

INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DES MATERIAUX CERAMIQUES

M. Saâdaoui¹, G. Fantozzi²

(1) *LERSIM, Ecole Mohammadia d'Ingénieur, BP 765 Rabat Maroc*

(2) *MATEIS UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon B. Pascal, 69621 Villeurbanne cedex France*

saadaoui@emi.ac.ma

Résumé

Dans cet article, nous nous intéressons à l'influence de la microstructure, particulièrement celle de la taille de grains, sur le comportement thermomécanique des matériaux céramiques. Cette influence est illustrée à travers des exemples concernant des céramiques à base d'alumine sous différents types de sollicitations : chargement statique ou cyclique, choc thermique et fluage.

Des courbes de résistance à la propagation de fissures (courbes R) sont présentées pour des alumines de haute pureté et l'influence de la taille de grains est discutée en introduisant une fonction de la complaisance, reliée au pontage par grains qui conduit à un renforcement des matériaux à gros grains.

La propagation sous critique de fissures est analysée sur la base de diagrammes V-K_I (vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte) déterminés par la méthode de double torsion sous un chargement statique ou cyclique. Lors d'un chargement statique, une augmentation de la taille de grains décale les courbes V-K_I vers les plus hautes valeurs du facteur d'intensité de contraintes (FIC). Ceci est attribué au renforcement par pontage, phénomène extrinsèque qui intervient à l'arrière du front de fissure et qui est sensible à la fois à la taille de grains et à la longueur de fissure.

L'alumine à gros grains est plus sensible à la fatigue cyclique qu'une nuance à grains fins. Ceci est dû à une détérioration, sous un chargement cyclique, du pontage opérant dans la nuance à gros grains. Cet effet est analysé en utilisant la fonction de complaisance, qui permet d'interpréter l'effet de fatigue comme une compétition entre le renforcement par pontage qui accompagne la propagation de fissure, et sa destruction sous l'effet du chargement cyclique.

La résistance au choc thermique (choc à l'air d'éprouvettes indentées) est étudiée en utilisant un diagramme FIC- temps - dimension de fissure. En réalisant un suivi in situ des essais par émission acoustique, l'influence de la taille de grains est étudiée en déterminant le temps de propagation instable de fissure et les courbes de résistance à la propagation de fissure dans les conditions de choc thermique.

Le comportement au fluage est analysé pour des alumines pures et des nanocomposites à base d'alumine.

Mots clés: alumine, taille de grains, propagation sous critique de fissures, choc thermique, fluage.

1. Introduction

Le comportement thermomécanique des matériaux céramiques dépend fortement de leurs microstructures, conditionnées par les procédés d'élaboration (nature des poudres, conditions de mise en forme et celles du frittage). La première approche suivie pour

optimiser le comportement des matériaux est basée sur le critère de Griffith [1], reliant la résistance à la rupture à la taille des défauts : des microstructures de plus en plus fines ont été développées, afin de diminuer la taille et la répartition des défauts préexistants qui sont à l'origine de la rupture. La deuxième démarche consiste à développer des microstructures qui permettent d'augmenter la ténacité des

matériaux en introduisant des mécanismes de renforcement. Ces mécanismes induisent généralement une résistance à la propagation de fissures (effet de courbe R), qui permet une tolérance vis à vis des défauts préexistants [2].

La résistance à la propagation de fissure est due à des mécanismes absorbeurs d'énergie qui diminuent la force motrice de propagation de fissure [2] : microfissuration, transformation de phase ou pontage. La microfissuration se produit dans des matériaux où les contraintes résiduelles d'origine thermique sont localement importantes. C'est le cas des matériaux renforcés par des particules d'une seconde phase ou suite à une transformation de phase. Celle-ci intervient dans les matériaux à base de zircon : des particules de zircon tétragonale se transforment en phase monoclinique sous l'effet de contraintes lors de la propagation d'une fissure. La dilatation qui résulte de cette transformation génère des contraintes de compression dans une zone qui s'étend dans le sillage de la fissure, ce qui augmente la résistance à la propagation.

