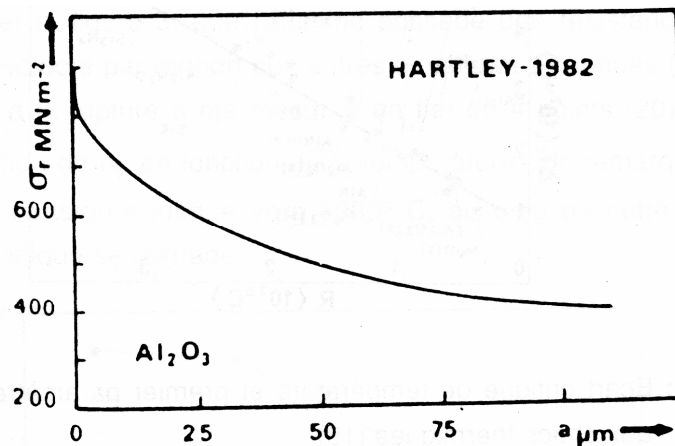
**I-1-6-2-3 Propriétés de l'alumine frittée****Figure I-6** : Structure de l'alumine- $\alpha$ 

L'alumine frittée constitue un bon réfractaire avec un point de fusion qui culmine à 2050°C.

**Figure I-7** : Facteur d'intensité critique de contrainte  $K_{1C}$  en fonction de la température.

La (figure I-7) montre la variation de son  $K_{IC}$  en fonction de la température [14].  $K_{IC}$  diminue sensiblement jusqu'à 600 °C puis chute de façon régulière à mesure que la température augmente à 1400 °C, la valeur de  $K_{IC}$  est de l'ordre de  $1 \text{ MPam}^{1/2}$ , valeur très faible.

Les propriétés de l'alumine dépendent beaucoup des défauts existants (porosité, microfissures), la figure (I-8) montre les variations de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles [15] par contre, plusieurs études ont montré que l'alumine présente un bon comportement en coupe [16].



**Figure I-8 :** Variation de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles.

L'alumine conserve une grande microdureté et une bonne stabilité chimique à chaud, ce qui explique son utilisation comme outil de coupe. Ses principales faiblesses en tant que matériau d'outil sont sa résistance mécanique et sa faible ténacité, elle est susceptible de rupture ou d'écaillage lors des variations brutales des contraintes de coupe.

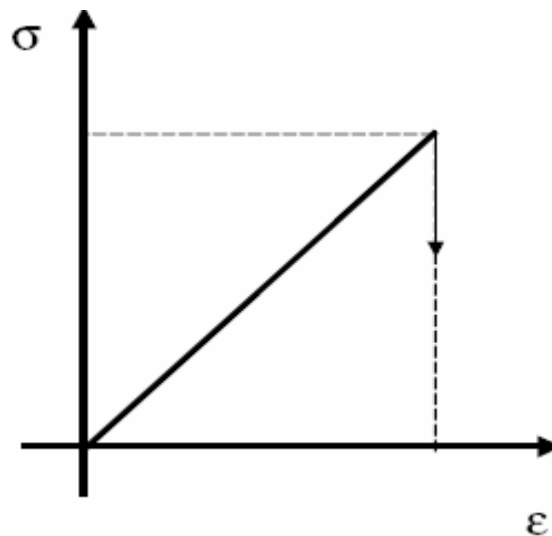
On notera que les caractéristiques de l'alumine sont souvent trop modestes pour certaines applications potentielles en particulier, comme matériau thermomécanique. Par conséquent, il s'est révélé indispensable de développer de nouveaux matériaux issus de l'alumine possédant tout ses avantages (neutralité chimique, corrosion, frottement) mais avec des paramètres mécaniques accrus [17, 18, 19, 20].

### I-1-6-3 Le verre

Le verre est un composé minéral fabriqué à base de silice, qui possède une structure vitreuse désordonnée car constituée d'atomes de dimensions très différentes. Il est mis en forme par frittage et possède une grande stabilité chimique car ses atomes constitutifs sont unis par des liaisons chimiques fortes, covalentes ou ioniques. Cette propriété leur confère une très bonne biocompatibilité. Les verres sont des matériaux fragiles : ils n'ont pratiquement aucune possibilité de déformation plastique.

#### I-1-6-3-1 Propriétés mécaniques des verres

Les verres sont réputés pour être des matériaux fragiles. Ceci se vérifie lors de la mesure du comportement en traction où l'on observe une déformation élastique jusqu'à rupture du matériau sans déformation plastique.



**Figure I-9 :** Comportement fragile d'un verre en traction

La contrainte théorique de rupture du verre est exprimée par:

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma}{4x_0}} \quad (I-1)$$

Où

$\gamma$  : est l'énergie de surface créée lors de la rupture,

$E$  : le module d'Young,

$x_0$ : la distance d'équilibre entre les atomes voisins en l'absence de contrainte

Pour un verre de silice on obtient  $\sigma_{th} = 20\text{GPa}$ , alors que les valeurs mesurées expérimentalement donnent  $\sigma_{exp} = 0.1\text{ GPa}$ , ce qui est 200 fois plus que la résistance théorique.

Griffith a suggéré que tous les verres contiennent des microfissures ou des défauts de surface résultant comme des concentrateurs de contrainte.

### **I-1-6-3-2 Types de verre**

#### **a- Le verre flotté**

Le verre flotté est le type de verre le plus utilisé de nos jours. Le contexte économique permet de fabriquer en grande quantité du verre clair et transparent avec des surfaces pratiquement planes. Le verre flotté peut être teinté pendant le processus de fabrication, ce qui modifie le degré de transmission lumineuse. On peut atténuer, voire même éliminer, la légère coloration verte naturelle du verre par un choix particulier de matières premières très pures contenant très peu de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Ce verre pratiquement incolore est appelé verre pauvre en fer ou extra blanc. La résistance aux variations de température est d'environ  $30^\circ\text{C}$  à  $40^\circ\text{C}$  maximum.

#### **b- Le verre à vitres**

Le verre à vitres et le verre flotté ont la même composition chimique et possèdent les mêmes propriétés physiques. Le verre à vitres présente toutefois de légères ondulations en surface, perpendiculaires à la direction de traction visibles par réflexion parfois par transparence.

.

#### **c- Le verre borosilicaté**

On introduit dans ce verre de 7 à 15 % pour cent environ d'oxyde borique. Son coefficient de dilatation étant moins élevé que celui des verres à vitre et flotté, sa résistance aux variations de température est nettement plus élevée, de même que sa résistance aux lessives et aux acides.

Le verre borosilicaté peut actuellement être fabriqué comme verre à vitres et flotté. Il est utilisé quand une grande résistance aux variations thermiques est recherchée, par exemple pour les

protections incendies. Il est impératif de respecter ici les exigences spécifiques d'usinage et de mise en œuvre.

#### **I-1-6-4 La vitrocéramique**

##### **I-1-6-4-1 Historique**

Les vitrocéramiques matériaux relativement modernes en comparaison aux verres et aux monocristaux, ont été découvertes par hasard en 1954 par Stookey, chercheur américain de Corning Glass Works. Stookey travaillait sur des verres photosensibles à base de silicate de Lithium contenant de faibles quantités de cuivre, d'or ou d'argent. En chauffant un de ces verres à 900°C, contre 700°C habituellement, il observa non pas un verre ramolli, mais un matériau polycristallin et opaque : c'était la première vitrocéramique. Elle s'était formée par dévitrification du verre, les cristaux métalliques ayant servi de germes à cette cristallisation. Depuis leur découverte, les vitrocéramiques ont été étudiées pour leurs propriétés mécaniques, thermomécaniques etc... puis à partir de 1975, pour leurs propriétés optiques [21]

##### **I-1-6-4-2 Définition**

Les vitrocéramiques sont des polycristallins biphasiques, constitués d'une phase amorphe dans laquelle sont réparties des particules cristallisées appelées cristallites.

Au début de leur découverte, seuls les matériaux dont plus de 50% du volume étaient cristallisés, étaient appelés vitrocéramiques [22] mais aujourd'hui, tout matériau amorphe contenant des particules cristallisées est appelé vitrocéramique. La taille de ces cristallites varie entre 5 nm et 200 μm selon la composition et la préparation des vitrocéramiques. Il faut bien noter qu'il n'y a pas de porosité dans ces matériaux, contrairement aux céramiques issues du frittage.

##### **I-1-6-4-3 Propriétés mécaniques des vitrocéramiques**

Les verres sont des matériaux fragiles, dans lesquels les fissures se propagent rapidement. La présence de cristallites dans une matrice vitreuse augmente la résistance mécanique de cette matrice et diminue sa fragilité en stoppant le front de fissure ou en le déviant [23]. Les vitrocéramiques ont donc de meilleures propriétés mécaniques que les verres. Donnons quelques exemples de leurs applications :

Les verres à base de  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO-CaF}_2$  donnent après dévitrification des vitrocéramiques dont la phase cristallisée est de type fluoro-apatite  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ , composant les dents par conséquent, ces vitrocéramiques, biocompatibles, peuvent être utilisées dans le domaine médical soit pour des prothèses osseuses [24], soit pour des reconstructions dentaires [25, 26].

Ce sont des matériaux de choix grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques et à leur porosité nulle.

Des vitrocéramiques à base de  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-ZrO}_2\text{-TiO}_2$  sont étudiées pour le stockage de déchets radioactifs, grâce à leur bonne résistance mécanique [27]. Ces vitrocéramiques ont une phase cristallisée de composition  $\text{CAZrTi}_2\text{O}_7$  (zirconolite), qui incorpore très bien certains ions radioactifs tels que les actinides mineurs (Np, Am, Cm). Outre l'amélioration des propriétés mécaniques des vitrocéramiques par rapport aux verres, le second avantage de ce type de vitrocéramiques est qu'elles offrent une double barrière de confinement aux radionucléides. En effet, ces radionucléides, incorporés dans les cristallites, sont confinés par la phase cristalline d'accueil et par le verre résiduel.

## **I-2 LA MECANIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE**

Dans l'hypothèse élastique linéaire, la mécanique linéaire de la rupture (M.L.R) permet de caractériser le comportement d'un matériau vis-à-vis d'une sollicitation, en présence d'une fissure. Les rappels qui vont suivre résument les différentes approches qui sont utilisées soit en termes de bilan énergétique, soit en termes de concentration de contraintes. Ils permettent d'élaborer des critères de rupture, qui sont d'une importance fondamentale pour l'optimisation des matériaux et pour la prévision du comportement des pièces dans des conditions réelles d'emploi [28].

### **I-2-1 Bases de la mécanique linéaire de la rupture**

La M.L.R. est parfaitement établie dans le cas des matériaux homogènes, isotropes et complètement élastiques. Solide parfaitement fragile, le matériau est considéré comme un milieu continu (au sens macroscopique du terme) mais l'existence de fissure est bien entendu admise. Une relation peut être établie entre la résistance globale à l'extension de la fissure et le paramètre caractéristique qui définit le chargement, bien que les mécanismes qui entrent en jeu lors de

l'amorçage et de la croissance des fissures soient généralement très complexes à l'échelle atomique et même à une échelle plus grande (grains par exemple).

### *I-2-1-1 Critère énergétique (Griffith)*

Dans l'hypothèse la plus simple, la mécanique de la rupture admet que toute l'énergie libérée par l'extension de fissure est absorbée par la création de nouvelles surfaces. Griffith propose un critère thermodynamique pour la rupture en considérant la variation totale d'énergie dans un solide contenant une fissure lorsque la fissure augmente de longueur.

L'énergie du système comprend d'une part l'énergie superficielle des deux lèvres de la fissure, soit  $2 \times 2a \gamma_s = 4a \gamma_s$  et d'autre part l'énergie élastique stockée dans la plaque. Cette énergie élastique est d'autant plus petite que la longueur de la fissure est grande. Pour une fissure traversante ayant la forme d'un cylindre droit à base elliptique, placé perpendiculairement à  $\sigma_k$ , Inglis a montré que la diminution d'énergie élastique due à la présence de la fissure vaut :

$$\pi \sigma^2 a^2 / E \quad (I-2)$$

E : le module d'Young.

On a alors :

$$U_{total} = U_0 + 4a \gamma_s - \frac{\pi \sigma^2 a^2}{E} \quad (I-3)$$

Où  $U_0$  est l'énergie de déformation (élastique) du corps en l'absence de fissure.

On remarque que la somme de ces énergies passe par un maximum pour une certaine valeur de  $a$   $a = a_c$ .

Supposons que l'énergie des surfaces libres créées soit la seule énergie à fournir pour que la fissure puisse se propager. La propagation de la fissure produit alors une diminution de l'énergie au système lorsque  $a > a_c$ . Donc si on a atteint la valeur critique  $a_c$  ; il y aura propagation instable de la fissure. Cette valeur  $a_c$  est telle que :

$$\frac{\delta}{\delta a} [4a \gamma_s - \pi \sigma^2 a^2 / E] = 0 \quad (I-4)$$

D'où la relation suivante qui est la formule de Griffith :

$$2E \gamma_s = \pi \sigma^2 a \quad (\text{I-5})$$

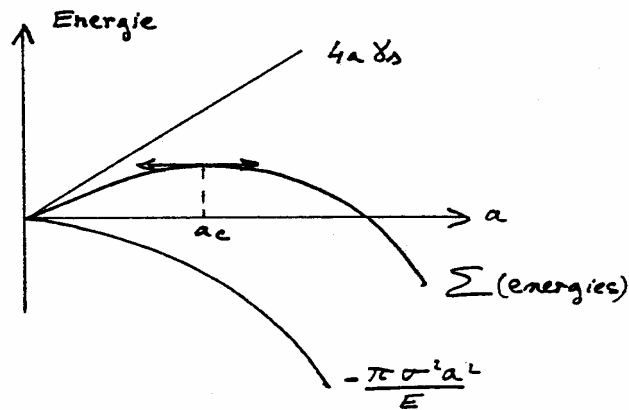


Figure I-10 : Somme des énergies en fonction de a

Les valeurs de  $\sigma$  et de  $a$  qui entrent dans la formule de Griffith sont des valeurs limites ; si elles sont atteintes, il y a propagation (condition d'instabilité).

Cette formule peut s'écrire de différentes manières. Si l'on cherche qu'elle est la contrainte maximale que peut supporter une plaque contenant une fissure de longueur  $2a_0$  sans qu'il ait rupture, ce sera :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a_0}} \quad (\text{I-6})$$

Si au contraire, on dispose d'une plaque soumise à la contrainte  $\sigma a^2$ , elle ne pourra pas supporter de fissure dont la demi-longueur est supérieure à

$$a = \frac{2E\gamma_s}{\pi \sigma a^2} \quad (\text{I-7})$$

Comparons à la contrainte de décohesion ( **$\sigma_{th}$** ), la contrainte nécessaire pour obtenir rupture sur un matériau contenant une fissure de longueur  $2a$ .

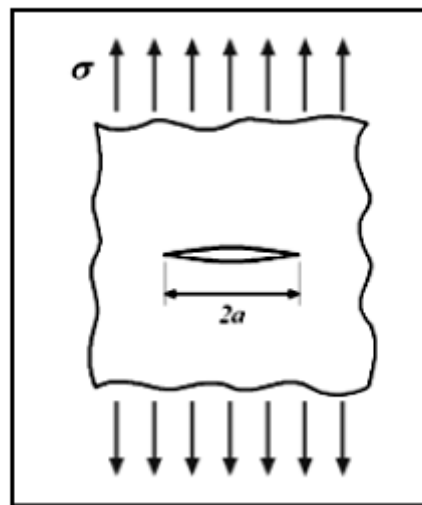
$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{b}} \quad (\text{I-8})$$

Et

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \quad (\text{I-9})$$

On voit que :

$$\frac{\sigma}{\sigma_{th}} \text{ et proportionnel à } \sqrt{\frac{b}{a}}$$



**Figure I-11** : Fissure de Griffith.

### ***I-2-1-2 Critère mécanique (Irwin) :***

A l'approche globale de Griffith, Irwin a substitué une approche locale basée sur la détermination du champ de contraintes existant autour d'une fissure. Le problème est de calculer l'énergie disponible pour faire avancer la fissure.

Irwin considère une région en front de fissure comme suffisamment petite par rapport au solide considéré, mais suffisamment grande vis-à-vis des dimensions atomiques en accord avec la théorie de l'élasticité linéaire.

On peut choisir d'opérer soit en coordonnées cartésiennes, soit en coordonnées polaires figure (I-12). L'origine des coordonnées est l'extrémité de la fissure : de plus, on notera que toutes les

expressions sont valables au voisinage immédiat de l'extrémité, c'est à dire pour des valeurs de  $r \ll a$ .

Considérons une fissure plane à l'extrémité parfaitement aigue, sollicitée par une contrainte  $\sigma$  appliquée perpendiculairement à son plan (mode d'ouverture). La contrainte tend vers l'infini lorsque on se rapproche de la pointe de la fissure ( $r \rightarrow 0$ ).

Le calcul en théorie élastique donne les valeurs des contraintes et des déplacements en tout point au voisinage de la fissure (Irwin, Westergaard). Soit un élément  $dx dy$ , à une distance  $r$  de la fissure, et un angle le plan de fissure : il est soumis à des contraintes normales  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$

Et un cisaillement  $\tau_{xy}$

$$\sigma_x = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \quad (\text{I-10})$$

$$\sigma_y = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \quad (\text{I-11})$$

$$\tau_{xy} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (\text{I-12})$$

Avec  $\sigma_z = 0$  (contrainte plane)

$$\sigma_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y) \quad (\text{Déformation plane}). \quad (\text{I-13})$$

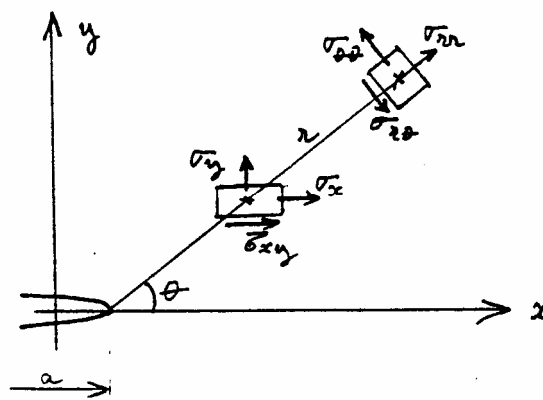


Figure I-12 : Contrainte au voisinage de la fissure

## **I-2-2 Modes de rupture**

La mécanique de la rupture envisage trois types de propagation de la fissure, chaque type est caractérisé par un mode de rupture correspondant : mode I, II, III (figure I-13)

### **I-2-2-1 Mode I**

Il correspond à une traction uniaxiale, c'est un mode d'ouverture dans lequel la charge appliquée est perpendiculaire au fond de la fissure, la propagation de la fissure se fait dans le plan initial de celle-ci

### **I-2-2-2 Mode II**

Il correspond à un cisaillement plan, dans ce mode la charge appliquée est parallèle au plan de la fissure ce qui engendre un glissement des lèvres de celle-ci dans la direction perpendiculaire au fond de la fissure.

### **I-2-2-3 Mode III**

Est également un cisaillement mais parallèlement au fond de la fissure, dans ce mode les lèvres de la fissure glissent l'une sur l'autre, il peut résulter d'une sollicitation de torsion.

Dans la pratique, il est fréquent de rencontrer des modes mixtes (combinaison de deux ou des trois modes). L'analyse de la rupture dans ce cas est très compliquée.

C'est le mode I qui est le plus critique de l'extension d'une microfissure pour former une rupture fragile, et qu'il faut considérer lorsqu'on s'intéresse au risque procuré par l'existence d'une fissure.

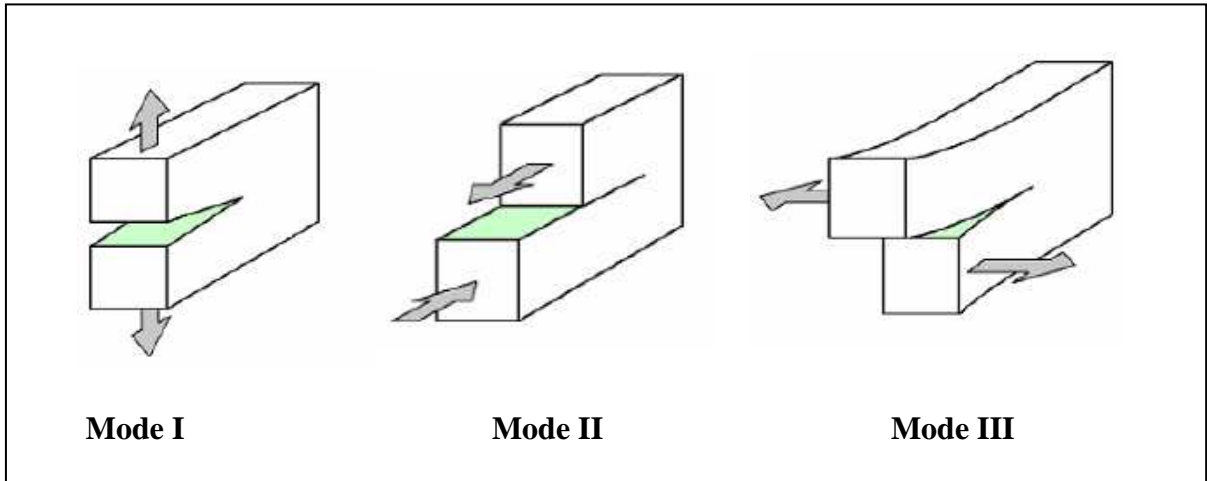


Figure I-13 : Modes de rupture.

Mode I :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \tau_{xy} \\ \sigma_{yy} \end{bmatrix} = \frac{k_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \begin{bmatrix} 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \\ \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \\ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (I-14)$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{xy} \\ \sigma_{yy} \end{bmatrix} = \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \begin{bmatrix} -\sin \frac{\theta}{2} \left( 2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right) \\ \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (I-15)$$

**Mode II :**

$$\begin{bmatrix} U_x \\ U_y \end{bmatrix} = \frac{K_I}{2G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \begin{bmatrix} \cos \frac{\theta}{2} \left( \chi - 1 + 2 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) \\ \sin \frac{\theta}{2} \left( \chi + 1 - 2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) \end{bmatrix} \quad (I-16)$$

$$\begin{bmatrix} U_x \\ U_y \end{bmatrix} = \frac{K_{II}}{2G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \begin{bmatrix} \sin \frac{\theta}{2} \left( \chi + 1 + 2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) \\ -\cos \frac{\theta}{2} \left( \chi - 1 - 2 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) \end{bmatrix} \quad (I-17)$$

**Mode III :**

$$\begin{bmatrix} \tau_{xz} \\ \tau_{yz} \end{bmatrix} = \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \begin{bmatrix} -\sin \frac{\theta}{2} \\ \cos \frac{\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (I-18)$$

$$U_z = 2 \frac{K_{III}}{G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \quad (I-19)$$

$$\sigma_{zz} = 0 \quad \text{en contrainte plane.}$$

$$\sigma_{zz} = \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \quad \text{en déformation plane}$$

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad \text{Module de cisaillement du matériau}$$

E : module d'Young du matériau

$\nu$  : Coefficient de poisson du matériau.

$$\text{Le coefficient } \chi \text{ vaut} \quad \chi = 3 - 4\nu \quad \text{en déformation plane}$$

$$\chi = \frac{3-\nu}{1+\nu} \quad \text{en contrainte plane}$$

### **I-3 CARACTERISATION MECANIQUE**

Le comportement mécanique d'un matériau est caractérisé par le module de Young (E), la microdureté (H), la ténacité ( $K_{IC}$ ), la résistance à la rupture  $\sigma_f$ .

#### **I-3-1 Indentation des matériaux**

##### **I-3-1-1 Introduction**

Le contact entre un indenteur pointu et l'échantillon est régi par les propriétés du matériau. Dans le cas des matériaux céramiques l'indentation est effectuée avec un pénétrateur (principalement un diamant Vickers ou Knoop). Les mesures de microdureté ont été réalisées, à température ambiante, sur des surfaces polies.

L'essai d'indentation consiste à charger un matériau à l'aide d'un indenteur.

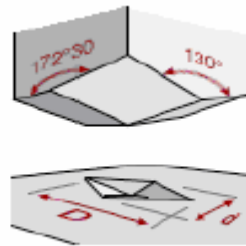
##### **I-3-1-2 Essai de microdureté**

La microdureté d'un matériau est définie comme la résistance mécanique qu'un matériau oppose à la pénétration d'un autre corps dur que lui, sous l'action d'une charge donnée.

Le principe de l'essai de microdureté consiste à créer une empreinte sur la surface du matériau à tester par un pénétrateur soumis à une charge déterminée. Le pénétrateur ou l'indenteur de forme et de résistance appropriées (sphère, pyramide, cône) est appliqué progressivement sous l'action d'une force F sur la surface et maintenu pendant un temps précis. La microdureté s'exprime alors par

$$H = \frac{F}{S} \quad (\text{I-20})$$

Il existe un grand nombre de méthodes d'essais de microdureté, les essais les plus classiques sont les essais Knoop, Brinell, Vickers et Rockwell.

**a- L'essai Knoop****Figure I-14** : Essai de microdureté Knoop.

L'essai de Knoop permet la mesure de microdureté des matériaux fragiles comme le verre et la céramique.

Le pénétrateur en diamant est de forme pyramide à base rectangulaire avec un angle de 172° entre deux faces opposés et 130° pour les deux autre faces. Les charges appliquées sont

inférieures à 1 kgf. Le pénétrateur laisse une empreinte dont la taille est comprise entre 0.01 et 0.1 mm ( $D=7d$  et  $H=D/30$ ).

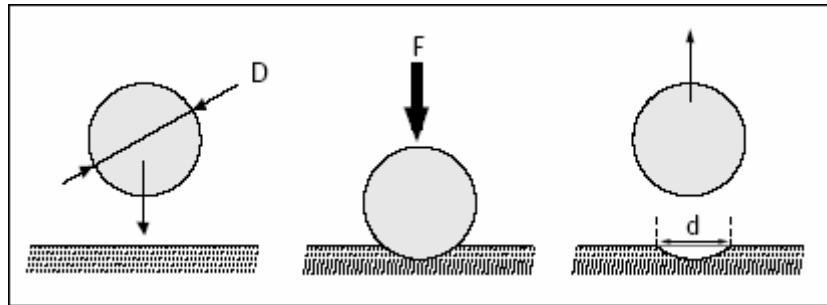
Si on mesure la longueur et la largeur de l'empreinte à l'aide d'un microscope, la microdureté de Knoop (HK) est donnée par la formule suivante :

$$HK = \frac{14.229F}{D^2} \quad (\text{I-21})$$

Où  $f$  est la charge en kgf et  $D^2$ , l'aire de l'empreinte en millimètres carrés.

La norme de microdureté Knoop a été adoptée en 1969.

### b- L'essai Brinell



**Figure I-15 :** Essai de microdureté brinell.

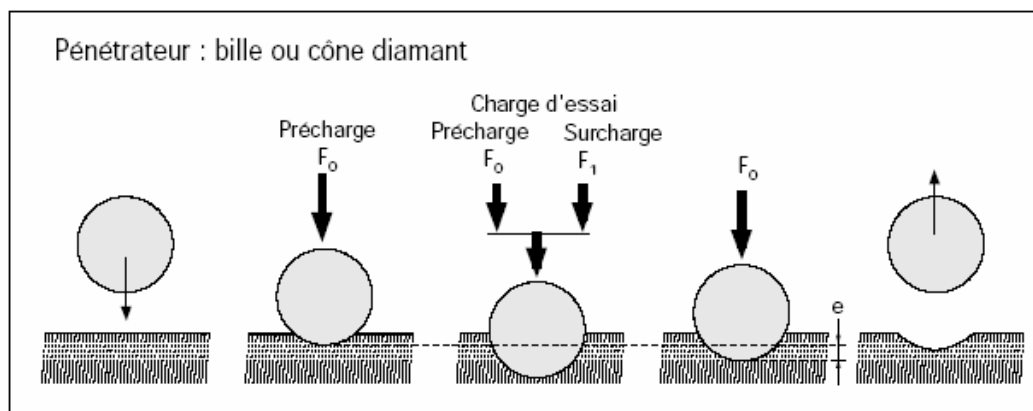
L'essai brinell utilise comme poinçon une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre (D). la pression est maintenue pendant 15 à 30 secondes selon le métal.

On applique une charge (F) de 500 ou 3000 kgf.

$$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{I-22})$$

On doit l'essai brinell à l'ingénieur métallurgiste suédois Johan brinell (1849-1925). Il s'applique aux métaux peu durs, la norme brinell de microdureté été éditée dès 1924.

### c- L'essai Rockwell



**Figure I-16 :** Essai de microdureté Rockwell

Application d'un cône en diamant d'angle au sommet  $120^\circ$  (Rockwell C) ou d'une bille d'acier de 1.6 mm de diamètre (Rockwell B) pendant un temps défini et suivant une force déterminée de 600 à 1500 N (avec 100N de précharge) pour un essai Rockwell, superficiel.

L'essai consiste à appliquer une précharge, puis une force supplémentaire (surcharge), et à revenir à la précharge. Le cône ou la bille reste alors enfoncé d'une profondeur  $e_1$  supérieure à la profondeur  $e_0$  obtenue suite à la précharge. Mesure de la profondeur rémanente du pénétrateur ( $e=e_1-e_0$ ).

Permet le calcul de la microdureté selon la formule :

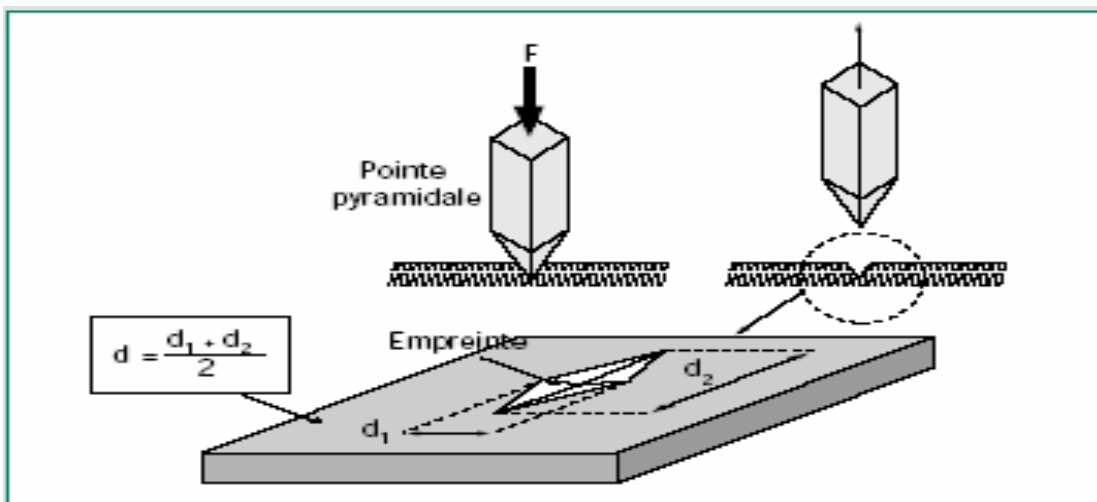
Rockwell C

$$\text{HRC}=500(100-(e_1-e_0))$$

Rockwell B

$$\text{HRB}=500(130-(e_1-e_0))$$

#### d- L'essai Vickers



**Figure I-17** : Essai de microdureté Vickers

La microdureté Vickers a été connue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un indenteur sous une charge donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont

Les faces opposées font un angle de  $136^\circ$ . Dans notre cas la charge appliquée est comprise entre 1 et 10 N, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope.

On mesure la longueur  $d_1$  et  $d_2$  des deux diagonales et on prend la valeur moyenne, la microdureté Vickers  $H_V$  est donnée par la relation suivante

$$H_V = \frac{F}{S} = \quad (I-23)$$

$$S = \frac{d^2}{2 \sin \frac{136^\circ}{2}} \quad (I-24)$$

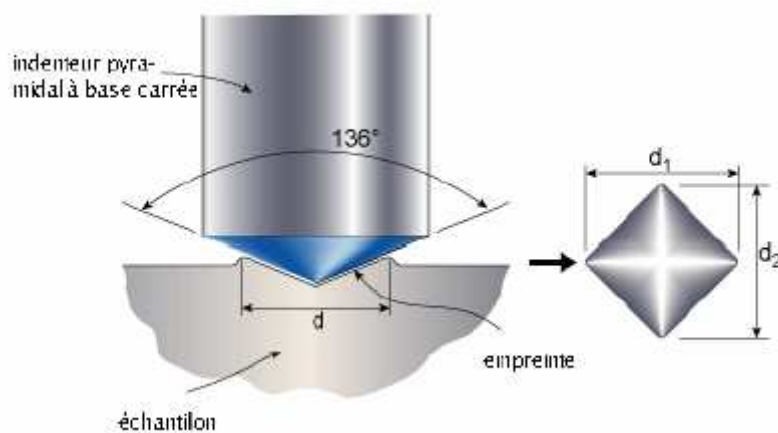
$$H_V = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (I-25)$$

Où

$F$  : est la charge appliquée,

$S$  : surface imprimée sur l'échantillon,

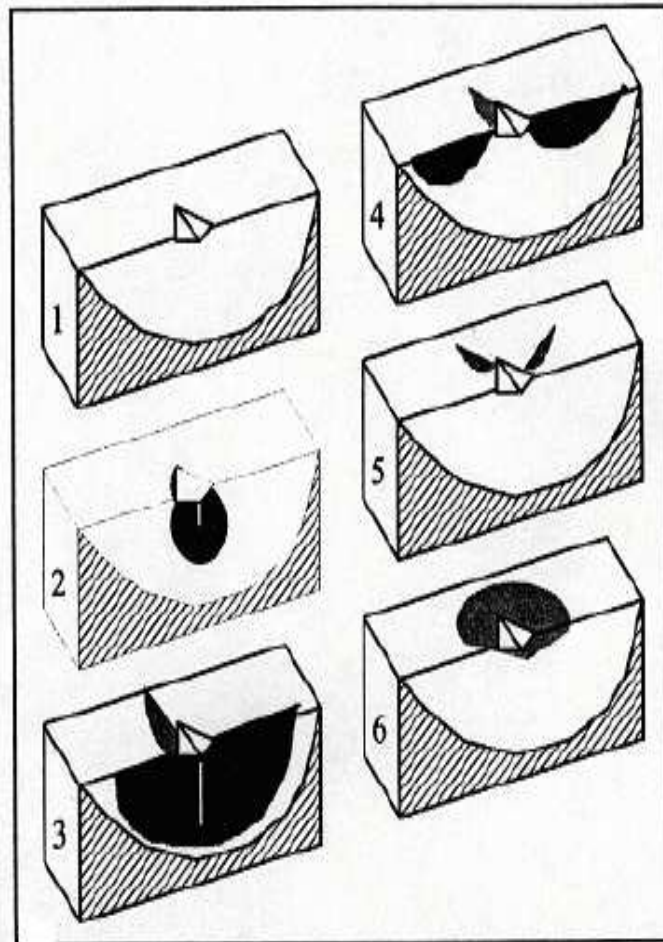
$d$  : diagonal de l'empreinte



**Figure I-18** : Mesure des diagonales.

### I-3-1-3 *Forme et chemin des fissures*

Dans le cas de l'indentation Vickers, la fissuration se produit au déchargement lorsque les contraintes résiduelles créées par la zone déformée pendant le chargement entrent en jeu. Si on résume les principales étapes qui décrivent l'initiation et le développement des fissures on obtient les séquences suivantes (figure I-19)



**Figure I-19** : Schématisation de la séquence de formation de fissures sous l'action d'un indenteur Vickers:(1) empreinte du diamant Vickers, (2) fissure médiane, (3) fissure half-penny, (4) fissure radiale primaire, (5) fissure radiale secondaire, (6) fissure latérale [29]

Les observations réalisées sur du verre par B. LAWN et M. SWAIN montrent que les phases de chargement et de déchargement d'un indenteur aigu peuvent être décrites par la série des six schémas indiqués dans la figure (I-19). chaque schéma correspond à une étape bien précise :

a –Début de chargement : l'indenteur produit une zone de déformation homogène autour du point de contact. La taille de cette zone augmente avec la charge, on admet cependant que la pression moyenne,  $P_m$ , sur l'élément de surface reste constante et égale à

$$P_m = \frac{P}{\alpha\pi a^2} \quad (I - 26)$$

Où  $\alpha$  est une constante dépendante de la géométrie de l'indenteur ( $\alpha=1$  pour un pointeau conique,  $\alpha = \pi/2$  pour un diamant Vickers),  $a$  est la largeur de la zone d'indentation et  $P$  est la charge appliquée à l'indenteur.

b - Charge critique : à une certaine valeur de la charge, il y a initiation subite d'une fissure sous la zone de contact, là où la concentration des contraintes est la plus forte. Cette fissure se trouve dans un plan symétrie : elle est appelée fissure médiane

c – Croissance stable : la fissure médiane s'agrandit de façon stable avec une augmentation de la charge.

d – Début déchargement : la fissure médiane commence à se refermer, mais elle ne guérit pas,

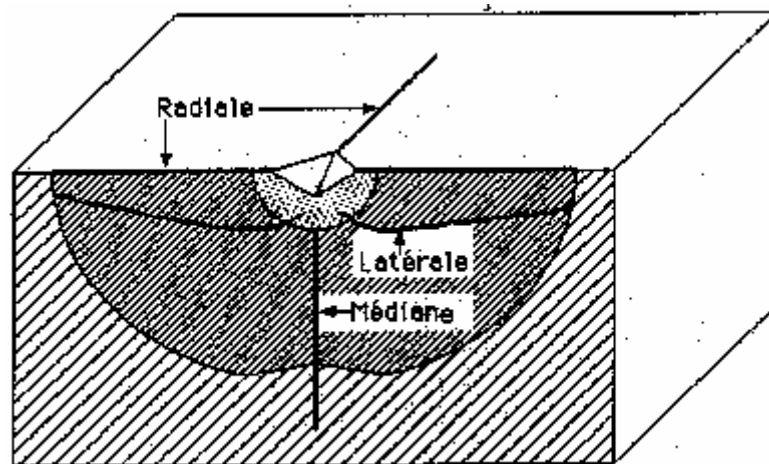
e –Effet des contraintes résiduelles : la présence du matériau déformé dans la zone de contact induit des fortes contraintes résiduelles de traction qui se superposent aux contraintes appliquées. Il y a fissuration latérale.

f – Déchargement complet : les fissures latérales continuent de croître et peuvent provoquer un écaillage. De même, les fissures radiales atteignent leur état d'équilibre sous l'action des contraintes résiduelles.

Les différentes fissures qui entrent en jeu pendant un cycle d'indentation, sont de trois types (figure I-20)

- La fissure médiane : elle s'étend en profondeur pendant le chargement sous l'action du champ élastique et atteint sa taille d'équilibre à la charge maximale.

- Les fissures radiales : elle prennent naissance aux angles de l’empreinte et se développent sous l’action des contraintes résiduelles.
- Les fissures latérales : elles proviennent également de l’action des contraintes résiduelles et se développent presque parallèlement à la surface, elles sont responsables de l’écaillage.



**Figure I-20** : Schéma de trois types de fissures engendrées par l’indentation

#### **I-3-1-4 L’essai de la Ténacité**

##### I-3-1-4 -1 Définition

La ténacité est une caractéristique mécanique de résistance qui relève de la mécanique de la rupture, c’est-à-dire de la mécanique des pièces initialement fissurées. Elle exprime la résistance du matériau à la propagation d’une fissure. Elle est définie soit par le facteur d’intensité de contrainte critique  $K_{IC}$  soit par l’énergie de rupture  $G_C$ .

Le chargement d’une pièce fissurée induit une modification du champ de contrainte à fond d’entaille. On définit alors le facteur d’intensité de contrainte  $K_{IC}$ . Il caractérise l’intensité de la singularité du champ de contrainte à la pointe à la fissure. Ce facteur d’intensité de contrainte dépende :

- du mode de sollicitation de la fissure
- de la géométrie de la fissure et de la pièce.

Si l'on augmente le niveau de chargement, la fissure s'agrandit jusqu'à une taille critique à partir de laquelle elle se propage brutalement entraînant la rupture de la pièce. A cette taille critique correspond une valeur du facteur d'intensité de contrainte notée  $K_{IC}$  appelé de ce fait facteur d'intensité de contrainte critique. Ce facteur dépend bien sûr du mode de chargement mais également du matériau. L'unité de cette caractéristique est le  $MPa\sqrt{m}^{1/2}$ .

D'une manière générale,  $K_{IC}$  a la forme suivante

$$K_{IC} = \sigma_f Y \sqrt{a\pi} \quad (I-27)$$

Où

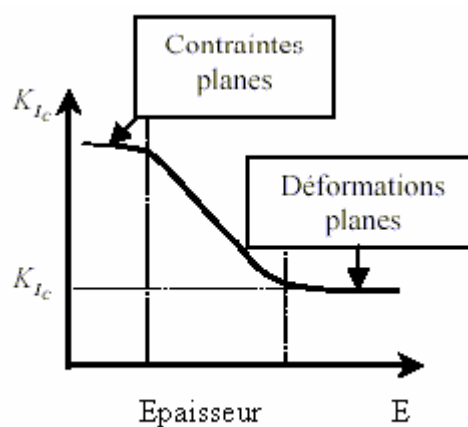
$Y$  : facteur géométrique qui peut dépendre de  $a$  et de la dimension des échantillons

$\sigma_f$  : contrainte à la rupture

$a$  : longueur de la fissure

La ténacité  $K_{IC}$  joue le même rôle en MLR que la limite d'élasticité en mécanique classique. Elle dépend elle aussi d'un certain nombre de paramètres (températures d'essai, vitesse de déformation, épaisseur du matériau...).

Les évolutions caractéristiques de  $K_{IC}$  obtenues à partir d'essais normalisés sont représentées schématiquement sur la figure suivante:



**Figure I-21** : Variation caractéristique de la ténacité  $K_{IC}$

L'épaisseur influe sur l'état de contraintes. Dans les éprouvettes d'essais de faible épaisseur (plaques), chargées en mode I dans leur plan, l'état de contraintes planes est prédominant et la

valeur critique du  $K_{IC}$  en mode I est élevée, notamment dans les matériaux ductiles. Lorsque l'épaisseur augmente, on observe une transition vers un état de déformations planes, le  $K_{IC}$  critique diminue et n'évolue plus au-delà d'une certaine épaisseur : c'est cette valeur minimale stabilisée du  $K_{IC}$  qui définit la ténacité du matériau [30].

### **3-1-4-2 Détermination de la ténacité par la méthode d'indentation Vickers**

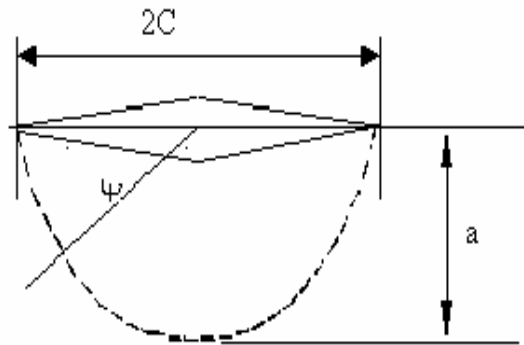
On distingue essentiellement deux méthodes pour la mesure de la ténacité par indentation :

- 1- la mesure de ténacité par la longueur de fissuration.
- 2- la méthode du défaut contrôlé, dans les deux cas, le défaut artificiellement créé est une empreinte. L'étude de la zone élasto-plastique au voisinage de l'empreinte permet le calcul de  $K_{IC}$ .

#### **a- la mesure de ténacité par la longueur de fissuration**

La technique d'indentation Vickers permet de mesurer la ténacité  $K_{IC}$  à partir des fissures radiales qui prennent naissance aux sommets de l'empreinte Vickers. Les trois types de fissures, vues précédemment, se combinent pour former un profil de fissure en fonction de la géométrie. Le profil de fissure (ou types de défaut) peut être soit du type médiane (figure I-22-a), soit du type Palmqvist (figure I-22-b). Niihara [31] a proposé que le profil de fissure est du type Palmqvist lorsque la valeur de  $c/a$  est petite ( $c/a < 3.5$  ou  $l/a < 2.5$ ), et que, au contraire, il est du type médiane lorsque la valeur de  $c/a$  est grande ( $c/a \geq 2.5$ ).





**Figure I-23** : Défaut demi elliptique introduit par indentation (diamant Knoop) [32].

$2C$  correspond à la largeur du défaut

$a$  correspond à la profondeur

$\Psi$ : angle entre le grand axe et le point considéré de l'ellipse (figure I-23 )

La valeur de  $M$  varie d'environ 1,03 à 1,20 suivant que la rupture se propage à partir du fond de la fissure ou de la surface de l'échantillon. Une approximation consiste à prendre  $M\sqrt{\pi} = 2$  soit:

$$K_c = \frac{2\sigma_f (a)^{1/2}}{\phi} \quad (\text{I-29})$$

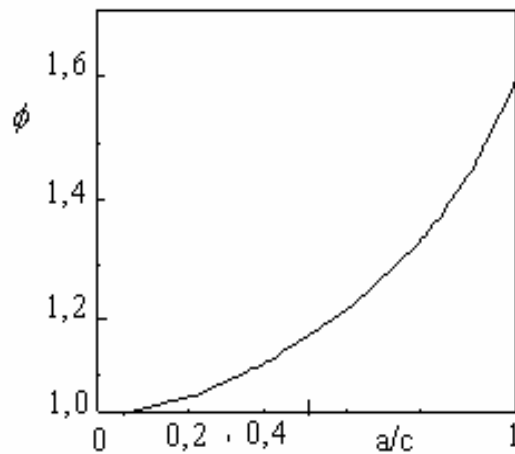
Cette approximation est plausible dans la mesure où l'origine de la rupture sur l'ellipse est assez mal définie dans le cas de petits défauts.

Le paramètre  $\phi$  est en fonction de  $a/c$  et de l'angle ( $\psi$ ) entre le grand axe et le point considéré sur l'ellipse. Il est donné par :

$$\phi = \int_0^{\pi/2} \left[ \sin^2 \psi + \frac{a^2}{c^2} [\cos^2 \psi]^{1/2} \right] d\psi \quad (\text{I-30})$$

C'est une fonction qui varie de 1 à  $\pi/2$  lorsque  $a/c$  varie de 0 à 1.

L'évolution de la fonction  $\phi$  avec  $a/c$  est représentée dans la figure I-24:



**Figure I- 24 :** Evolution du paramètre  $\phi$  en fonction du rapport  $a/c$

#### **I-3-1-4-3** Calcul de $K_{IC}$

Pour le calcul de la ténacité  $K_{IC}$ , plusieurs relations ont été proposées par différents auteurs suivant le profil de la fissure obtenue: fissure du type radiale (Palmqvist) ou du type Half-penny (système de fissures médiane -radiale). Ces relations sont données dans le tableau : I-1

Tableau : I-1 Modèles utilisés pour le calcul de la ténacité.

Ténacité $K_{IC}$ fissure de type Half-penny		Référence
<b>NIIHARA et al:</b>	$K_{IC}=0.203(Ha^{1/2})(c/a)^{-1.5}/\phi$	[33]
<b>NIIHARA et al:</b>	$K_{IC}=0.129(Ha^{1/2})(E\phi/H)^{0.4}(c/a)^{-1.5}/\phi$	[31]
<b>ANSTIS et al:</b>	$K_{IC} = 0.016(E/H)^{1/2}(P/C^{3/2}$	[34]
<b>EVANS:</b>	$K_{IC}=10^Y (Ha^{1/2})(E/H)^{0.4}$	[35]
<b>LAWN et al:</b>	$K_{IC}=0.0101P/(ac^{1/2})$	[29]
<b>LANKFORD</b>	$K_{IC} = 0.142(Ha^{1/2})(E\phi/H)^{0.4}(c/a)^{-1.56}/\phi$	[36]
<b>LAWN et al :</b>	$K_{IC}=0.0515P/c^{3/2}$	[37]
<b>EVANS et al</b>	$K_{IC}=0.079(P/c^{3/2})\log(4.5a/c)$	[38]
<b>EVANS et al:</b>	$K_{IC}=0.0824P/c^{3/2}$	[39]
<b>BLENDELL:</b>	$K_{IC}=0.0141(P/a^{3/2})(E/H)^{2/5}\log(8.4a/c)$	[40]
<b>LAWN et al :</b>	$K_{IC}=0.0134(E/H)^{3/2}(P/c^{3/2})$	[41]
<b>CHANTICUL et al:</b>	$K_{IC}=0.0154(E/H)^{1/2}(P/C^{3/2})$	[42]
<b>NIIHARA et al:</b>	$K_{IC}=0.0330(E/H)^{2/5}(P/c^{3/2})$	[43]
<b>LANKFORD:</b>	$K_{IC}=0.0363(E/H)^{2/5}(P/a^{3/2})(a/c)^{1.56}$	[44]
<b>LAUGIER:</b>	$K_{IC}=0.0095(E/H)^{2/3}(P/c^{3/2})$	[45]
<b>TANAKA:</b>	$K_{IC}=0.022(E/H)^{2/5}(P/c^{3/2})$	[46]
<b>NIIHARA:</b>	$K_{IC}=0.035(E/H)^{1/4}(P/c^{3/2})$	[47]
<b>LAUGIER:</b>	$K_{IC} = 0.010(E/H)^{2/3}(P/C^{3/2})$	[52]

Ténacité $K_{IC}$ fissure de type Palmqvist		Référence
<b>SHETTY:</b>	$K_{IC}=(HP/4l)^{1/2}[3(1-n^2)(2^{1/2}\pi\tan\psi)^{1/3}]$	[48]
<b>NIIHARA et al:</b>	$K_{IC}=0.035(Ha^{1/2})(E\phi/H)^{0.4}(l/a)^{-0.5}/\phi$	[31]
<b>BHAT:</b>	$K_{IC}=0.05(Ha^{1/2})(E\phi/H)^{0.4}(c/a)^{-0.36}/\phi$	[49]
<b>LAUGIER:</b>	$K_{IC}=0.015(E/H)^{2/3}(l/a)^{0.5}(P/C^{3/2})$	[50]
<b>SHETTY et al:</b>	$K_{IC}=0.0319P/5al^{1/2}$	[51]
<b>LAUGIER:</b>	$K_{IC}=0.0143(E/H)^{2/3}(a/l)^{1/2}(P/C^{3/2})$	[50]
<b>LIANG :</b>	$K_{IC}=(Ha^{1/2}/\phi)(H/E\phi)^{-0.4}(\alpha^{-1})(c/a)^{(C/18a)-1.51}$	[53]

La dernière relation [53] présente un avantage important car elle peut être utilisée pour mesurer la ténacité d'un matériau quelle que soit la charge appliquée et le profil de formée autour de l'empreinte.

Où

E : est le module d'élasticité.

H : la microdureté Vickers.

$\phi$  : Facteur de contrainte.

P : la charge appliquée sur l'indenteur.

$$\alpha = 14 \left[ 1 - 8 \left( \frac{4\nu - 0.4}{1 + \nu} \right)^4 \right]$$

$\nu$  : Coefficient de poisson.

Un certain nombre d'auteurs [41, 38, 36, 33, 35, 48, 50], ont obtenu une série de relations valables (Tableau I.1) pour différents matériaux dans différentes conditions expérimentales. Ces formules peuvent se classer en deux types (médiante et Palmqvist) correspondants aux deux types de profil de fissures (Fig.I-22).

### a- Fissuration de type médiane

LAWN et ses collaborateurs [37,41], en appliquant le principe de l'équilibre énergétique sur une fissure bien développée (profil de type médiane) donnent l'équation:

$$K_C = \chi \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}} \quad (I-31)$$

EVANS et CHARLES [39], en combinant la formule de microdureté ou  $H_v = \frac{\sin y P}{2a^2}$  (I-32)

, changent la forme de l'expression  $K_C = \chi P/c^{3/2}$  (I-33)

Où

P: charge appliquée par l'indenteur,

c: profondeur du défaut ou longueur de fissure radiale (Figure I-22-a),

G: énergie de déchirure par unité de surface,

$K_C$ : facteur critique d'intensité de contrainte,

$\chi$ : coefficient de proportionnalité, déterminé pour un système indentation/échantillon donné.

En:

$$\frac{K_C \emptyset}{Ha^{1/2}} = g(c/a)^{-3/2} \quad (I-34)$$

où  $\emptyset$  est un facteur de contrainte ( $=3$ ) et  $g$  une constante empirique. EVANS et CHARLES [39], ont trouvé  $g=0.48$ .

NIIHARA et al. [33], travaillant sur SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et B<sub>4</sub>C frittés sous pression, SiC fritté naturellement, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fabriqué par dépôt en phase vapeur et un verre sodo-calcique, ont obtenu  $g=0.203$

$$\frac{K_C \emptyset}{Ha^{1/2}} = 0.203(c/a)^{-3/2} \quad (I-35)$$

Dans leur étude, EVANS et CHARLES [39], en utilisant l'équation (I-34) ou (I-35), ont trouvé qu'il n'y a pas de coïncidence exacte des valeurs de rupture ( $K_C \emptyset / Ha^{1/2}$ ) pour les différents matériaux. EVANS et CHARLES [39], et ANSTIS, CHANTIKUL, LAWN et MARSHALL [42,59], en analysant le champ élastique/plastique, ont obtenu l'équation

$$K_C = K_r = \xi \frac{(E/H)^{1-m} P}{c^{3/2}} = \xi (E/H)^n P / C^{3/2} \quad (I-36)$$

avec  $n=1-m$ .

Ou

$$\frac{K_C \emptyset}{Ha^{1/2}} (H/E \emptyset)^n = k(c/a)^{-3/2} \quad (I-37)$$

en introduisant le rapport  $(E/H)^n$  donnant ainsi une base physique pour la détermination du  $K_C$ . EVANS et CHARLES [39], ont obtenu  $n=0.4$ ; ANSTIS, CHANTIKUL, LAWN et MARSHALL [42,59], ont obtenu  $n=0.5$ ; LAUGIER [52], a obtenu  $n=2/3$ .

Pour  $n=0.4$ , la formule proposée par BLENDALL [40] décrit les résultats expérimentaux mais avec une dispersion importante:

$$\frac{K_C \emptyset}{Ha^{1/2}} (H/E \emptyset)^{0.4} = 0.055 \log 8.4a/c \quad (I-38)$$

A partir des données de DAWIHL et ALTMAYER [31], NIIHARA et al [31] ont trouvé  $k=0.129$  pour l'expression (I-39)

$$\frac{K_C \emptyset}{Ha^{1/2}} (H/E \emptyset)^{0.4} = 0.129 (c/a)^{-3/2} \quad (I-39)$$

avec la condition restrictive  $c/a \geq 2.5$ .

Plus récemment, A. G. EVANS [35], a affiné l'analyse et l'expression peut s'écrire

$$K_C = 10^Y (E/H)^{0.4} Ha^{1/2} \quad (I-40)$$

avec

$$Y = -1.59 - 0.34x - 2.02x^2 + 11.23x^3 - 24.97x^4 + 16.32x^5$$

et

$$x = \log(c/a)$$

Pour  $n=0.5$ , la constante  $\xi$  de l'équation (I-36) apparaissant dans cette expression, a été calibrée par ANSTIS et al [42], avec une série de matériaux ayant une ténacité variant de 0.75 MPam<sup>1/2</sup> à 12 MPam<sup>1/2</sup>; la valeur trouvée est  $\xi = 0.016 \pm 0.004$  dans la formule

$$K_C = 0.016 (E/H)^{0.5} p/c^{3/2} \quad (I-41)$$

La même famille de points est représentée par LAWN et al. [41] par la formule :

$$K_C = 0.028 \frac{(H/E)^{1/2}}{Ha^{1/2}} (c/a)^{-3/2} \quad (I-42)$$

Pour  $n=2/3$ , Laugier [52], a obtenu la formule:

$$K_C = 0.010 (E/H)^{2/3} P/C^{3/2} \quad (I-43)$$

### **b- Fissuration de type Palmqvist**

En se basant sur l'analyse mécanique du défaut médiane, Palmite [55,56] a tout d'abord proposé que la longueur de fissure radiale, ( $l=c-a$ ), issue de l'angle de l'empreinte (fig I-22-b) peut être une mesure de la ténacité pour une faible charge appliquée.

NIIHARA et al [31] ont trouvé que les valeurs de rupture d'alliages WC-Co dévient de la courbe universelle d'EVANS et CHARLES pour les faibles valeurs de  $c/a$ . Comme explication à cette déviation, ils ont proposé que le profil de fissure est du type Palmqvist lorsque la valeur de  $c/a$  est petite ( $c/a < 3.5$  ou  $l/a < 2.5$ ), et que, au contraire, il est du type médiane lorsque la valeur de  $c/a$  est grande ( $c/a \geq 2.5$ ).

EXNER [57], travaillant sur les cermets WC-Co contenant de faible teneur de Co, a trouvé que la résistance à la fissuration,  $\omega$ , est en relation avec la charge appliquée (P) et avec la longueur moyenne de fissures (l):

$$\omega = P/4l \quad (I-43)$$

OGILVY et al [58], et PERROTT [31], ont proposé que l'équation (I-43), sur les matériaux WC-Co contenant de haute teneur de Co, doit être modifiée:

$$\omega = P - P_0/4l \quad (I-44)$$

où  $P_0$  est le seuil de charge appliquée pour l'initiation de fissure.

Plus récemment, NIIHARA [47] ainsi que WARREN et MATZKE [48] ont proposé indépendamment une relation du type:

$$K_{IC} = \beta (H\omega)^{1/2} \quad (I-45)$$

où  $\beta$  est une constante non dimensionnelle qui dépend, dans le modèle de NIIHARA, du rapport du module d'Young et de la microdureté [47].

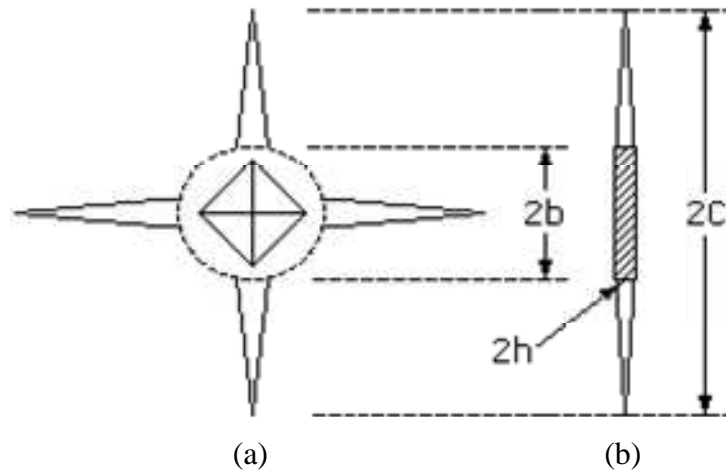
SHETTY et al [48], utilisant les équations (I-44) et (I-32), ont obtenu:

$$c = 1 + a \left( \frac{P - P_0}{4w} + (P/2H)^{1/2} \right) \quad P > P_0 \quad (I-46)$$

Dans leurs expériences, ils ont observé que pour le défaut du type Palmqvist, les deux modèles (Eq. I-33 et Eq. I-46) donnent des résultats proches des résultats expérimentaux (courbes  $c$  en fonction de  $P$ ); mais que la corrélation avec les résultats expérimentaux est meilleure pour le modèle Palmqvist (Eq. I-46) que pour le modèle médiane (Eq. I-33).

SHETTY et al [48] ont considéré le défaut Palmqvist comme un problème bidimensionnel et ils ont proposé que le défaut Palmqvist ouvert par la zone plastique résiduelle après déchargement est équivalent à un défaut pénétrant chargé par un coin d'épaisseur  $2h$  (Fig. I-24). Pour celui-ci, Barenblatt et Tweed ont donné [48]:

$$K_{IC} = \frac{Eh}{(1-n^2)(2pl)^{1/2}} \quad (I-47)$$



**Figure I-25 :** Défaut Palmqvist (a) et un défaut analogue chargé par un coin de largeur  $2h$  (b).

SHETTY et al [48], ont proposé que l'épaisseur du coin ( $2h$ ) est donnée par l'expansion radiale de la zone plastique ( $2\delta b$ ) sous l'empreinte et que l'expansion a besoin de s'accommoder au volume ( $\delta V$ ) de l'empreinte (Fig. I-25):

$$\delta V = \frac{2^{1/2}a^3}{3\tan\psi}$$

$$2h = 2\delta b = \frac{dV}{pb^2} = \frac{2^{1/2}a^3}{3pb^2 \tan Y} \quad (\text{I-48})$$

Le rapport  $b/a$  peut être donné par:

$$b/a = (E/H)^{1/2}(2^{1/2}\tan\psi)^{-1/3} \quad (\text{I-49})$$

Donc, SHETTY et al [48] ont obtenu:

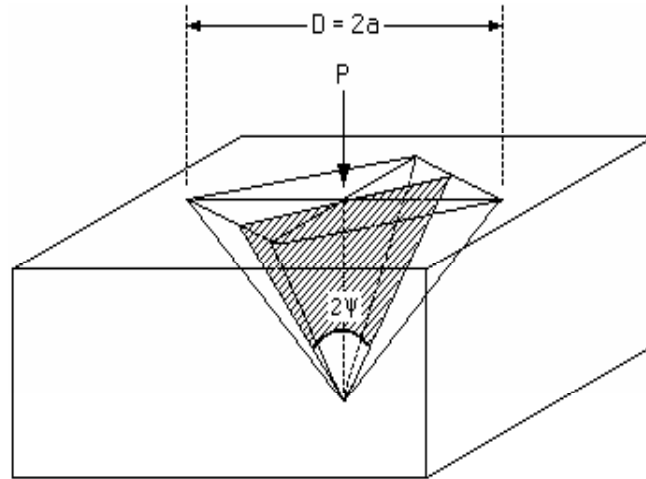
$$K_{IC} = \beta_1 \left( \frac{HP}{4l} \right)^{1/2} \quad (\text{I-50})$$

où  $\beta_1 = 1/[3(1-\nu^2)(2^{1/2}\pi\tan\psi)^{1/3}]$ . La combinaison de l'équation (I-32) et de l'équation (I-45) ou (I-50) permet d'écrire:

$$\frac{K_{IC}\sigma}{Ha^{1/2}} = \beta_2 (1/a)^{-1/2} \quad (\text{I-51})$$

où

$$\beta_2 = \frac{1}{2^{1/2}(1-\nu^2)(2^{1/2}\pi\tan\psi)^{1/3}}$$



**Figure I-26 :** Empreinte produite par l'indenteur Vickers.

NIIHARA et al [31] ont découvert qu'il n'y a pas de coïncidence exacte des valeurs de rupture ( $K_{IC}\varnothing/Ha^{1/2}$ ) sur les faibles valeurs du rapport  $l/a$  pour différents matériaux.

Selon la méthode de EVANS et CHARLES [39], un paramètre normatif,  $(H/E\varnothing)^{0.4}$ , est ajouté à l'équation (I-50) et l'équation suivante peut être obtenue:

$$\frac{K_{IC}\varnothing}{Ha^{1/2}}(H/E\varnothing)^{0.4} = \beta_3 (l/a)^{-1/2} \quad (I-52)$$

Où  $\beta_3$  est une constante. NIIHARA et al [31], ont obtenu  $\beta_3 = 0.035$ .

BHAT [49], a corrigé l'expression d'EVANS et CHARLES [39] pour mesurer la ténacité de SiC et Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fabriqués par dépôt en phase vapeur. Les résultats montrent qu'il y a des disparités considérables avec le  $K_{IC}$  calculé et que la pente de la courbe est de -0.36. A partir de ces résultats, il a obtenu l'expression pour  $K_{IC}$  correspondant aux faibles valeurs de  $c/a$ :

$$\frac{K_{IC}\varnothing}{Ha^{1/2}}\left(\frac{H}{E\varnothing}\right)^{0.4} = 0.05(c/a)^{-0.36} \quad (I-53)$$

LAUGIER [50] a utilisé un paramètre  $(H/E)^{2/3}$  au lieu de  $(H/E\varnothing)^{0.4}$  et a obtenu :

$$K_{IC} (H/E)^{2/3} = \beta_4 (l/a)^{-1/2} \frac{P}{C^{3/2}} \quad (I-54)$$

Où  $\beta_4=0.015$ .

### c- Fissure de type mixte médiane – Palmqvist

Lankford [36] n'approuve pas les analyses de NIHARA [31] et a argumenté le comportement du défaut Palmqvist de façon identique aux fissures radiale/médiane développées complètement. Il a noté que les valeurs de rupture pour ZnSe et ZnS d'EVANS et CHARLES ont été tracées par NIHARA et al [31] en fonction de  $l/a$  (type Palmqvist) et non pas de  $c/a$  (type médiane) bien que le type de profil de fissure ne soit pas identifié comme Palmqvist ou comme médiane. Lankford [36] a tracé les mêmes valeurs en fonction de  $c/a$  et a recombinaison avec d'autres valeurs d'EVANS et CHARLES et avec des valeurs de NIHARA et al [31] Il a trouvé que toutes les valeurs correspondent à l'équation (I-39) et qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser l'équation (I-52) pour ZnSe et ZnS. Lankford a utilisé des matériaux avec un défaut Palmqvist produit par faible charge d'indentation et un défaut médiane produit par forte charge. Il a modifié l'équation (I-39) par la Formule :

$$\frac{K_{C\emptyset}}{Ha^{1/2}} \left( \frac{H}{E\emptyset} \right)^{0.4} = 0.142(c/a)^{-1.56} \quad (I-55)$$

Cette formule peut être utilisée dans les deux cas: défauts Palmqvist et médiane.

La ténacité des céramiques peut être aussi déterminé par d'autres méthodes tel que les techniques de flexion trois points, et quatre points, la méthode de complaisance. Ces dernières nécessitent des éprouvettes de forme bien précise et un nombre important d'éprouvettes. Dans l'ensemble de ces différentes techniques de mesure de la ténacité, la méthode d'indentation Vickers reste la plus commode et la plus économique.

## **II-1 DESCRIPTION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS :**

### **II-1-1 Description des matériaux étudiés**

Trois types de céramiques ont été choisis pour notre étude, le premier est une alumine (il s'agit d'une alumine mince et alumine épaisse), le seconde type est une zircone et le troisième et le verre.

#### **II-1-1-1 L'alumine mince**

L'alumine mince (1 mm d'épaisseur) provenant de MORGAN LIMITED (Angleterre), est frittée à la température de 1650°C, de pureté 99,5%, de densité 3,87 g/cm<sup>3</sup>, de taille de grains inférieure à 3µm et de module de Young 371 GPa.

#### **II-1-1-2 L'alumine épaisse**

C'est une alumine élaborée au laboratoire G.E.M.P.P.M. de l'INSA de Lyon. La poudre de départ provient de BAIKOWSKI (France). Son analyse chimique indique la présence des éléments suivants (en p.p.m) : Fe (6), Na (19), Si (44), K (41), et Ca (3). Nommée SM8 cette poudre possède une pureté de 99,99 %, une surface spécifique de 10 m<sup>2</sup>/g, une phase cristalline alpha représentant 95%, une granulométrie inférieure à 1 micron, une densité apparente de 0,65. Le frittage sous charge de cette poudre s'est effectué à 1550°C. La charge appliquée au cours du frittage est de 40 MPa. L'alumine ainsi obtenue possède des grains dont la taille est comprise entre 2 et 5 µm, et de module de Young 390 GPa et se présente sous forme de pastilles de diamètre 35 mm et d'épaisseur 5 mm environ.

#### **II-1-1-3 Le verre (vitrocéramique)**

La vitrocéramique aluminosilicate utilisée, se compose des pourcentages en poids suivants: 69 % SiO<sub>2</sub>, 20 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3 % Li<sub>2</sub>O, 2 % TiO<sub>2</sub>, 2 % ZrO<sub>2</sub>, 2 % MgO.

Ce matériau de module de Young 80 GPa, provient du centre de recherche Corning Europe, sous forme de disques de 15 cm de diamètre et 5 mm d'épaisseur environ, bruts d'élaboration. La propriété principale qui nous a fait opter pour ce matériau est sa transparence. En effet des moyens optiques nous permettent d'observer directement les chemins et formes de fissures

qui ont lieu au coeur de l'éprouvette lors des essais d'indentation.

#### **II-1-1-4 la zirconne**

La zirconne industrielle partiellement stabilisée à 9% en mole de MgO (PSZZFME), fournie par DCT sous forme de plaquettes de dimensions 20×50×6 mm<sup>3</sup>. Ce matériau a été mis en forme par pressage isostatique et frittage naturel. Il se présente sous la forme d'une matrice de structure cubique contenant des précipités de phase tétragonale et monoclinique.

Le matériau est constitué de grains de taille moyenne 50 µm et présente une importante porosité intergranulaire et transgranulaire, la densité 5.7g/cm<sup>3</sup> et de module d'Young 220 GPa.

#### **II-1-2 Préparation des échantillons**

Les éprouvettes sont découpées en petits morceaux à l'aide d'une scie diamantée de faible épaisseur (0.1 à 0.2 mm), les échantillons ont subi l'opération de polissage. Cette opération commence par l'utilisation du papier abrasif n° 240 suivi du papier n° 600 puis du papier n° 1200, pendant une quinzaine de minutes et à pression de 0.5 bar sur l'éprouvette. Après ces trois étapes nous utilisons la pâte diamantée de 6 microns, appliquée sur une métallodisque puis la pâte de 3 microns suivis par celle de 1 micron. Ces deux dernières pâtes sont appliquées sur un disque muni d'un papier feutre.

### **II-2 DESCRIPTION DES TECHNIQUES DE MESURES**

#### **II-2-1 Caractérisation de l'appareil**

L'indentation Vickers est réalisée par un microduromètre Matsuzawa MXT 70 (figure II-1) (centre de recherche scientifique et technique en soudage et contrôle C.S.C.). L'indenteur est une pyramide de diamant de type Vickers à base carrée. L'appareil est doté de charges de 0.5; 1; 2; 3; 5; 10 N. La charge est appliquée pendant un temps de 15 secondes.

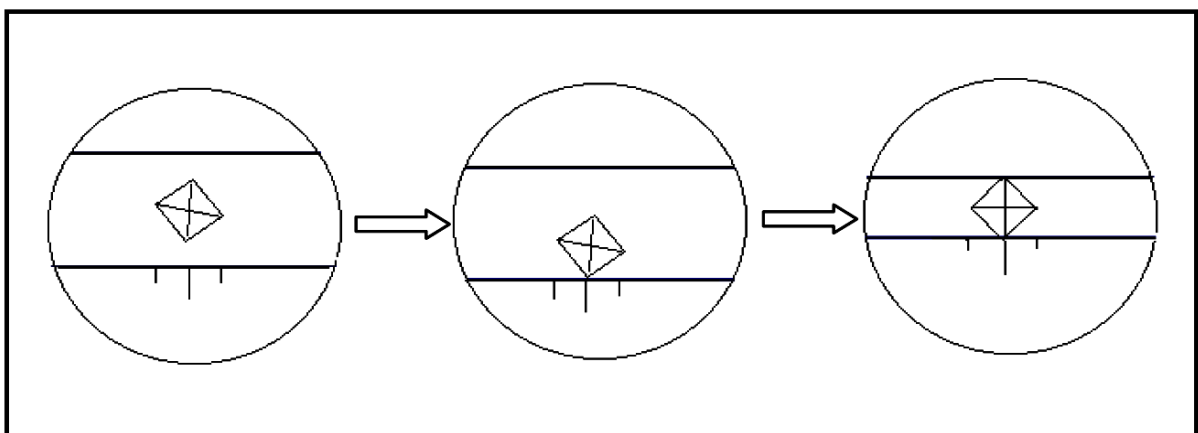
La mesure est faite grâce à un microscope optique équipé de objectifs de grossissement de 100 fois et 400 fois. La commande fonctionnelle automatique donne un affichage numérique



**Figure II-1 :** Micro-duromètre Vickers Matsuzawa / MXT 70.

### II-2-2 Procédés de mesure

L'échantillon préparé par polissage est posé sur une plaquette bien fixée à l'appareil afin d'assurer un bon parallélisme et éviter toute forme de vibration et obtenir ainsi une empreinte de qualité, le grossissement utilisé a été de 400fois, la charge d'indentation est appliquée progressivement pendant 15 secondes. Une fois l'empreinte obtenue elle est observée grâce au



**Figure II-2 :** Principe de mesure des diagonales de l'empreinte

réglage du flux de lumière adaptés. L'empreinte et les fissures radiales sont encadrées jusqu'à s'assurer que les bords de chacune d'elles se trouve entre deux traits parallèles (figure II-2). Les valeurs des deux diagonales de l'empreinte et les longueurs des fissure sont alors directement affichées en microns.

### II-2-3 Principe de mesure

#### II-2-3-1 La microdureté Vickers

Le microduromètre Matsuzawa MX70 est particulièrement approprié à la détermination de la microdureté (sous faible charge), il permet l'application de charge entre 0.5 et 10 N.

La microdureté est définie comme le rapport d'une force sur une surface ( $H = F/S$ ).

On mesure la longueur  $d$  des deux diagonales de l'empreinte, et puis on calcule la microdureté  $H_V$  à l'aide de la relation suivante :

$$H_V = 0.001854 \frac{F}{d^2}$$

$H_V$  : la microdureté Vickers (Gpa).

$F$  : la charge appliquée (N).

$d$  : la moyenne des deux diagonales de l'empreinte (mm).

#### II-2-3-2 La ténacité

La mesure de ténacité par indentation est une technique qui s'est développée récemment et présente un intérêt pour de nombreux matériaux : facilité de l'essai, pas de consommation d'échantillons. Elle est donnée par la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique en mode de rupture I ( $K_{IC}$ ).

Plusieurs relations ont été proposées selon le système de fissuration (tableau I-1) : soit de type Half-penny, soit de type Palmqvist.

Les valeurs de la ténacité sont calculées à partir des relations suivantes :

$$K_{IC} = (Ha^{1/2} / \phi) (H / E \phi)^{-0.4} (\alpha^{-1}) (c / a)^{(C/18a)-1.51} \quad (\text{Liang [53]})$$

Type Half-penny:

$K_{IC}=10^Y (Ha^{1/2}) (E / H)^{0.4}$	(Evans [35])
$K_{IC}=0.129(Ha^{1/2}) (E\phi / H)^{0.4}(c / a)^{-1.5}/\phi$	(Niihara 1[31])
$K_{IC} = 0.016(E / H)^{1/2} (P / C^{3/2})$	(Anstis [34])
$K_{IC} = 0.0154(E / H)^{1/2}(P / C^{3/2})$	(Chantikul [42])
$K_{IC} = 0.010(E / H)^{2/3}(P / C^{3/2})$	(Laugier 1 [52])

Type Palmqvist :

$K_{IC}=0.035(Ha^{1/2}) (E\phi / H)^{0.4}(l / a)^{-0.5}/\phi$	(Niihara 2 [31])
$K_{IC}=0.015(E / H)^{2/3}(l/a)^{0.5}(P / C^{3/2})$	(Laugier 2 [50])
$K_{IC}=0.05(Ha^{1/2}) (E\phi / H)^{0.4}(c / a)^{-0.36}/\phi$	(Bhat [49])

### **III- RESULTATS DE L'INDENTATION VICKERS**

Le but principal de notre étude est comparer les résultats de l'indentation Vickers obtenus par diverses formules trouvées dans la littérature, avec la formule de Liang. Cette formule concerne à la fois le type Palmqvist et le type Half-penny c'est pour cela que nous l'appelons formule standard de Liang. Les autres formules concernent soit le type Palmqvist uniquement soit le type Half-penny. La différence des formulations réside dans le fait que pour Liang l'étude de la rupture par champ de contraintes (critère d'Irwin) et l'étude par évaluation de l'énergie libérée par l'extension de fissure (critère de Griffith) doivent conduire à la même formulation quelque soit la géométrie de la fissure obtenue : Palmqvist ou type half-Penny. Les autres auteurs disent que l'énergie donnée au système doit se répandre différemment dans le matériau, selon que les contraintes créent tel ou tel type de fissuration.

En général, les matériaux ne présentent pas une bonne homogénéité, alors nous obtenons souvent, à la même charge d'indentation, des empreintes non identiques. A cet effet nous devons réaliser plusieurs empreintes pour en considérer la moyenne.

#### **III-1 ANALYSE DES DIFFERENTS TYPES DE FISSURES**

Les différents fissures qui se développent au cours d'un cycle de chargement – déchargement sous l'influence des contraintes élastiques et résiduelles provoquées sont de trois types : médiane, radiales et latérales

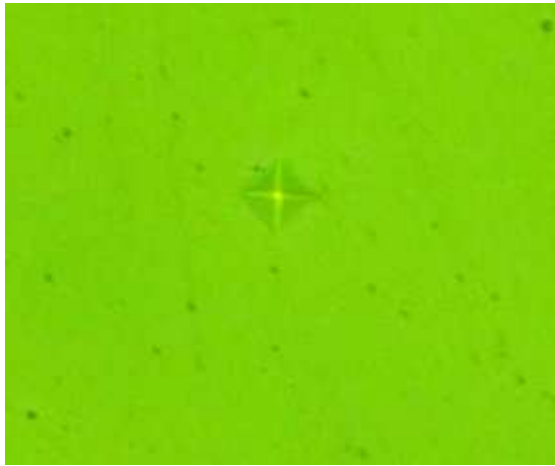
Dans notre travail, les charges ne dépassent pas 10 N, par conséquent nous n'observons pas les fissures latérales.

##### **III-1-1 Fissure médiane**

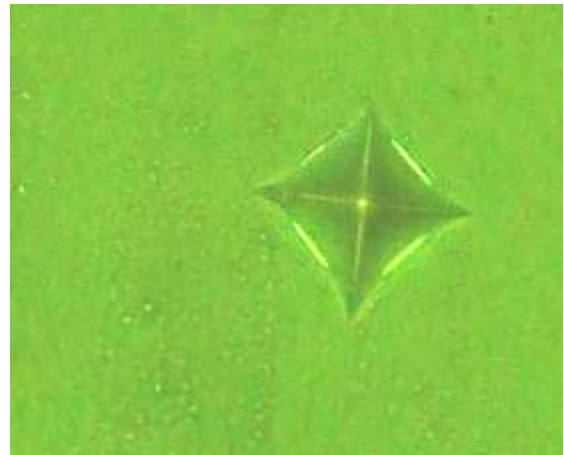
Au commencement du chargement, la fissure médiane est la première fissure qui se produit en profondeur sous l'effet du chargement mais qui n'apparaît pas en surface, et l'indenteur ne donne que l'empreinte que nous observons à la surface de l'échantillon.

La présence de cette fissure peut être confirmée par la technique de l'émission acoustique comme cela a déjà été réalisé dans des travaux précédents de magister au sein de notre laboratoire [54]. Cette technique donne un pic d'E.A lors du chargement du matériau par l'indenteur.

En général, dans notre travail les charges qui provoquent la fissure médiane sont comprises entre 1 et 3 N.



a) Photo de l’empreinte obtenue à 1N (zircone)



b) Photo de l’empreinte obtenue à 3N (verre).

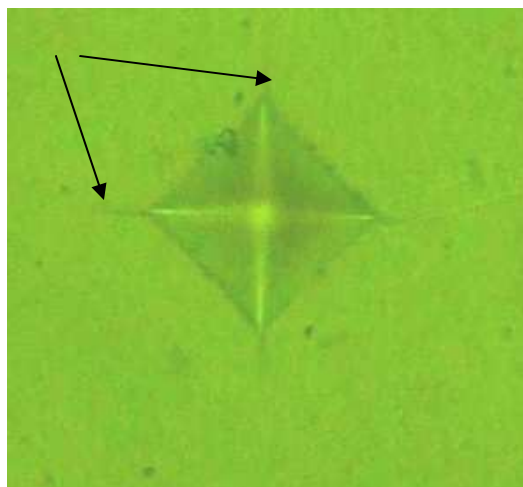
**Figure III-1** : Fissure médiane

### III-1-2 Fissures radiales

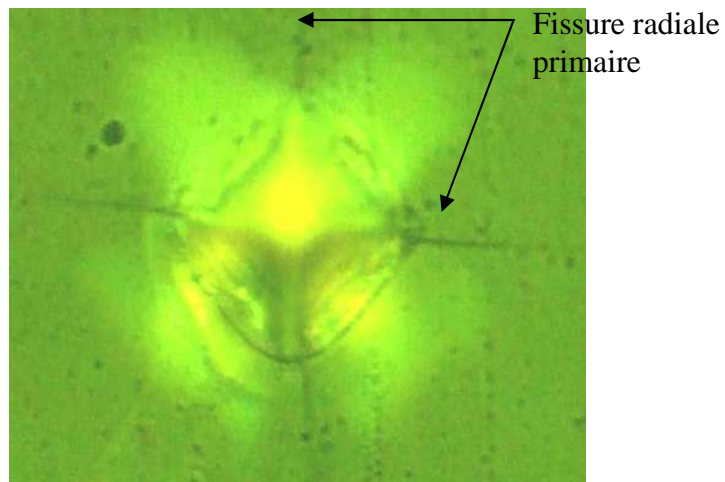
Il existe deux types de fissures radiales

#### *a- Fissures radiales primaires*

Contrairement à la fissure médiane ces fissures apparaissent en surface, elles apparaissent clairement et se distinguent des traits de polissage parce que ces fissures sont issues des pointes de l’empreinte, et sont dans le prolongement des diagonales de l’empreinte. C’est la mesure de leurs longueurs qui entre dans le calcul de la ténacité  $K_{IC}$ .

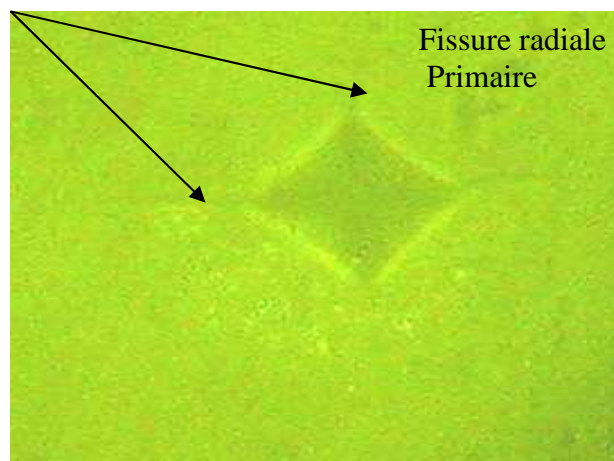


a) Photo de l’empreinte obtenue à 10N (zircone)



b) Photo de l’empreinte obtenue à 10N (verre)

Parfois les fissures radiales n’apparaissent pas sur les quatre coins de l’empreinte ou ne sont pas symétriques, ces anomalies peuvent être liées à l’inhomogénéité de certaines zones dans le matériau.



c) Photo de l’empreinte obtenue à 5 N (alumine épaisse)

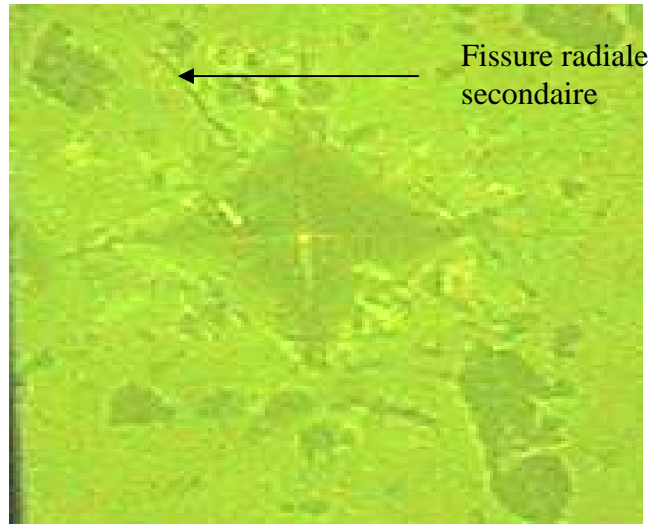
**Figure III-2** : Fissures radiales primaires

#### **b- Fissure radiale secondaire**

Ces fissures sont en général observées à côté des fissures radiales primaires ; elles sont des fissures radiales mais ne sont pas dans le plan des diagonales de l’empreinte, souvent elle

sont de plus petites longueurs et apparaissent quand la charge est plus élevée par rapport à celle qui provoque la fissure radiale primaire.

En général, dans notre travail les charges qui provoquent la fissure radiale primaire et secondaire sont comprises entre 1 et 10 N.



**Figure III-3 :** Fissure radiale secondaire obtenue à 10 N (alumine mince).

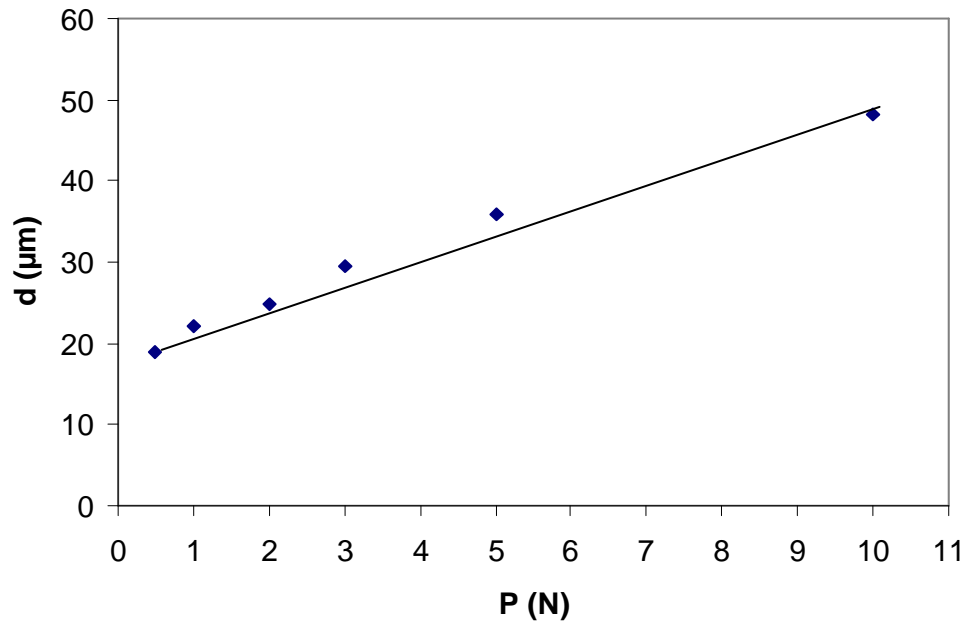
## III-2 CARACTERISTIQUES MECANIQUES

### III-2-1 Cas des alumines

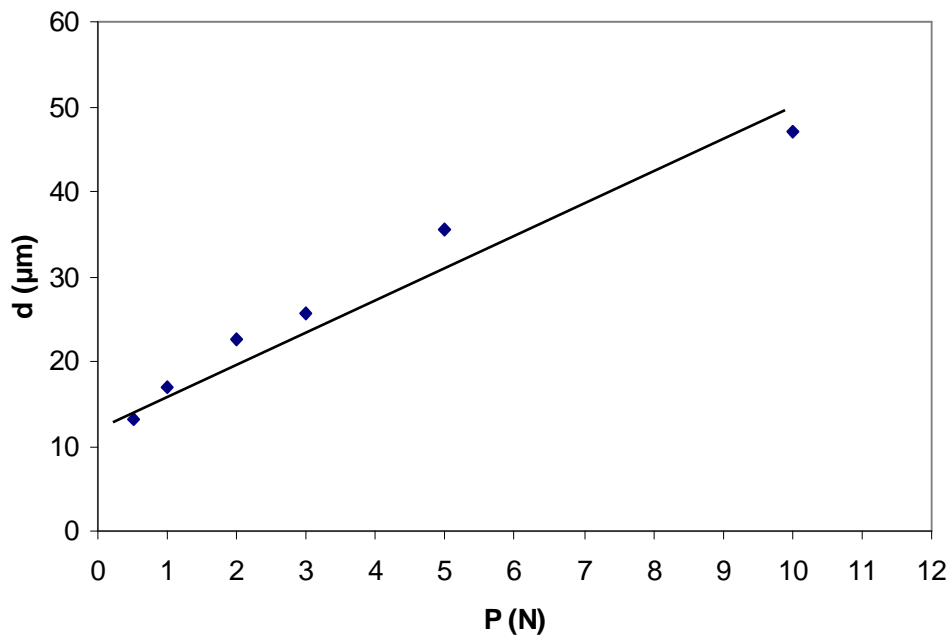
#### a- Mesure des diagonales des empreintes

Les variations des diagonales en fonction de la charge d'indentation appliquée est représentée sur les figures (III-4-a et III-4-b)

Comme la diagonale est une conséquence de la charge, elle augmente avec celle-ci, nous obtenons ainsi la variation quasi linéaire observée sur la figure (III-4-a-b).

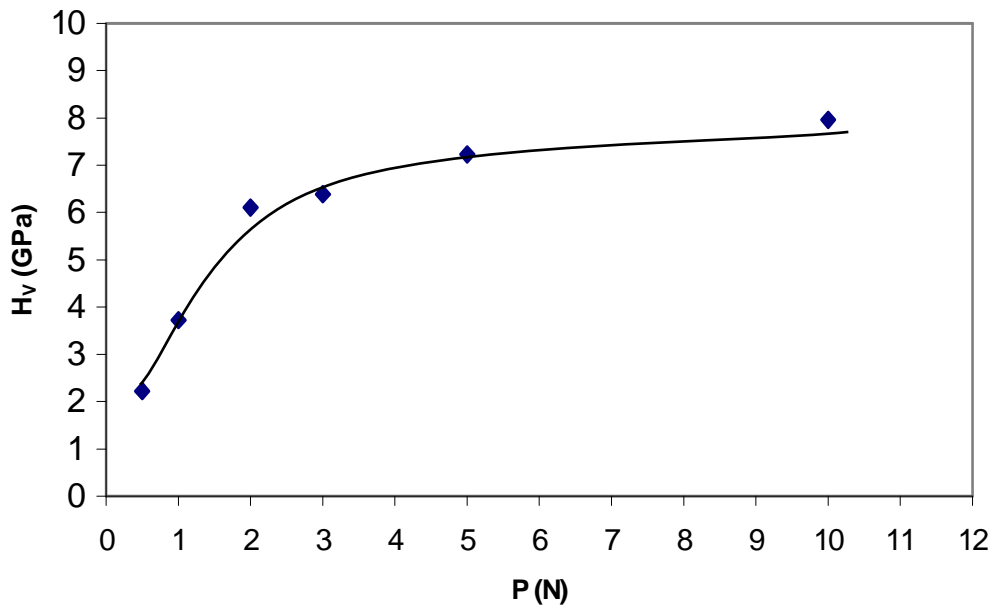


**Figure III-4-a :** Variations de la longueur de la diagonale de l’empreinte en fonction de la charge d’indentation. (Cas de l’alumine épaisse).

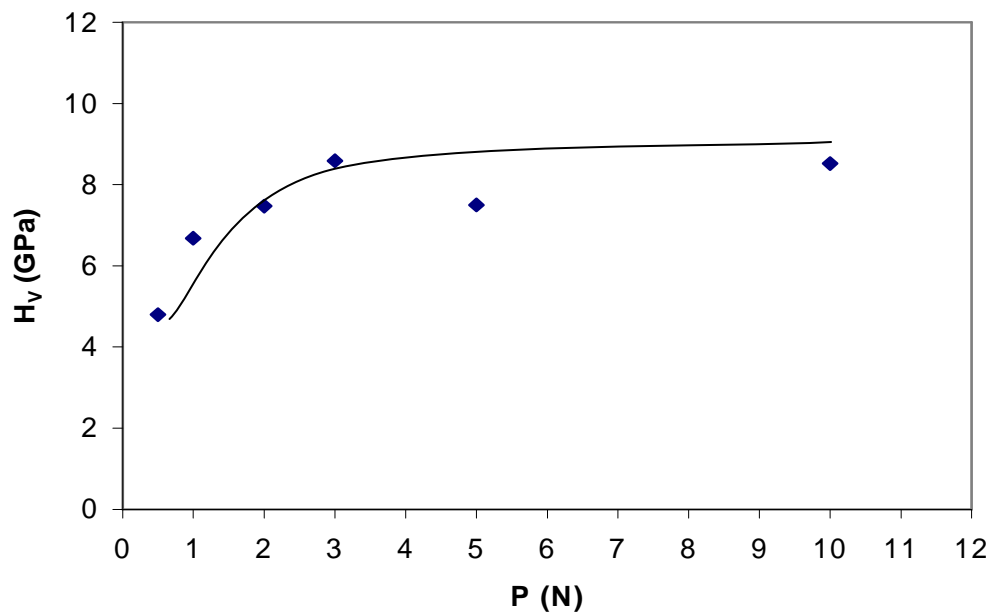


**Figure III-4-b :** Variations de la longueur de la diagonale de l’empreinte en fonction de la charge d’indentation. (Cas de l’alumine mince).

A titre comparatif nous remarquons que les valeurs de  $d$  sur l’alumine épaisse sont plus grandes que celles sur l’alumine mince.

**b- Microdureté**

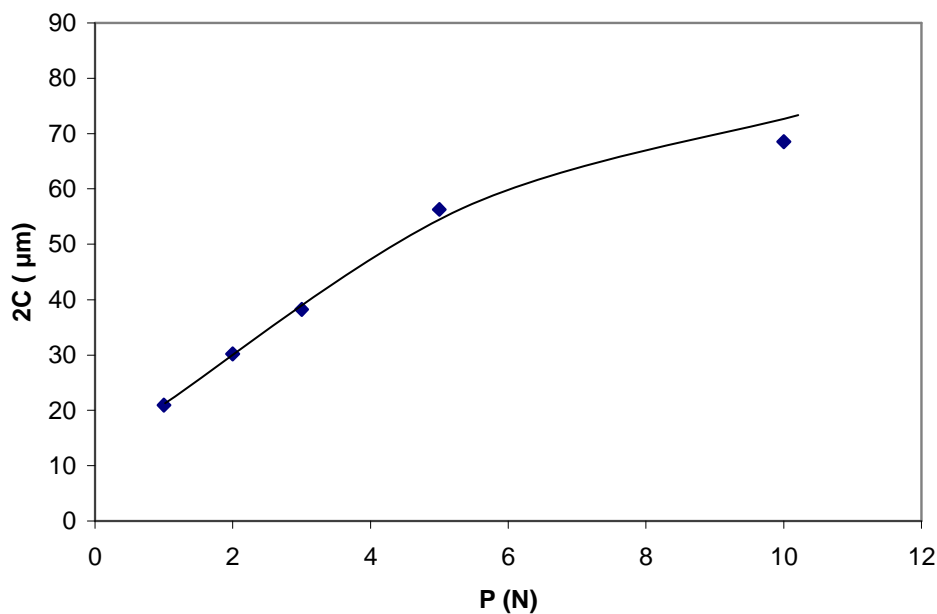
**Figure III-5-a :** Variations de la microdureté Vickers en fonction de la charge d'indentation. (Cas de la alumine épaisse).



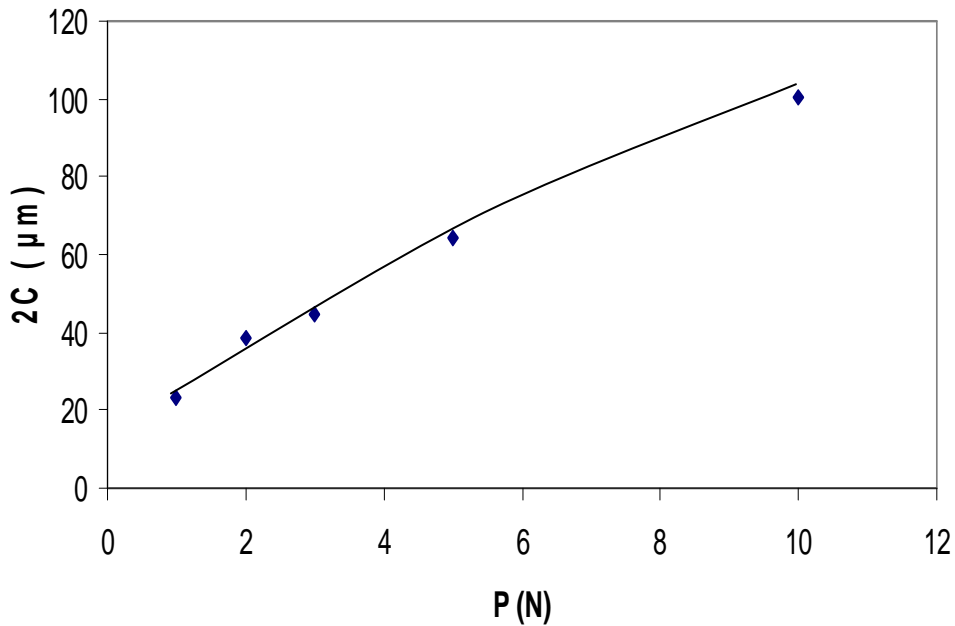
**Figure III-5-b :** Variations de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation (alumine mince).

Les figures (III-5-a) et (III-5-b) montrent l'évolution de la microdureté en fonction de la charge. Nous observons une variation très rapides aux charges inférieure à 2 N, ceci parce que l'indenteur touche très peu de grains considérés comme un seul matériau monocristallin dans lequel la déformation plastique est très faible. Donc quand la charge augmente, l'empreinte n'augmente pas ou très peu alors  $H_V$  varie très rapidement. Quand la charge dépasse 2 N, l'indenteur touche une grande zone et donc plusieurs grains, pores, défauts qui interviennent et provoquent la déformation plastique d'où, l'empreinte grandit avec la charge de telle manière que le rapport  $F/d^2$  reste quasi constante. C'est ce que montre les figures (III-5-a) et (III-5-b) où  $H_V$  est constante à partir de 2 N. La valeur de la microdureté d'alumine épaisse est de 7.2 GPa, et 8 GPa pour l'alumine mince.

### c - Longueurs des fissures



**Figure III-6-a :** Variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation. (Cas de l'alumine mince).



**Figure III-6-b :** Variations de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation (cas de l'alumine épaisse).

Les figures (III-6-a et III-6-b) montrent la variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation. Nous observons d'abord une variation rapide aux charges inférieures à 3 N, la zone indentée ne résiste pas la propagation de fissure, il s'agira certainement de quelques grains qui ont un comportement qui peut ressembler à celui d'un monocristal dans lequel rien n'arrête la propagation de fissure. Par contre, quand la charge appliquée est supérieure à 3 N, l'indenteur pénètre dans une zone plus large qui contient de nombreux obstacles des pores, des grains de différentes tailles, de joints de grains, et par conséquent la microstructure va résister à la propagation de la fissure.

Remarquons que l'alumine épaisse présente des valeurs de  $2C$  plus grandes que celles dans l'alumine mince. Ce qui prédit que la ténacité  $K_{IC}$  de l'alumine épaisse sera plus petite que celle de l'alumine mince.

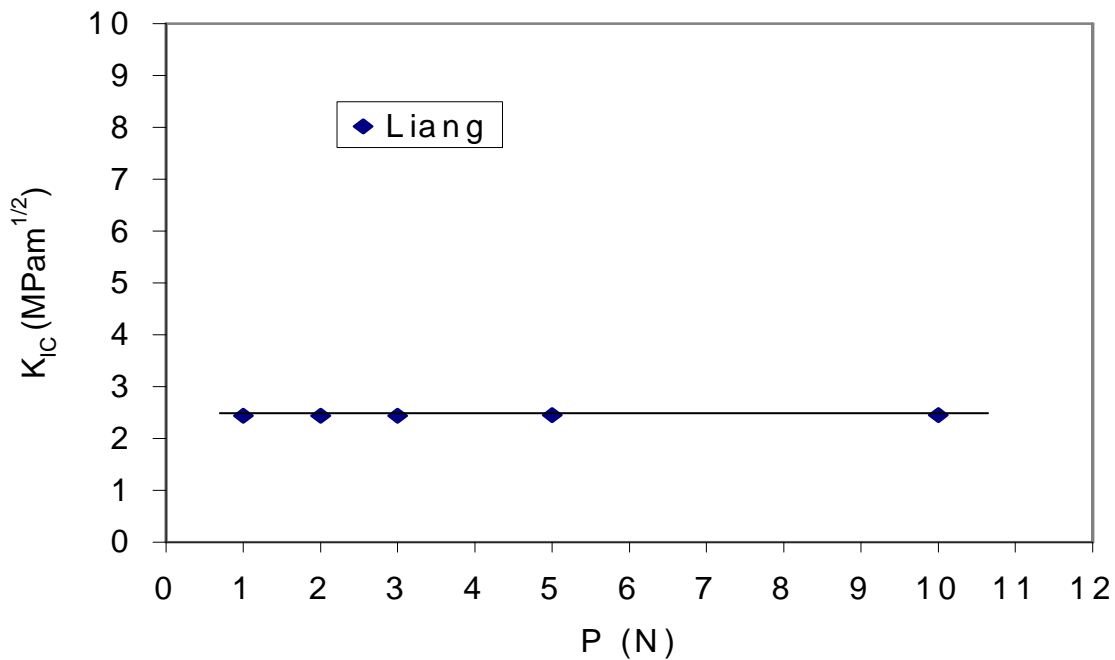
#### d- Ténacité

L'un de nos objectifs est de comparer la ténacité de nos matériaux en utilisant plusieurs formules données dans la littérature, avec la formule particulière de Liang qui semble convenir à tous les cas de fissures radiales ou Half-penny. Nous avons choisi, au hasard, les formules de Evans, Laugier 1, Anstis, Chantikul, Niihara 1 pour le système Half-penny et Bhat, Niihara 2, Laugier 2 pour le système Palmqvist.

### 1- Cas de l'alumine épaisse

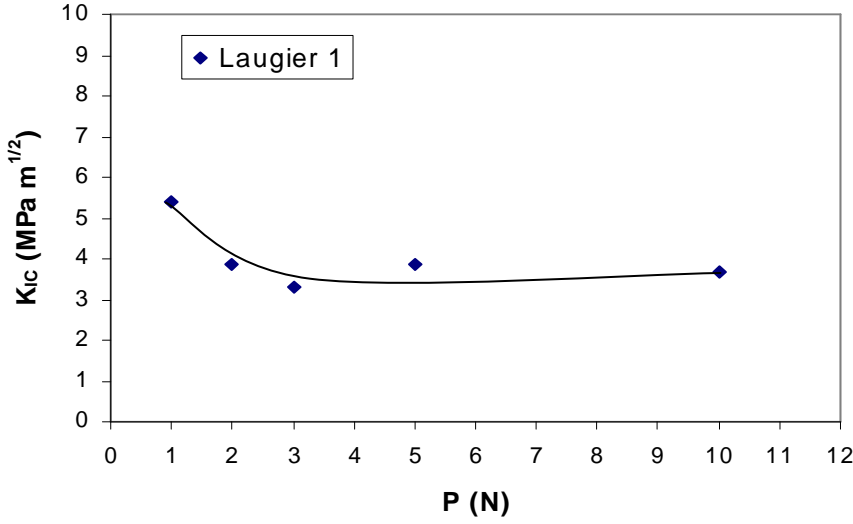
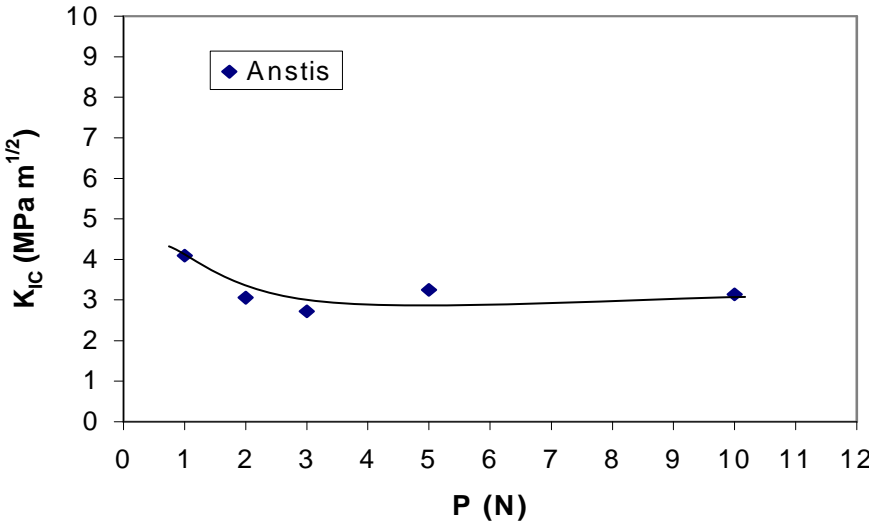
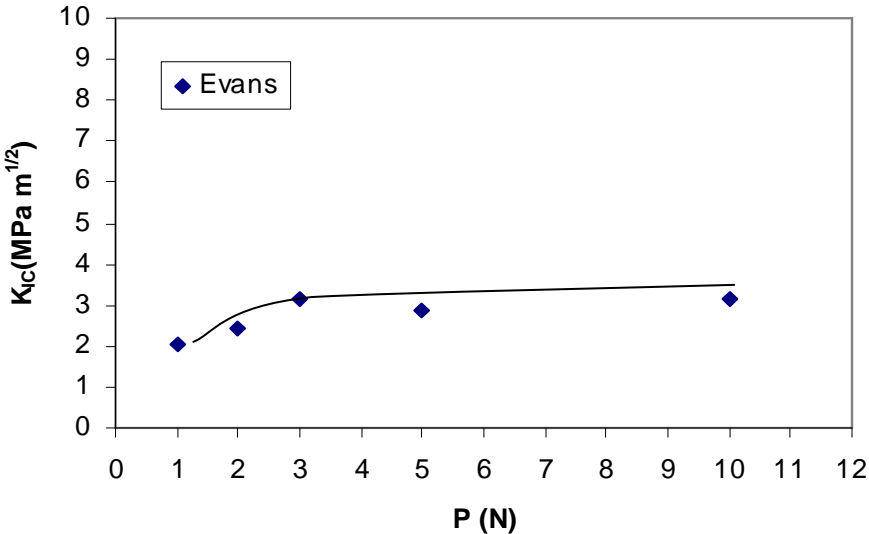
Les figures (III-7-a et III-7-b) montrent la variation de la ténacité en fonction de la charge. Selon la formule de Liang nous observons que La ténacité  $K_{IC}$  est constante pour toute la gamme des charges est de l'ordre de  $2.44 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Selon, Anstis, Chantikul et Niihara 2, Laugier 1 la ténacité diminué aux charges inférieurs à 2 N puis il y a une stabilisation. Selon Evans, Laugier 2, Bhat, Niihara 1, les variations entre 0 et 2 N augmentent à l'inverse des quatre formules précédemment puis il y a une stabilisation.

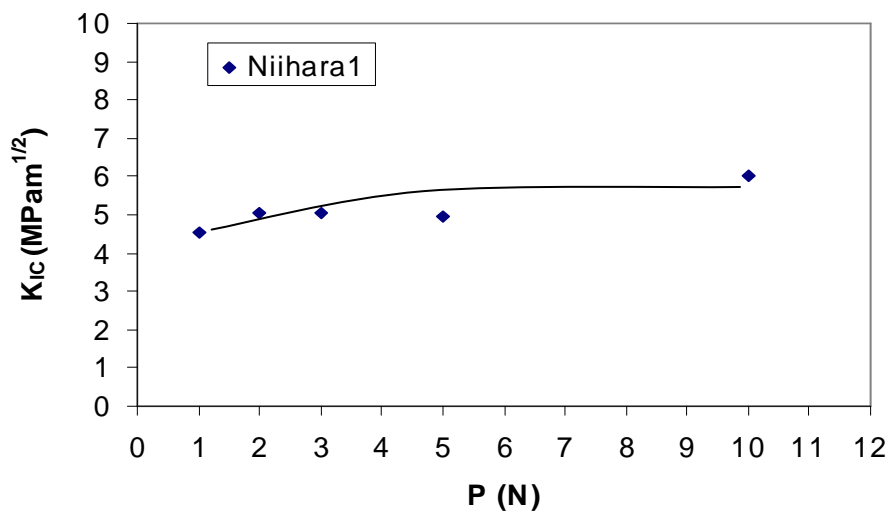
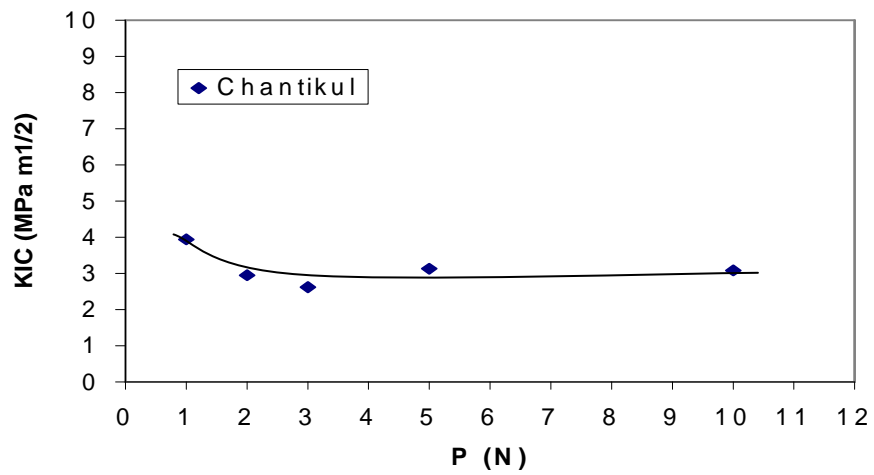
C'est pour cette raison que Liang a proposé la formule standard.



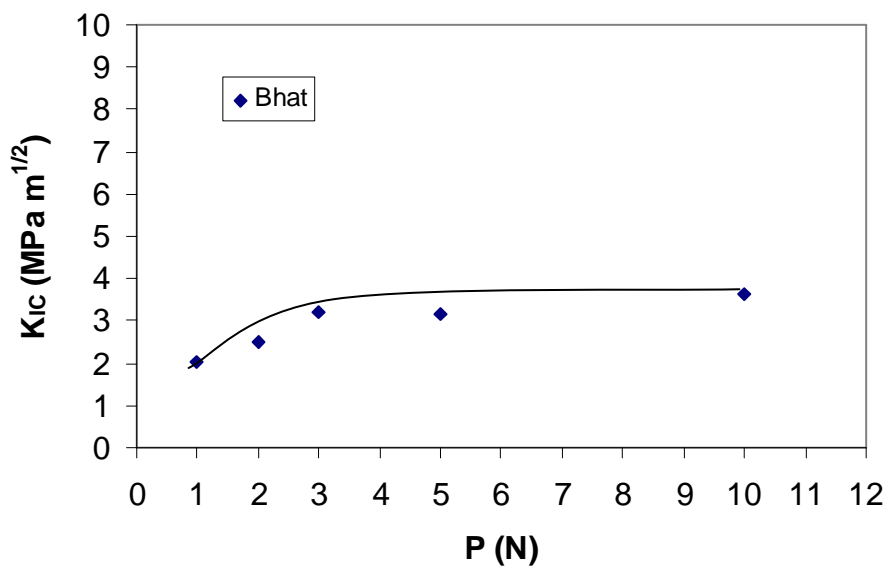
**Figure III-7-a :** Variations de la ténacité  $K_{IC}$  en fonction de la charge d'indentation.

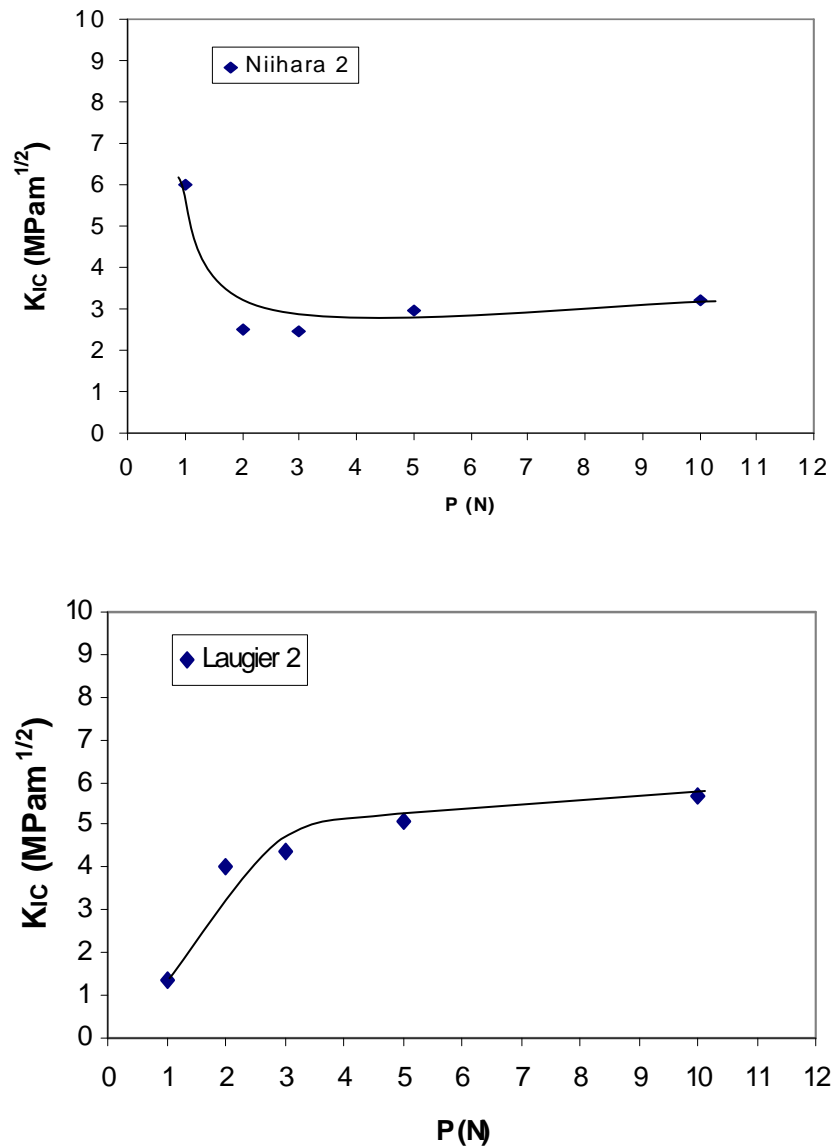
Type Half -penny





Type Palmqvist





**Figure III-7-b** : variations de la ténacité obtenue par différentes formules.

## 2 - Cas de l'alumine mince :

Les figures (III-8-a et III-8-b) montrent la variation de la ténacité en fonction de la charge.

Nous observons que la ténacité est constante à la valeur de  $3.04\text{MPam}^{1/2}$  selon la formule de Liang. Les autres formules commencent tous par une augmentation suivie d'une stabilisation.

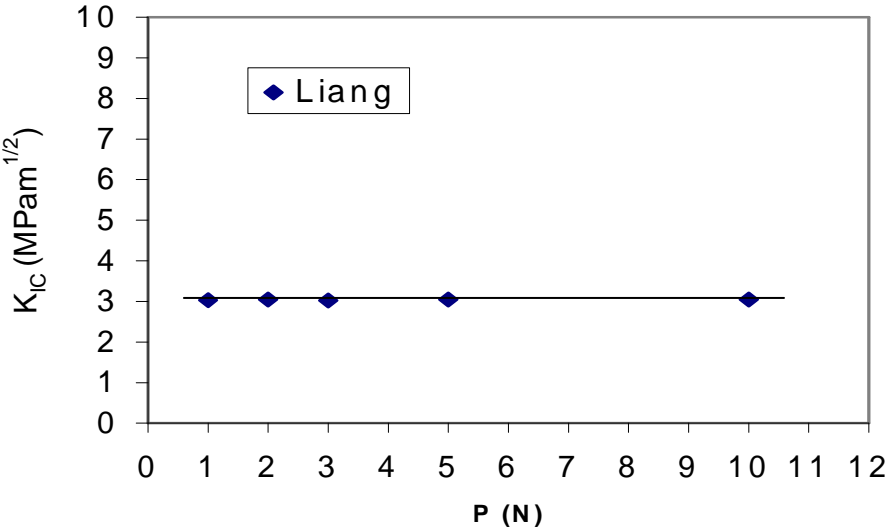
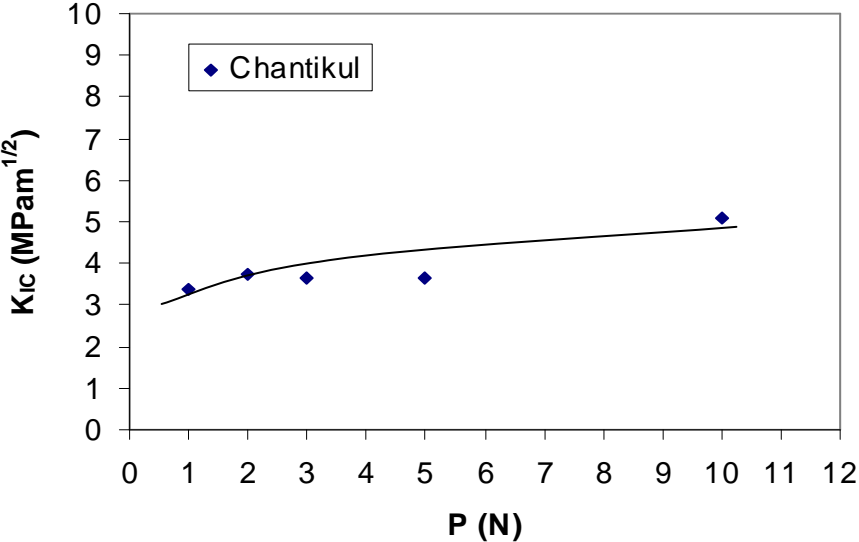
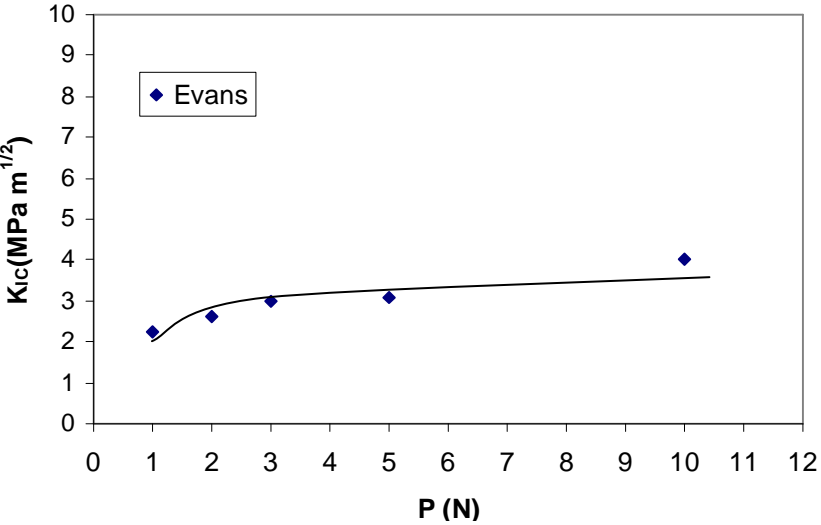
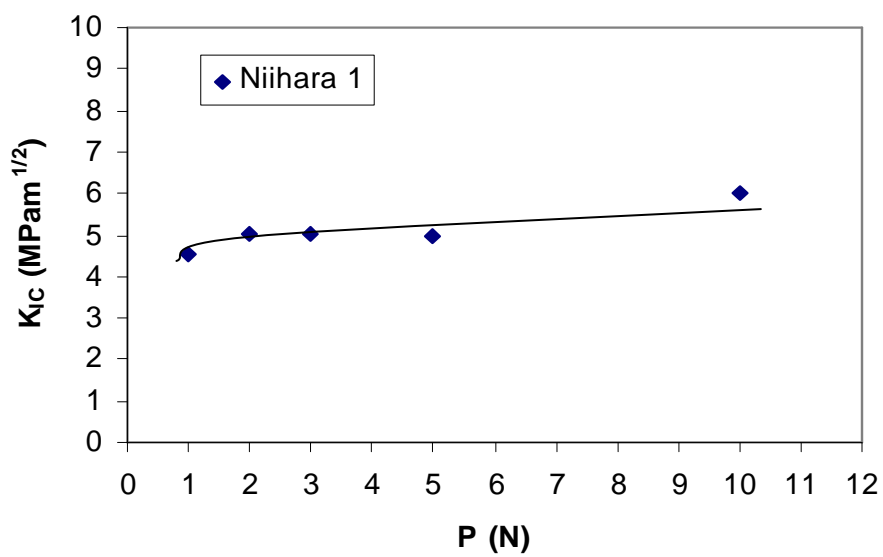
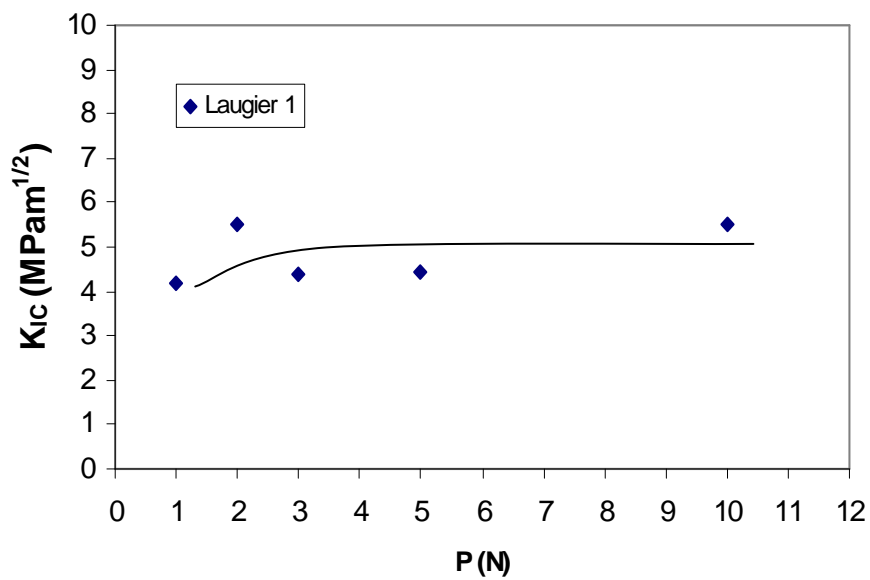
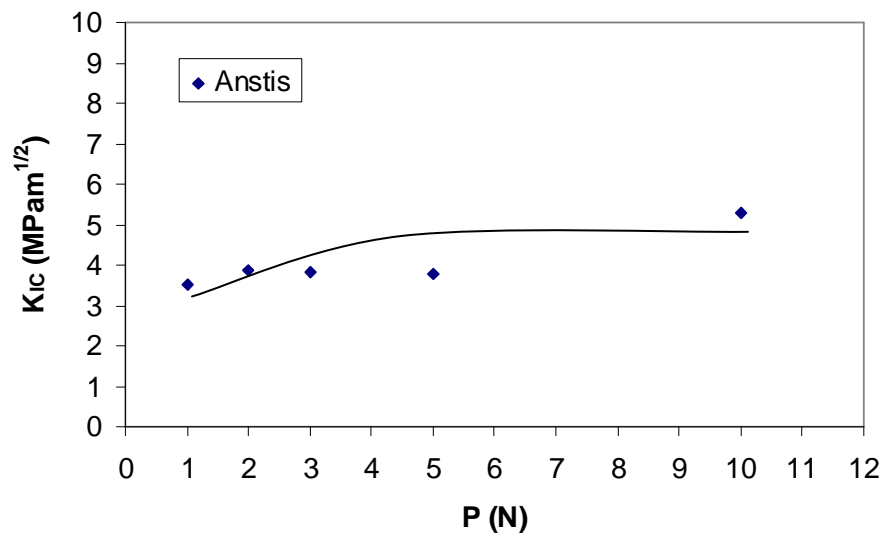


Figure III-8-a : Variations de la ténacité K<sub>IC</sub> en fonction de la charge

Type Half -penny





Type Palmqvist

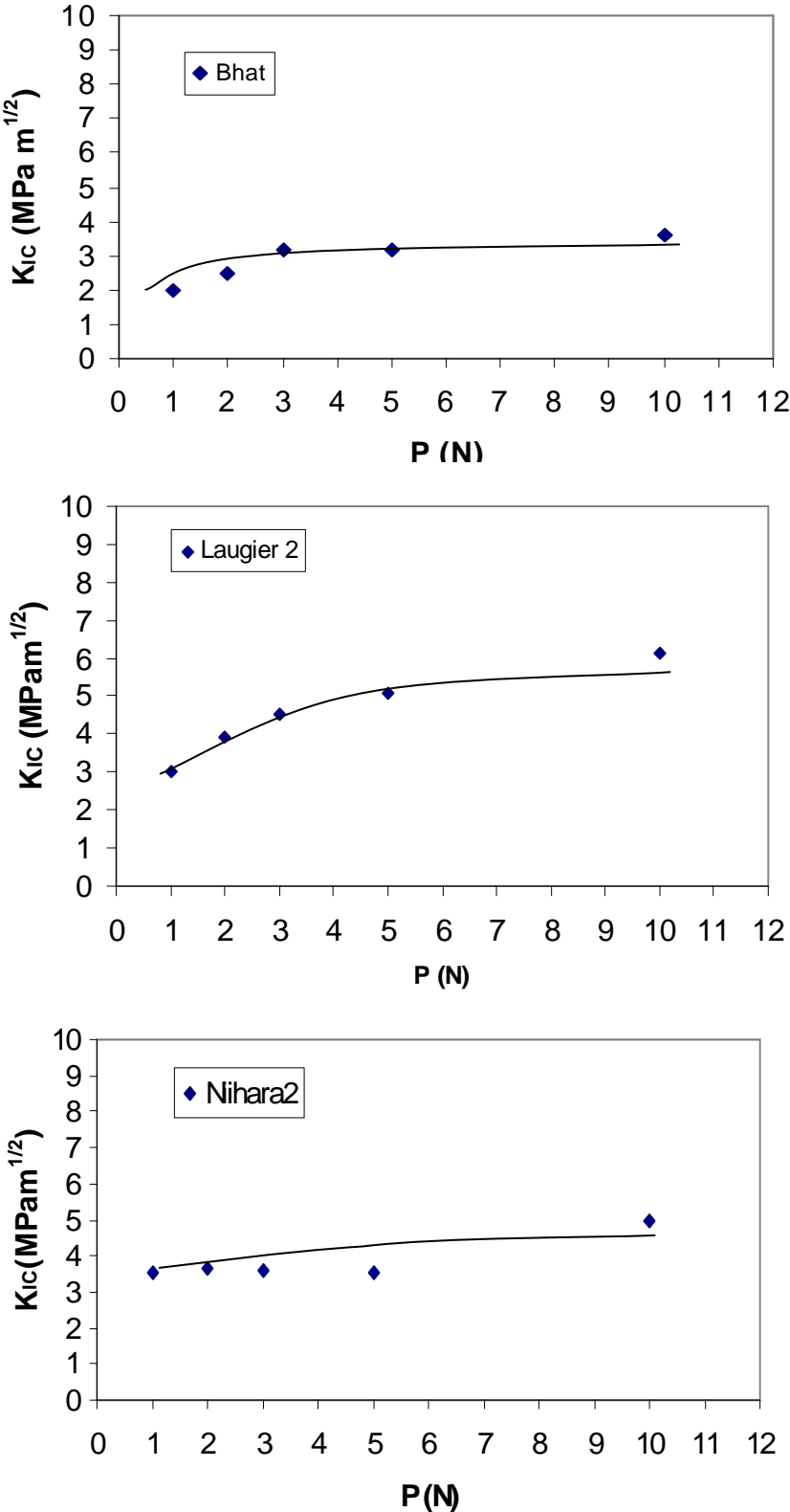


Figure III-8-b : variations de la ténacité obtenue par différentes formules.

**Tableau III-1** : Valeurs de la ténacité de l'alumine mince et de l'alumine épaisse selon différentes formules

Formule	Liang	Bhat	Evans	Chantikul	Anstis	Niihara2		Laugier1	Laugier2	Niihara1
$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> ) Alumine épaisse	<u>2.44</u>	2.69	2.73	3.14	3.25	3.42		3.81	4.10	4.80
$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> ) Alumine mince	<u>3.04</u>	2.90	2.99	3.90	4.05	3.84		4.90	4.53	5.10

En faisant la comparaison entre les formules : Liang, Laugier 1, Laugier 2, Evans, Chantikul, Anstis, Bhat, Niihara 1, Niihara 2, nous trouvons que dans le cas de l'alumine épaisse, la valeur de la ténacité obtenue en appliquant la formule de Liang est inférieure à celle obtenue par toutes les autres formules. Cependant à une unité près, les formules de Niihara 2, Evans, Chantikul, Anstis et Bhat sont les plus appropriées. Les autres sont presque deux fois supérieures.

Dans le cas de l'alumine mince la valeur obtenue par la formule de Liang est supérieure à celle de l'alumine épaisse d'une part. Et d'autre part les valeurs proches à une unité près sont celles obtenues par les formules de Niihara 2, Evans, Chantikul, Anstis, et Bhat. Pour les autres les valeurs sont supérieures jusqu'à 68%.

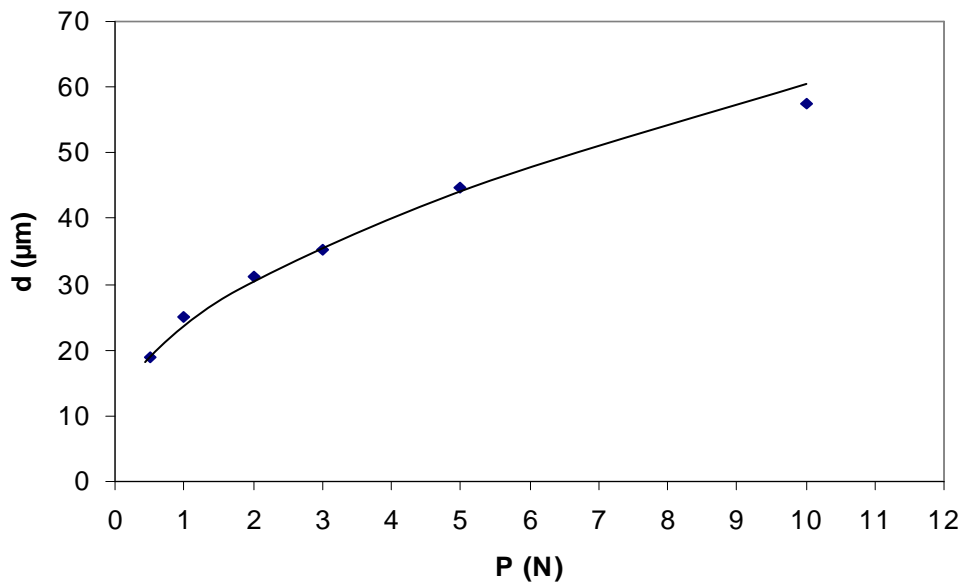
Donc nous considérons que pour les deux alumines ces cinq dernières formules mènent aux mêmes résultats qu'avec la formule de Liang.

### III-2-2 Résultats du verre

#### a- Mesure de diagonale de empreintes

La figure (III-9) montre les variations de la longueur moyenne des diagonales  $d$  en fonction de la charge d'indentation.

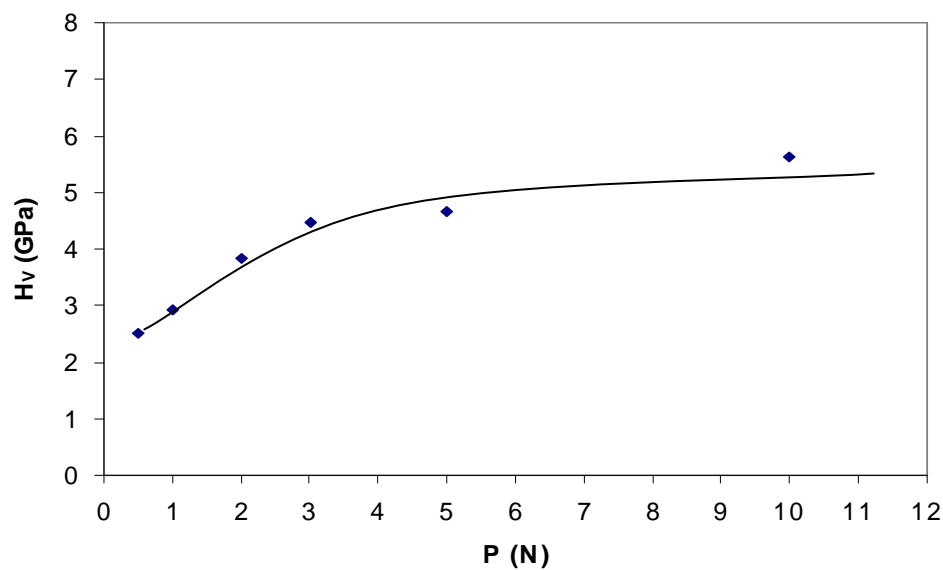
Les variations de  $d$  augmentent d'abord rapidement dans l'intervalle  $[0, 3 \text{ N}]$  puis plus lentement, aux charge supérieur à 3 N la totalité de la microstructure qui s'oppose à la pénétration de l'indenteur.



**Figure III-9 :** Variations de la longueur de la diagonale de l’empreinte  $d$  en fonction de la charge d’indentation.

#### b- Microdureté :

La figure (III-10) montre les variations de la microdureté en fonction de la charge d’indentation. En ce qui concerne la microdureté, la microstructure n’intervient complètement qu’après 3 N. presque la microdureté est stable. Avant cette charge la petite zone indentée se comporte comme des monocristaux où la déformation plastique est faible. La microdureté se stabilise à 4.5 GPa.

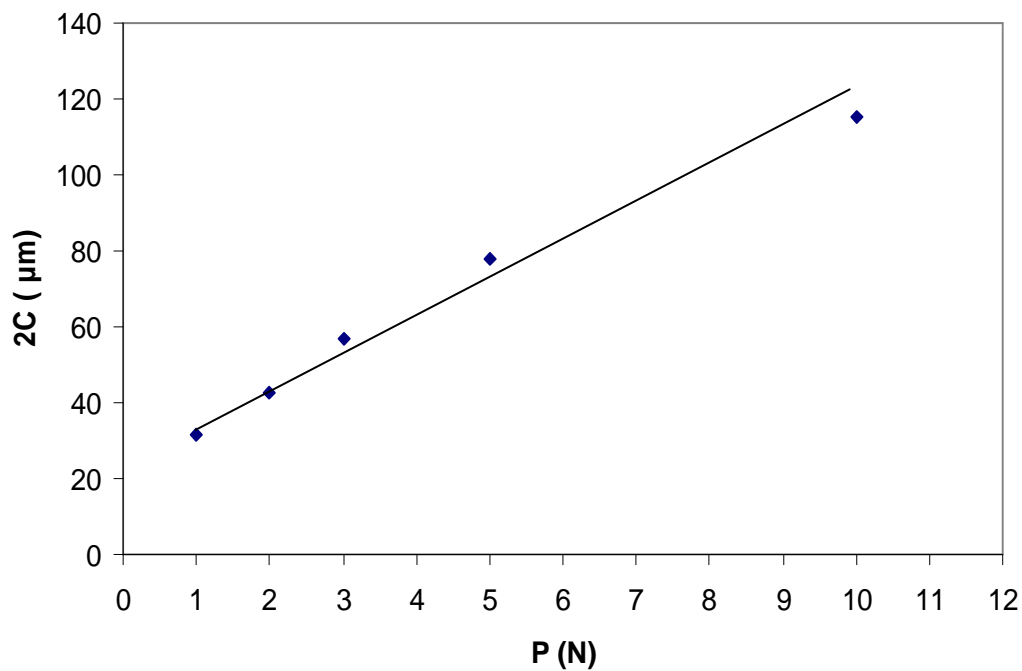


**Figure (III-10) :** Variation de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation.

**c - Longueurs des fissures :**

La figure (III-11) montre la variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation.

Les variations se font quasi linéairement. Le matériau semble être homogène et présente les mêmes obstacles à la propagation de la fissure dans toutes les directions.



**Figure III-11 :** Variations de la longueur de fissure en fonction de la charge d'indentation.

**d- Ténacité**

La figure (III-12-a) montre les variations de la ténacité  $K_{IC}$  en fonction de la charge d'indentation.

Nous observons une stabilisation nette autour de valeur  $1.55 \text{ MPam}^{1/2}$ . Cette valeur est considérée comme la ténacité de notre matériau. Cette stabilisation s'explique par la structure homogène de ce matériau.

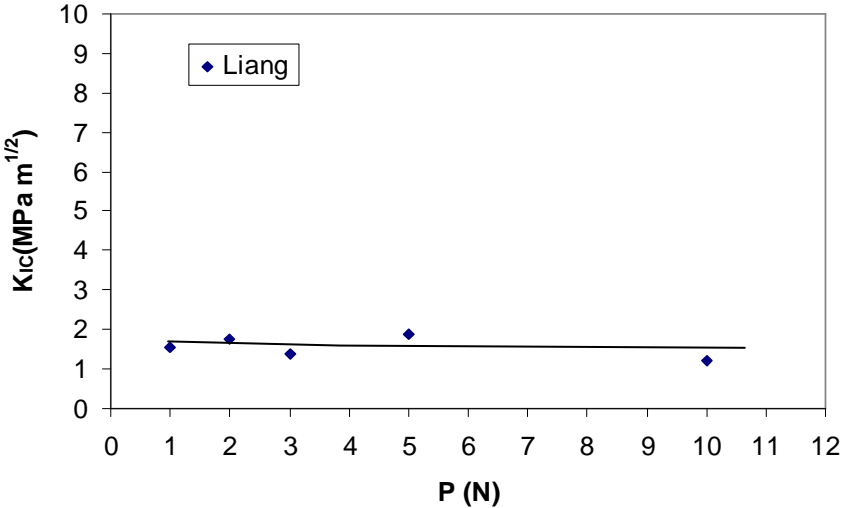
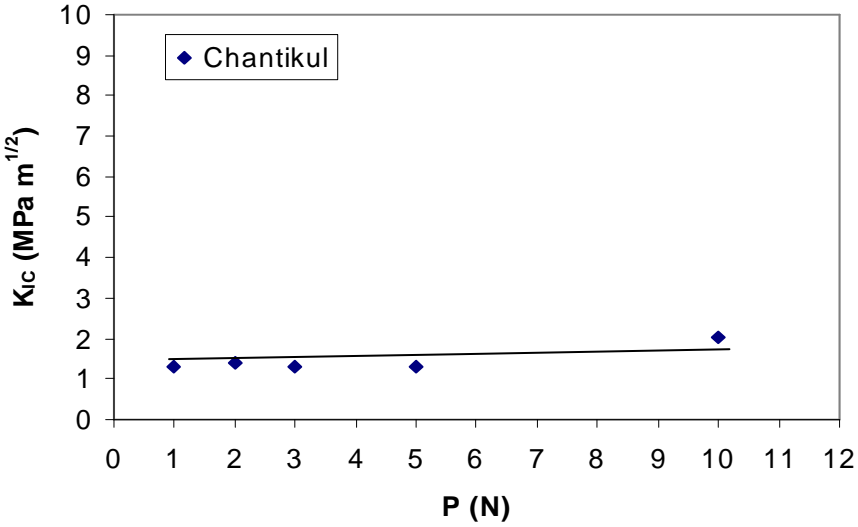
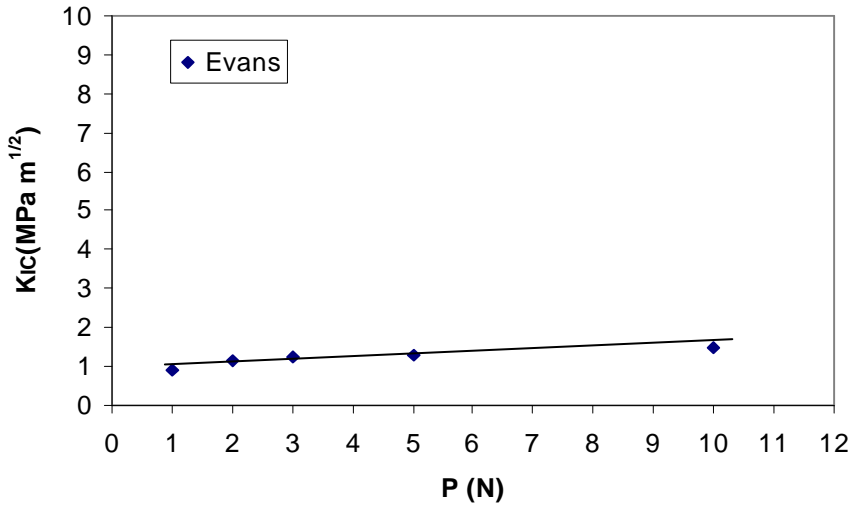
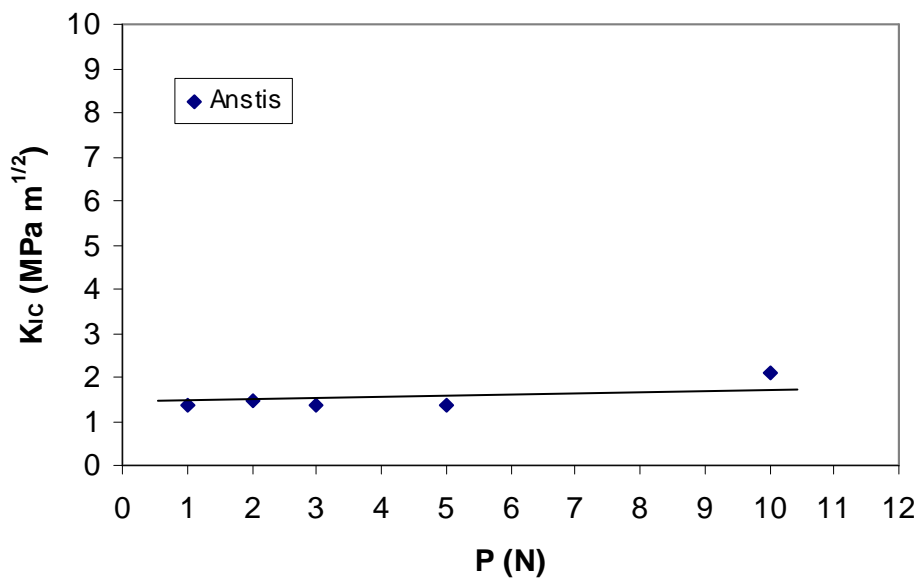
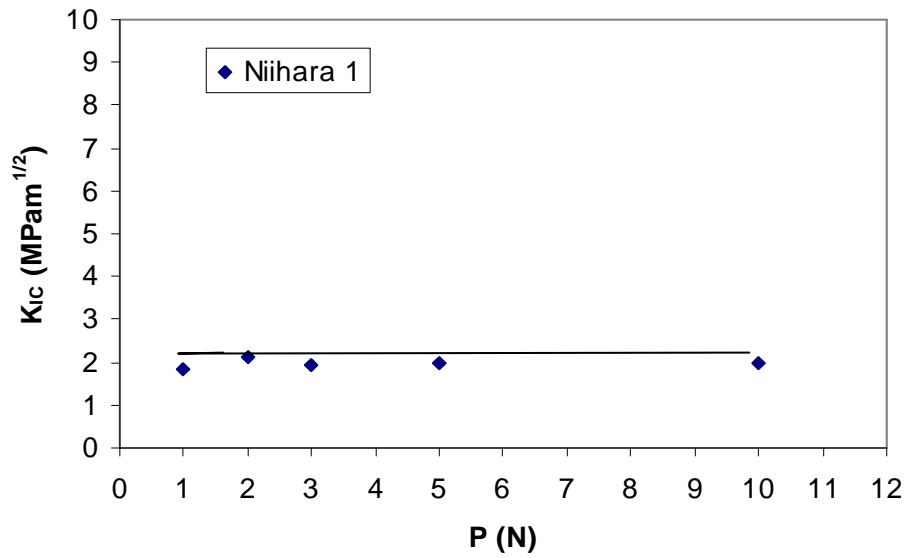
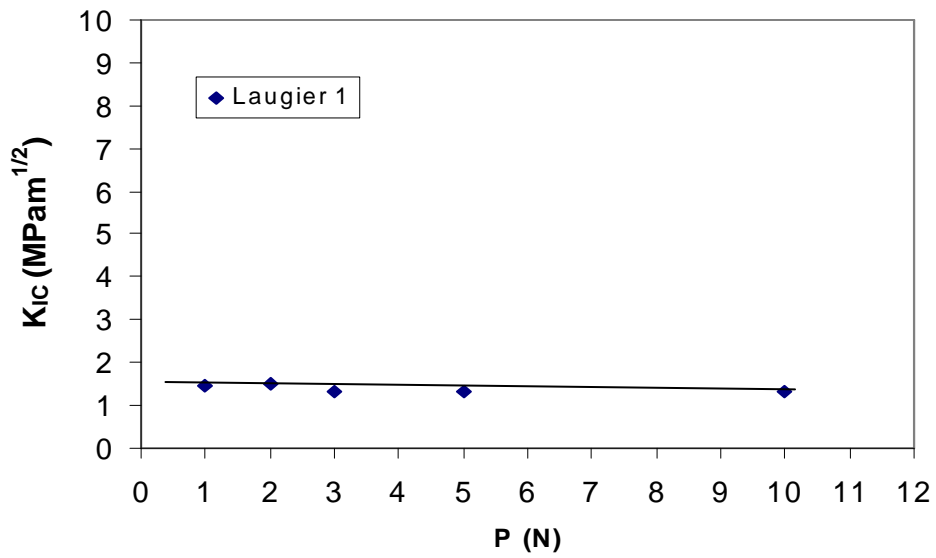


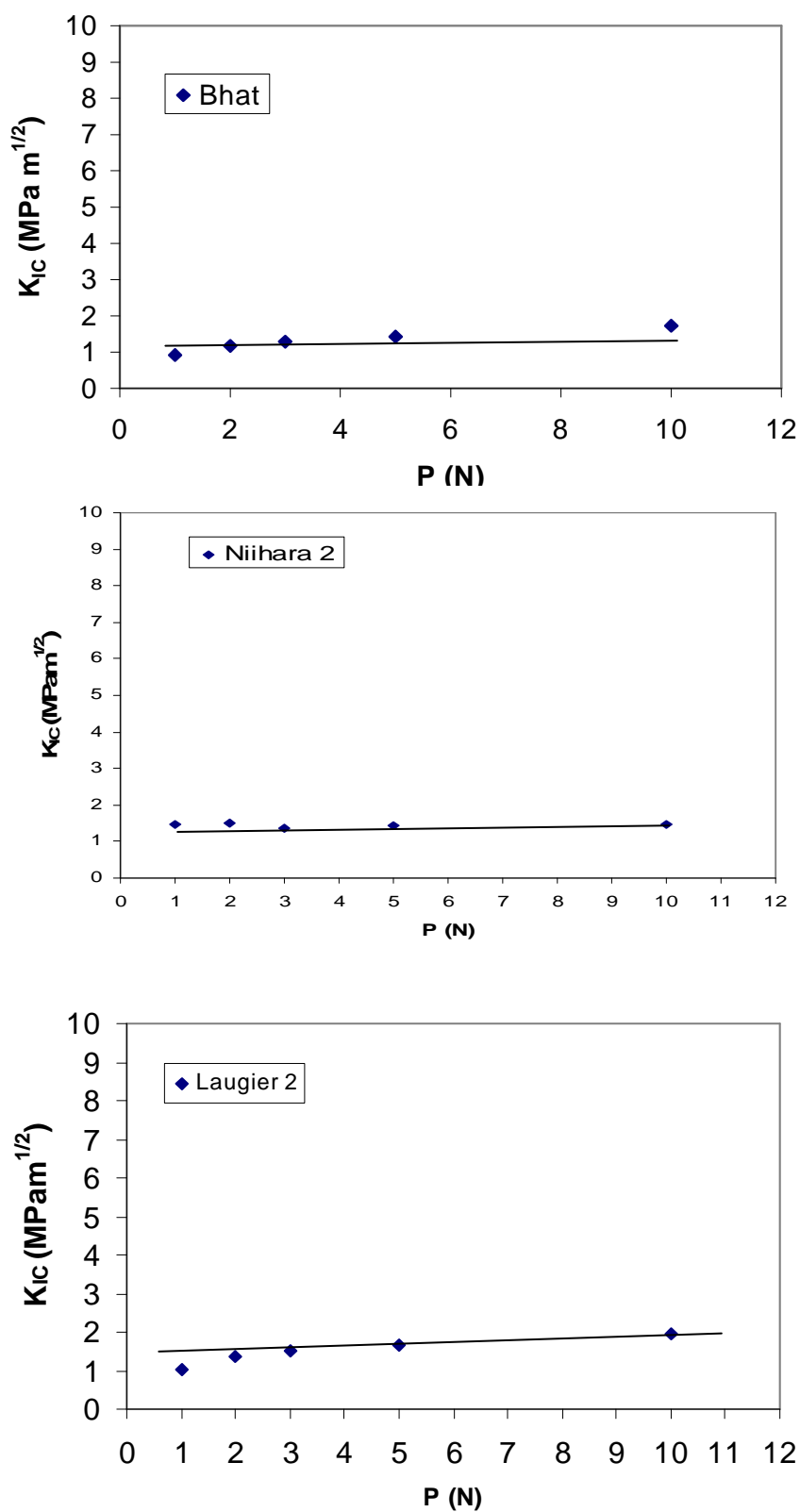
Figure III-12-a : Variations de la ténacité  $K_{Ic}$  en fonction de la charge.

Type Half-penny





Type Palmqvist

**Figure III-12-b :** variations de la ténacité obtenue par différentes formules.

En première remarque, la ténacité calculée à partir de toutes les formules sont identiques car elles sont toutes constantes dans tout le domaine de la charge d'indentation.

Le tableau suivant donne les valeurs de  $K_{IC}$

**Tableau III-2 : Ténacité du verre selon différentes relations.**

Formule	Liang	Evans	Bhat	Laugier1	Niihara2	Chantikul	Laugier2	Anstis	Niihara1
$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> ) Verre.	<b><u>1.55</u></b>	1.21	1.30	1.38	1.44	1.46	1.50	1.52	1.96

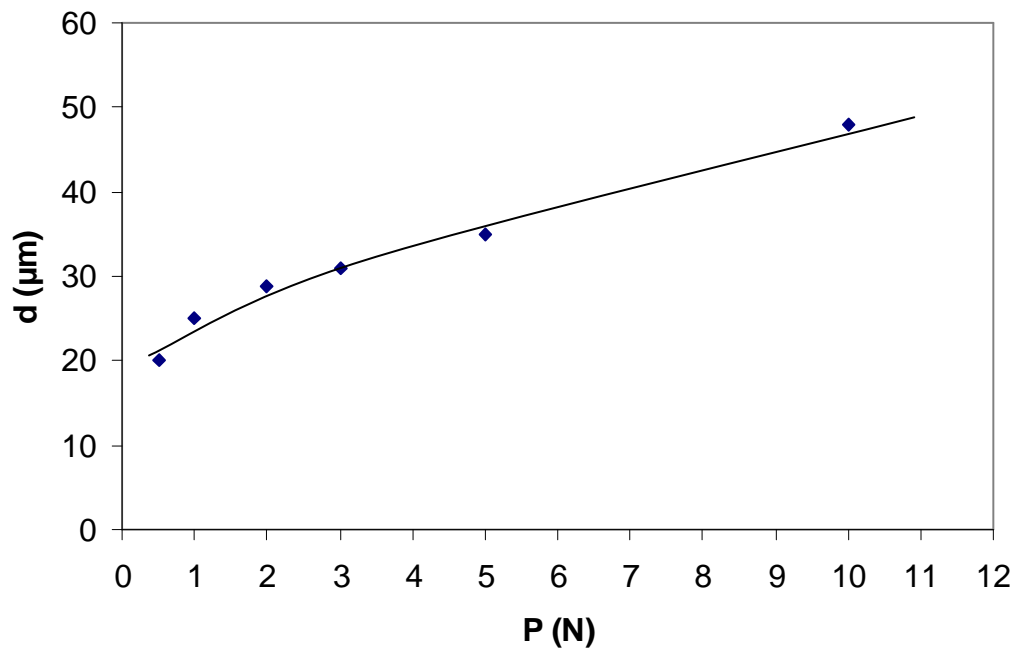
Nous remarquons que toutes les valeurs sont presque identiques à celle obtenues par la formule de Liang. Ce qui représente une bonne conclusion pour dire que l'utilisation de telle ou telle formule importe peu.

### III -2-3 Résultats de la zircone :

#### a- Mesure des diagonales

La variation des diagonales en fonction de la charge d'indentation appliquée est représentée sur la figure (III-13).

Nous constatons qu'aux charges inférieures à 2 N, la longueur d de la diagonale varie rapidement, l'indenteur n'appuie que sur une zone très petite, de l'ordre de quelques grains, par contre aux charges élevées supérieures à 2 N c'est la microstructure globale qui réagit à la pénétration et s'oppose au développement de la déformation plastique.

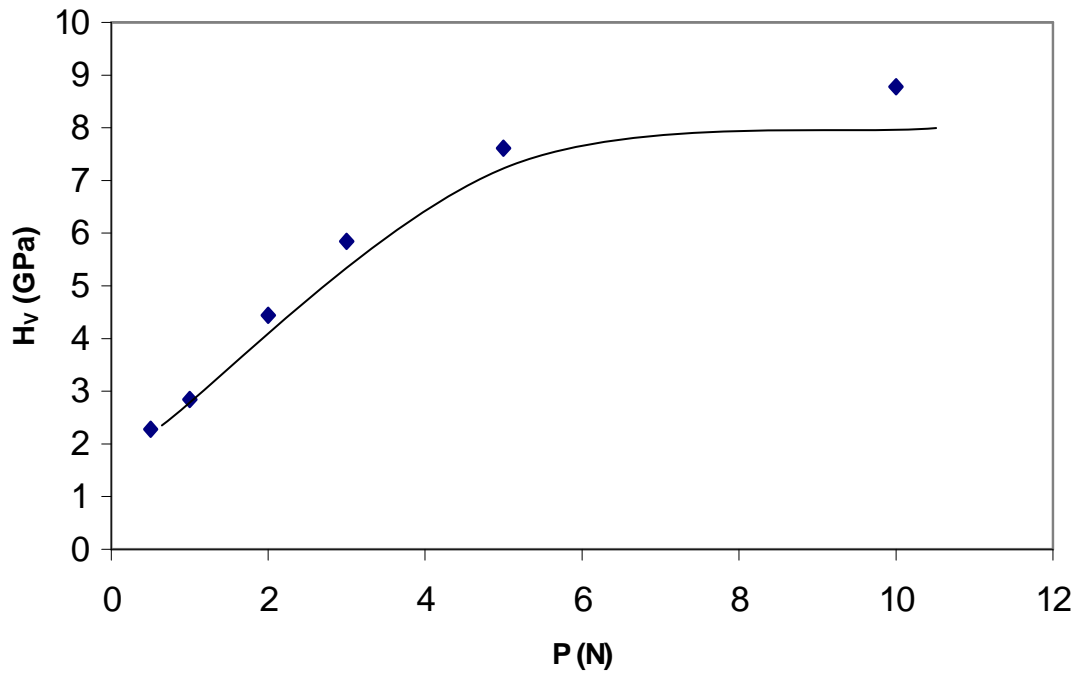


**Figure (III-13) :** Variation de la longueur de la diagonale de l’empreinte en fonction de la charge.

#### **b- Microdureté**

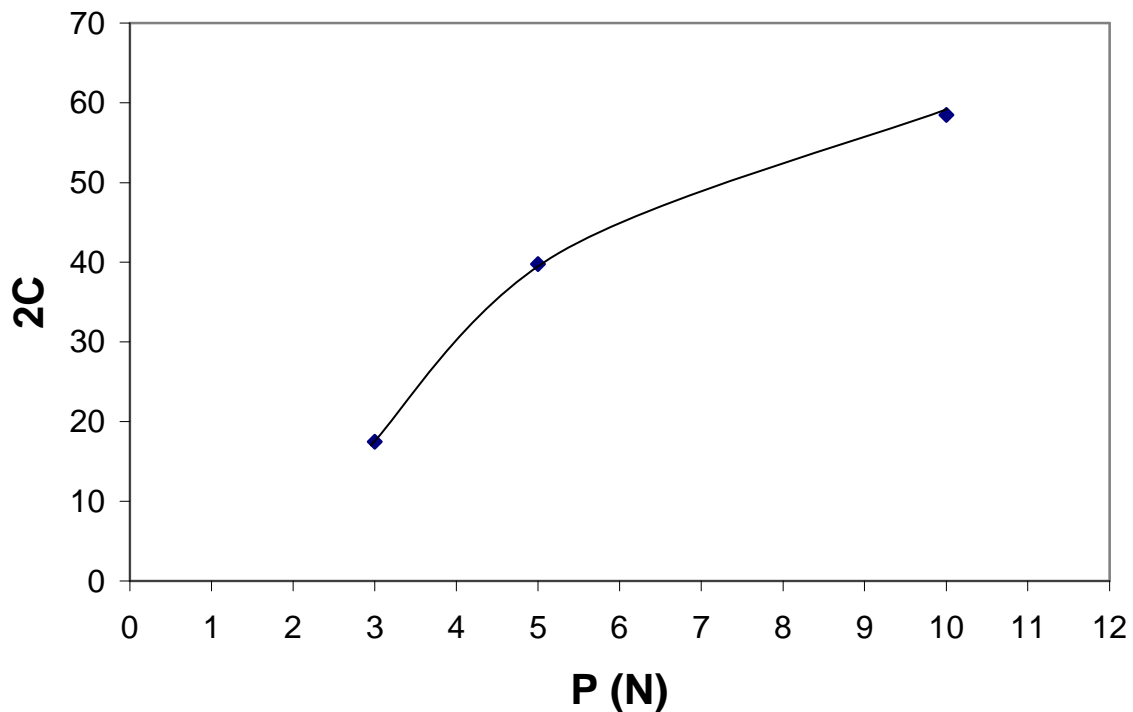
La figure (III-14) montre les variations de la microdureté en fonction de la charge d’indentation.

La microdureté de ce matériau augmente rapidement pour les charges inférieures à 3 N, l’indenteur ne touche que quelques grains donc nous mesurons ici la microdureté spécifique d’une petite zone du matériau, à la charge supérieure à 3 N, c’est presque la totalité de la microstructure qui s’oppose à la pénétration de l’indenteur, la microdureté de ce matériau est de l’ordre de 7 GPa.



**Figure III-14 :** Variations de la microdureté Vickers en fonction de la charge indentation.

### C - Longueurs des fissures



**Figure (III-15) :** Variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge.

La figure (III-15) montre la variation de la longueur de la fissure en fonction de la charge d'indentation.

La longueur de la fissure varie d'abord rapidement puis commence à ralentir, la première partie à la charge inférieure à 5N, concernant l'augmentation rapide, l'indenteur ne pénètre pas profondément est donc ne touche qu'un petit nombre de grains, donc la fissure se propage plus aisément. Quand la charge d'indentation augmente, la microstructure concernée est plus vaste ce qui fait réagir un grand nombre de grains, de porosités et d'obstacles qui peuvent diminuer la propagation de fissures.

#### d- Ténacité

La figure (III-16-a et III-16-b) montre les variations de la ténacité  $K_{IC}$  en fonction de la charge. La ténacité est constante dans tout le domaine des charges et pour toutes les formules.

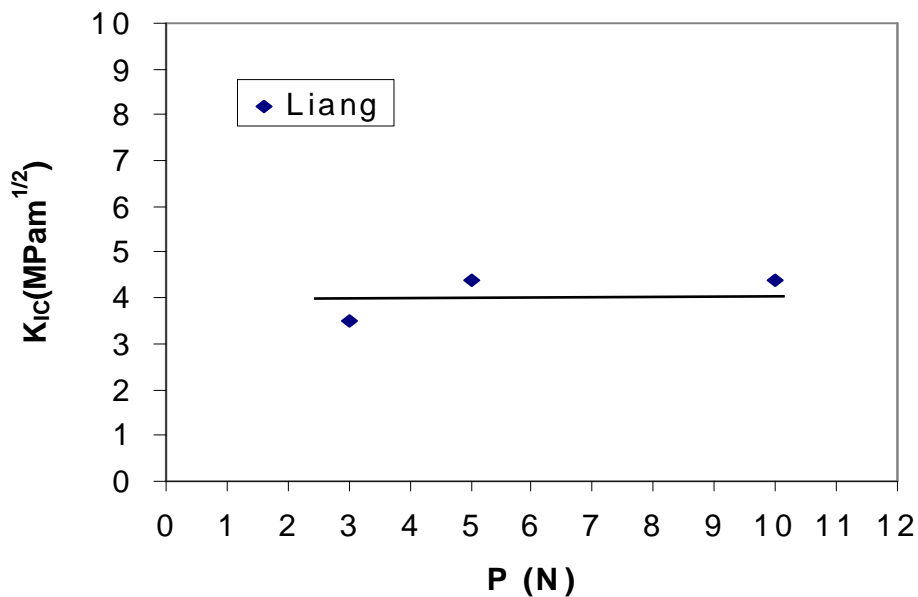
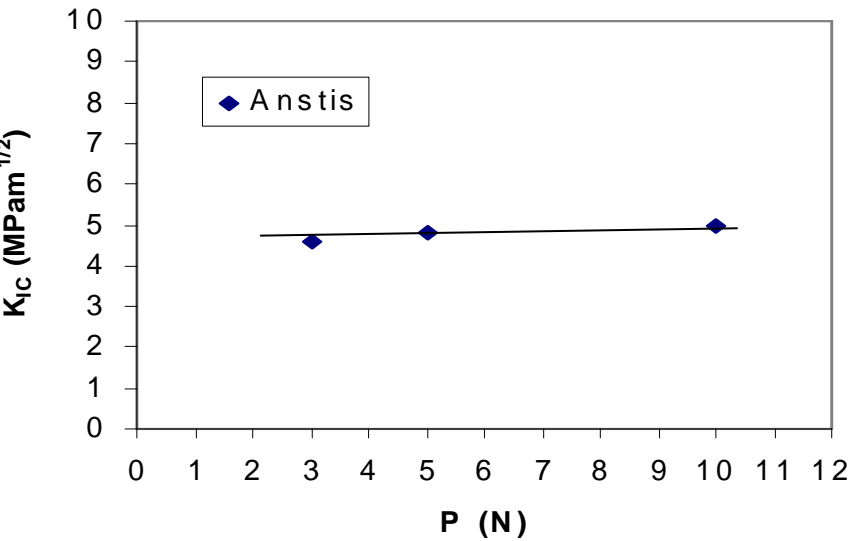
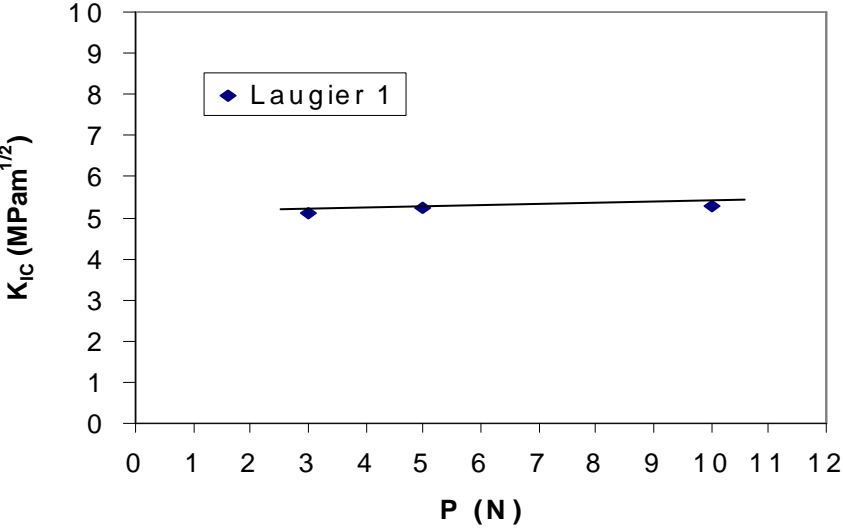
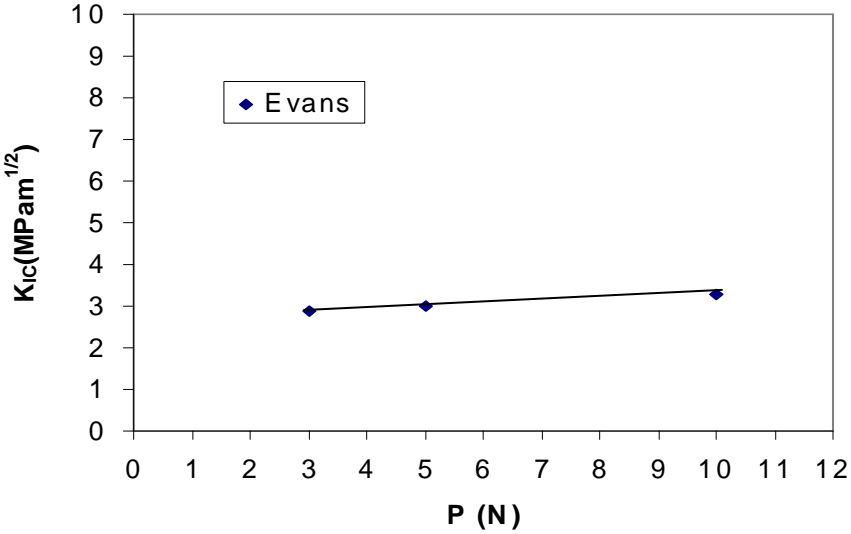
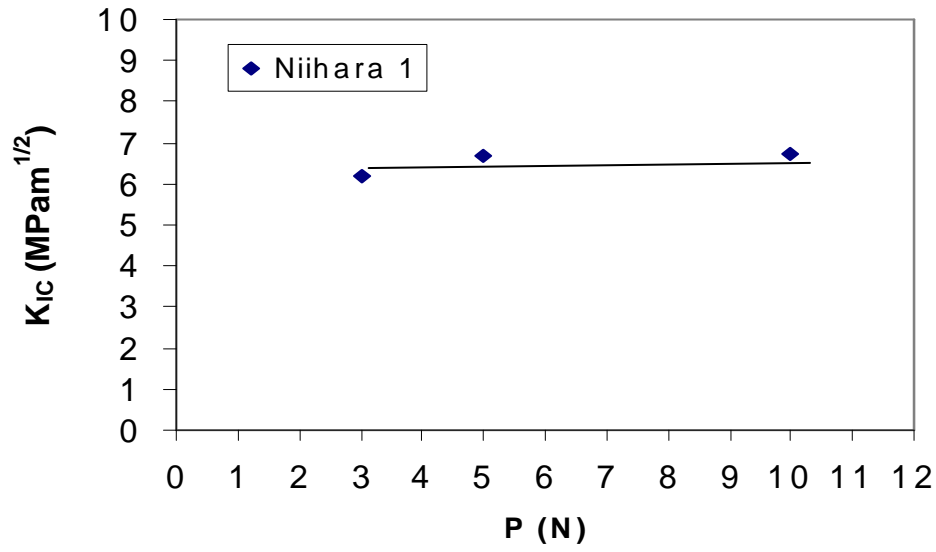


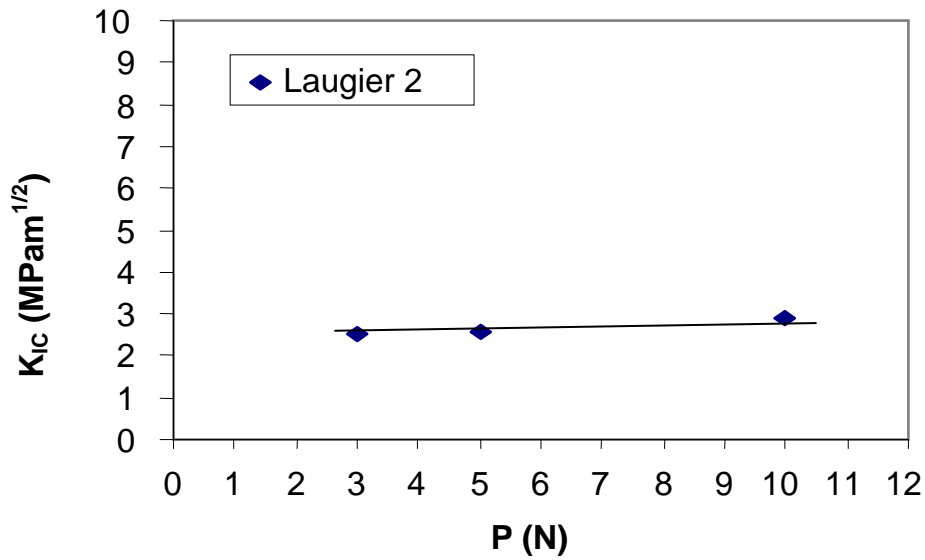
Figure III-16-a : Variations de la ténacité  $K_{IC}$  en fonction de la charge.

Type Half-penny





Type Palmqvist



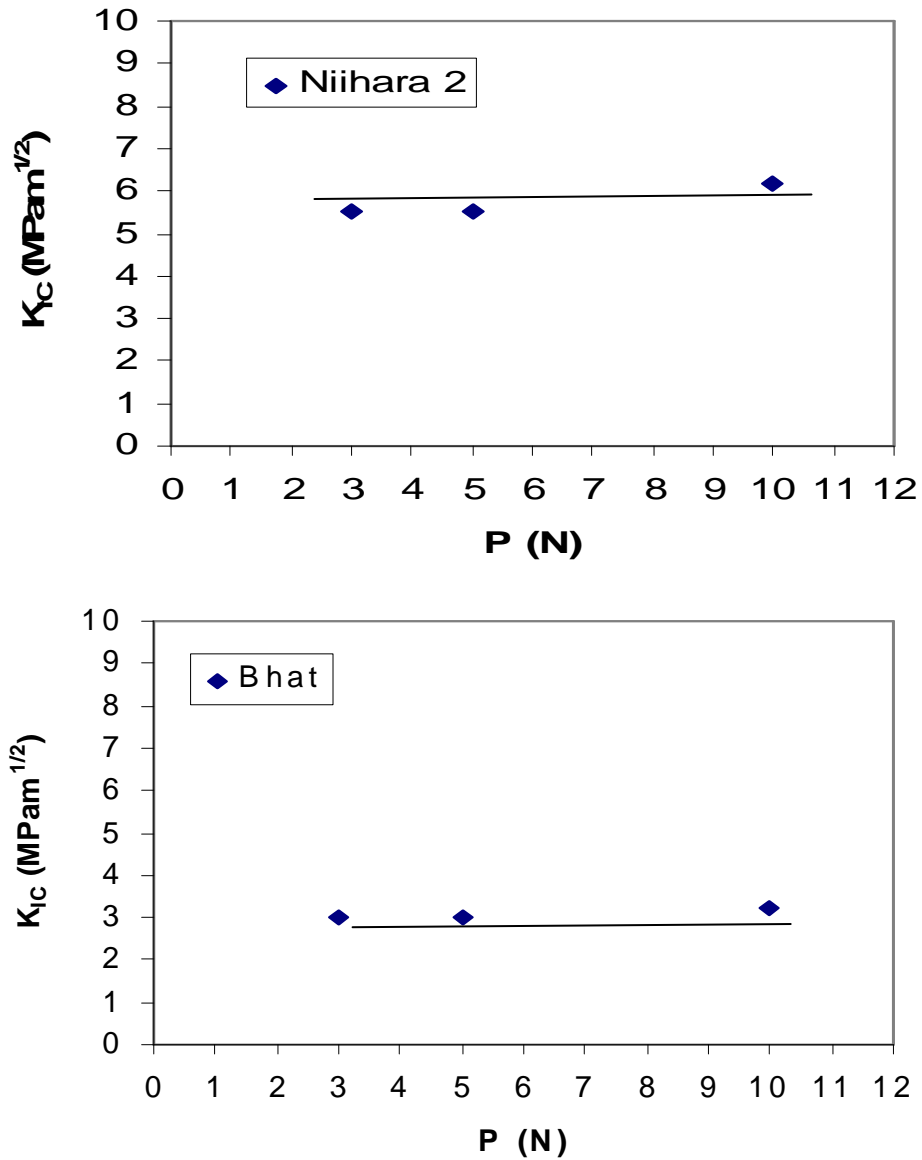


Figure III-16-b : variations de la ténacité obtenue par différentes formules.

Tableau III-3 Ténacité de la zircone selon différentes relations.

Formule	Liang	Bhat	Evans	Chantikul	Anstis		Laugier2	Laugier1	Niihara2	Niihara1
$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> ) Zircone.	<u>4.09</u>	3.08	3.08	4.62	4.83		2.69	5.22	5.74	6.55

Nous constatons que à une unité près les formules de Bhat, Evans, Chantikul, Anstis sont les plus proches. Les autres donnent des valeurs soit trop faibles (formule de Laugier 2) ou trop élevées (Laugier 1, Niihara 1 et 2)

## CONCLUSIONS GENERALES

Au cours de ce travail, nous avons caractérisé trois types de matériaux, il s'agit d'un verre, zircon et de deux alumines.

Cette caractérisation a consisté à déterminer les propriétés mécaniques (microdureté et ténacité avec observation optique des fissures) des matériaux par la technique d'indentation Vickers et de comparer les résultats de la ténacité obtenus par différentes formules données dans la littérature. Nous retenons les conclusions suivantes :

Les observations au microscope optique indiquent la formation des fissures médianes pour les faibles charges inférieurs à 3 N, les fissures sont radiales primaires pour les charges un peu plus élevée (entre 1 et 10 N), et les fissures radiales secondaires pour les charges supérieures à 5 N.

- L'évolution des longueurs des diagonales des alumines en fonction de la charge d'indentation montre une variation quasi linéaire.

- Dans le cas du verre la longueur des diagonales augmente d'abord rapidement dans l'intervalle [0-3 N] puis plus lentement. La variation semble agir en freinant la déformation plastique, ce qui diminue la valeur de la diagonale, les joints de grains comporte une phase vitreuse qui contribue à absorber le développement de la déformation.

- Dans le cas de la zircon l'évolution des diagonales en fonction de la charge ce fait en deux stades. Rapidement aux charges inférieures à 2 N : l'indenteur n'appuie que sur zone très petite qui contient quelques grains, dans le deuxième, la microstructure globale qui réagit à la pénétration s'oppose au développement de la déformation plastique.

- Les évolutions des longueurs des fissures dans le cas des alumines et la zircon varient en deux stades : rapidement aux faibles charges quand l'indenteur pénètre dans une zone très petite qui se comporte comme un monocristal, donc rien n'arrête la propagation de fissure. Dans le deuxième stade la zone indentée est plus large et contient de nombreux obstacles : pores, grains de différentes tailles, et par conséquent la microstructure va résister à la propagation de la fissure.

- Dans le cas du verre la variation de la longueur des fissures en fonction de la charge semble être homogène et présente les mêmes obstacles à la propagation de fissure dans toute la direction.

- Les valeurs de la microdureté dépendent de la charge d'indentation. Pour les faibles charges  $H_V$  augmente rapidement parce que l'indenteur touche très peu de grains considérés comme

un seul matériau monocristallin donc la déformation plastique est très faible. Pour les charges élevées l'indenteur touche une zone plus large qui contient plusieurs grains, joints de grains défauts qui interviennent et provoquent la déformation plastique donc  $H_V$  reste quasi constant, la microdureté de l'alumine épaisse se stabilise à 7.2 GPa, celle de l'alumine mince à 8 GPa, celle du verre à 4.5 GPa, et celle de la zircone à 7 GPa.

- la ténacité dans le cas des alumines commence par une diminution ou augmentation rapide aux charges inférieures à 3 N, puis une stabilisation pour toutes les formules.

- Dans le cas du verre et de la zircone la ténacité se stabilise dans toute la gamme de charge.

Dans la comparaison entre les formules nous trouvons que dans le cas de l'alumine épaisse, la valeur de la ténacité obtenue en appliquant la formule de Liang est inférieure à celle obtenue par toutes les autres formules. Cependant à une unité près, les formules de Niihara 2, Evans, Chantikul, Anstis et Bhat sont les plus appropriées. Les autres sont presque deux fois supérieures.

Dans le cas de l'alumine mince la valeur obtenue par la formule de Liang est supérieure à celle de l'alumine épaisse d'une part. Et d'autre part les valeurs proches à une unité près sont celles obtenues par les formules de Niihara 2, Evans, Chantikul, Anstis, et Bhat. Pour les autres les valeurs sont supérieures jusqu'à 68%.

Donc nous considérons que pour les deux alumines ces cinq dernières formules mènent aux mêmes résultats qu'avec la formule de Liang.

Pour le verre toutes les valeurs sont presque identiques à celle obtenues par la formule de Liang. Ce qui représente une bonne conclusion pour dire que l'utilisation de telle ou telle formule importe peu.

Dans le cas de la zircone, à une unité près, les formules de Bhat, Evans, Chantikul, Anstis sont les plus proches. Les autres donnent des valeurs soit trop faibles (formule de Laugier 2) ou trop élevées (Laugier 1, Niihara 1 et 2)

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **W. KURZ, j. P. MERCIER, G. ZAMBELLI.** « Introduction à la science des matériaux », Presse polytechniques et Universitaires Romandes, 2001.
- [2] **MAILLET, M.** le laser et ses applications. Paris : Technique et documentation, Lavoisier, 1986. 550 P.
- [3] **VANNES, A. B. et al.** Lasers et industries de transformation. Paris : Technique et Documentation, Lavoisier, 1986.355 p.
- [4] **CANTAREL, M.** Traitement de surface par laser. Matériaux et Technique.1988, N<sup>o</sup>7-8, p. 17-24.
- [5] **ALEXANDRE GAUDON.** « Matériaux composites nano structurés par séparation de Phases dans le système silice zirconie », Thèse de doctorat, l'université de Limoges, France, (2005).
- [6] **SPANN, J. R. et AL.** Laser processing of ceramics. Emergent process
- [7] **CHEVALIER J, OLAGNON C, FANTOZZI C,** Subcentral crack propagation in 3YTZP Ceramics. Static and cyclic fatigue. J Am Ceram Soc.1999; 11: 3129-3138.
- [8] **GARVIC RC, NICHOLSON PS.** Phase analysis in zirconia systems. J AM Ceram Soc. 1972; 55: 3035.
- [9] **MAHIAT Y.** La matière apprivoisée. Ed. CRG Paris, 1998.
- [10] **RIMONDINI L, CERRONIL, CARASSI A, TORRICELLI P.** bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces. Intern. J of Oral and Maxillofacial Implants (JOMI) vol.17 Num.6.
- [11] **SKINNER ET PHILLIPS.** Science des matériaux dentaires, 6<sup>ème</sup> éd. Julien Prélat, Paris 1971.
- [12] **STEVENS R.** Zirconia and zirconia ceramics, 5<sup>ème</sup> ed. USA New York: Magnesium Elektron, 1986, 51.
- [13] **H. ABDIZADEH.**, «Elaboration et caractérisation de composites duplex : composites Laminaires Tri –couches a base d'alumine», Thèse de doctorat, Lyon, France ,1997.
- [14] **D. LEWIS, P.F. BECHER,** ceram. Eng. Sci. proc. 1, 7-8 (B), 634-643 (1980).
- [15] **J.HARTLEY,** Am. Ceram. Bull, 61, 911-912 (1982).
- [16] **P. K. MEHROTRA,** " Mechanism of wear in ceramic materials", the international Conf. On wears of MATERIALS, 194-201, (1983).
- [17] **J. A. RICE,** ceramic engineering and Science proceeding. The Am. Ceram. Soc, Vol2,

n° 7-8, (1981)

- [18] **A. G. EVANS, K. T. FABER**, J. Am. Ceram. Soc., 64, 394-398, (1981).
- [19] **P. BOCH, G. FANTOZZI, G. ORANGE**, Rev. Int. htes temp. Réfract. 19, 119-157, (1982).
- [20] **N. CLAUSSEN**, "Fracture toughness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with an unstabilized zro<sub>2</sub> dispersed phase" J. Am. Ceram. Soc. 59, 1-2, 49-50, (1976)
- [21] **F. AUZEL. D. PECILE. D. MORIN. J.** Electrochem. Soc: Solid-stat science and technology 122(1) (1975) 101
- [22] **P.W. MEMILLAN**. "Glass-ceramics". Academic Press-Londres (1964)
- [23] **E. BEMORDO.G. SCARINCI. S. HREGLICH. J. EURO.** Ceram. Soc. 25 (2005) 1541.
- [24] **J. ZARZYCKI**. "Les verres et l'état vitreux". Ed. Masson - Paris (1982)
- [25] **W. HOLAND, V. RHEINBERGER, M. SCHEIGER**, Adv. Eng. Mater. 3(10) (2001)768
- [26] **F. GOUTALAND, M. MORTIER, B. CAPOEN, S. TURRELL, M. BOUZAOU, A. BOUKENTER, Y. OUERDANE**, Opt. Mater. (2006) Disponible en ligne.
- [27] **P. LOISEAU**, thèse, Université P. et .M Curie, Novembre (2001).
- [28] **BOURAS, S.** Etude par émission acoustique, de l'indentation Hertzienne et de l'indentation Vickers sur une vitrocéramique et sur des alumines. Thèse doct. ISAL (1993), pp. 11.
- [29] **LAWN, BOR, and SWAIN, M.V.** « Microfracture beneath point Indentation in Brittle Solid ». J.Mater. Sci, 1975, VOL.10, n : 1 P 113.122.
- [30] **ZEGHLOUL, A.** "Concepts Fondamentaux de la Mécaniques de la Rupture". DEA Mécaniques - Matériaux – Structures -Procédés, Université de Metz, 2004. P. 34.
- [31] **NIIHARA, k. MORENA, D.P.H. HASSELMAN**, «fracture Mechanics of Ceramics, Edited by R.C. BRADT, A.G. EVANS, p.p. HASSELMAN and F.F. LANGE, 1983, plenum press, New York. Vol 5, P 97-105.
- [32] **MOUSSA, R. CHERMANT. J. L. and OSTERTOOCK, F.** Evaluation des Paramètres de Rupture par la méthode du défaut contrôlé : application à SiC l'industrie Céramique. Bulletin de la société française de céramique, 1982, Vol. 1, n° 757, p.59-71.
- [33] **NIIHARA, K. NAKAHRA, A., and HIRAI, T.** the effect of stoichiometrie of Mechanical properties of boron carbide. J. Am. Ceram. Soc, 1984, Vol 67, n°1, P. C13-C14.

- [34] **ANSTIS, G.R. CHANTIKUL, p. LAWN, B.R. and MARSHALL, D.B.** "A Critical evaluation of Indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements". *J. Am. Ceram. Soc.* 1981, Vol. 64, n° 9-10, 574-581.
- [35] **EVANS, A.G.** Fracture toughness: the role of indentation techniques in fracture Mechanics applied of Brittle materials, Edited by S.W. Freiman, Philadelphia, (PA): American Society for Testing and materials, 1980, Special Technical publication, p. 112-135.
- [36] **LANKFORD, J. and DAVIDSON, D. L.,** "The Crack Indentation Threshold in Ceramic Materials Subject to Elastic/plastic Indentation ", *J. Mat. Sci.*, 1979, Vol. 14, n° 7, p. 1662-1668.
- [37] **B. R. LAWN and E. R. FULLER,** "Equilibrium penny-like crack in indentation Fracture". *Journal of material Science*, 10 (1975). 2016-2024.
- [38] **A. G. EVANS, T. R WILSHAW,** "quasi static solid particle damage in brittle solids". *Acta Metall*, 24 (1976) 939-956.
- [39] **A. G. EVANS, E. A. CHARLES,** "fracture toughness determination by indentation ". *Journal of American Ceramic Society*, 59 (1976) 371.
- [40] **J. E. BLENDL,** Ph D Thesis, Massachusetts Institute of technology (1979).
- [41] **B. R. LAWN, A. G. EVANS, and D. R. MARSHALL,** "Elastic-plastic Indentation Damage in Ceramics: the Median / Radial Crack System". *Journal of American Ceramic Society*, 64, 9-10 (1980) 574.
- [42] **G. R. ANSTIS, P. CHANTIKUL, B. R. LAWN, and D. R. MARSHALL,** "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for measuring fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements". *Journal of American Ceramic Society*, 64 (1981) 533.
- [43] **k. NIIHARA, R. MORENA, and HASSELMAN, D. P. H.** "Evaluation of KIC of Brittle Solids by indentation Method with Low Crack-indent Ratios". *Journal of Materials Science Letters*, 1982, Vol 1, n° 1, P13-16.
- [44] **J. LANKFORD.** "Indentation micro-fracture in the palmqvist crack regime: implications For fracture toughness evaluation by indentation method". *Journal of materials Science Letters*, 1 (1982) 493.
- [45] **M. T. LAUGIER,** "toughness determination of some ceramic tool materials using the Method of hertzian indentation fracture". *Journal of Materials Science Letters*, (1985) 1539.

- [46] **K. TANAKA**, "Elastic / Plastic indentation of some ceramic tool materials using the Method of hertzian indentation fracture". *Journal of Materials Science Letters*. 4 *Journals Of Materials Science Letters* (1985) 1539.
- [47] **NIHARA. K** "A fracture mechanics analyses of indentation-indeuced palmqvist crack in ceramic". *Journal of Materials Science Letters*. 2 (1983) 221.
- [48] **SHETTY, D.K. WRIGHT, I.G. MINCER, P.N. and CLAUER, A.H.** Indentation Fracture of WC-CO Cermets. *J. Mater. Sci*, Vol.20, P.1873-1882.
- [49] **BHAT, D.G.** comment on Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: the Median/Radial Crack System. *J. Am. Ceram. Soc*, 1981, Vol.64, P. C 165-C166.
- [50] **LAUGIER, M.T.** New formula of indentation thoughnes in ceramics. *J. Mater. Sci Letters*, 1987, Vol. 6, P.355-356.
- [51] **SHETTY, D. K I.G. ZRIGHT, P.N. MINCER, and A.H. CLAUER**, "Indentation Fracture of Wc-Co Cermets". *Journal of Materials Science*, 20 (1985) 1873.
- [52] **M.T. LAUGIER** , "New formula for indentation in ceramics". *Journal of Materials Science Letters*, 6 (1987) p 355.
- [53] **LIANG, K.** Contribution à l'étude des mécanismes de fissuration des matériaux Céramiques de type oxyde. Thèse Doct. : INSA, GEMPPM, **1990, 190 P.**
- [54] **I.ZERIZER.** " Caractérisation d'une alumine et d'une vitrocéramique par indentation Vickers et par émission acoustique". (2005), p 83-86.
- [55] **PALMQVIST, S.**, «Occurrence of Crack Formation during Vickers Indentation as a Measure of the Toughness of Hard Metals ", *Arch. Eisenhuettenwes.*, 1962, Vol. 33, n° 9 p. 629-33.
- [56] **MIRANZO, P. and MOYA, J. S.**, " Elastic Plastic Indentation in Ceramics: a Fracture Toughness determination Method, *Ceramics international*, 1984, Vol. 10, n° 4, p.147-152.
- [57] **SHETTY, D. K. and WRIGET, I. G.**, «On estimating fracture toughness of cemented carbides from Palmqvist crack siges», *J. Mat. Sci. Lett.* 1986, Vol. 5, p. 365-368.
- [58] **OGILVY, I. M., PERROTT, C. M. and SUITER, J. W.**, «On the Indentation of Cemented Carbide: I ", *Wear*, 1977, Vol. 43, n° 2, p 239-252.
- [59] **CHANTIKUL, P., ANSTIS, G. R., LAWN, B. R. and MARSHALL, D. B.**, "A

Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Methode ", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, 64, n° 9, p. 539-543.

## *Abstract*

The objective of our work is to study three types of ceramic materials: a glass, a zirconia and two aluminas (thin and thick), in order to determine the microhardness and the toughness of these materials using the Vickers indentation. The principle of this method is to create the fissuration with the help of a pointed indenter to square basis (Vickers diamond). We obtain different types of cracks (median, radial) that depend directly of the maximal applied indentation load. We measure the diagonals of the Vickers print, and the lengths of cracks. And then we calculate and we drew the variations of the microhardness according to the load of indentation. Using the different formulas given in the literature the toughness has been compared by the standard formula of Liang. Then a comparison because the formula of Liang is a valid formula for the two systems of fissurations palmqvist and Half - penny whereas the other formulas only concern one type is one either the other. We found that the values, in general, are not too different, to an unit near. For five formulas out of eight It. will allow us therefore to use which of these five formulas.