Les mécanismes de pontage de fissure (crack bridging) proviennent d'interactions entre les surfaces fissurées qui induisent des contraintes de compression qui s'opposent à l'ouverture de la fissure. Une énergie supplémentaire est nécessaire pour contrebalancer les contraintes de pontage et séparer les zones d'interaction. Ces mécanismes interviennent dans les céramiques renforcées par des fibres [3] ou des whiskers [4]. On les retrouve également dans les céramiques à microstructure grossière [5] ou particulière avec des grains allongés à fort rapport d'aspect, comme c'est le cas pour le nitrure de Silicium [6].

La taille de grains, étroitement liée aux conditions d'élaboration, est un paramètre microstructural important, facilement quantifiable. Dans ce travail, nous nous intéresserons à l'influence de ce paramètre sur le comportement thermomécanique. Cette influence sera illustrée à travers des exemples concernant des céramiques à base d'alumine, une céramique largement utilisée grâce à l'association de bonnes propriétés (résistance mécanique, dureté élevée, résistance à la corrosion, stabilité thermodynamique) et d'avantages économiques. Par ailleurs, l'alumine est souvent choisie comme matériau modèle pour représenter le comportement des céramiques monolithiques sans transformation de phase. Le comportement sera analysé sous

différents types de sollicitations : chargement statique ou cyclique, choc thermique et fluage.

2. Résistance à la propagation de fissures

2.1- Renforcement par pontage

Dans l'alumine, comme c'est généralement le cas dans les céramiques polycristallines, la résistance à la propagation de fissures est liée au pontage par grains [7]. Ce mécanisme est dû à l'anisotropie de la dilatation thermique et se manifeste par des interactions entre les surfaces d'une fissure qui se propage : des contraintes de compression apparaissent à l'interface de gros grains non fissurés et empêchent l'ouverture de la fissure, contribuant ainsi au renforcement. Ces interactions peuvent être schématisées par une contrainte de compression continue σ_p (fig.1) qui peut s'écrire sous forme d'une loi en puissance en supposant une ouverture de fissure linéaire [8].

$$\sigma_p(x) = \sigma_m \left(1 - \frac{x}{X}\right)^n \quad (1)$$

où σ_m est la contrainte maximale en fond de fissure, X la longueur de la zone pontée et x la distance au front de fissure.

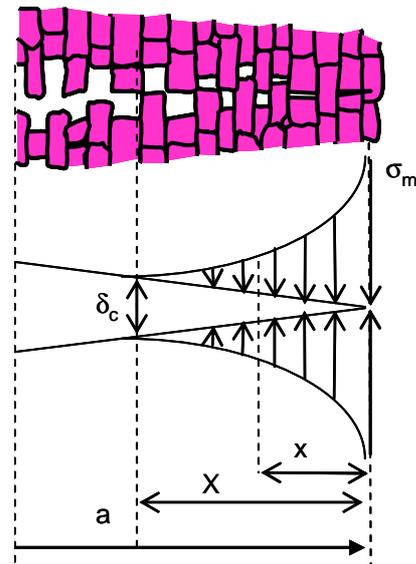


Fig. 1 : Schématisation de la zone et des contraintes de pontage.

La courbe R en présence de pontage (Fig. 2) présente une partie croissante correspondant à la création de nouveaux ponts non fissurés qui ont un effet d'écran vis-

à-vis de la contrainte appliquée (shielding wake), et qui augmentent la résistance à la propagation, suivie d'un plateau qui correspond à une saturation du mécanisme lorsque l'ouverture de fissure dépasse une limite δ_C . Au delà de cette limite, les ponts sont détruits du fait de l'ouverture importante de la fissure et la zone pontée se translate avec le front de fissure. La courbe de résistance à la propagation de fissure peut être déterminée en terme de facteur d'intensité de contrainte K_R qui peut s'écrire :

$$K_R = K_{I0} + K_p (\Delta a) \quad (2)$$

où K_{I0} représente la ténacité intrinsèque du matériau et correspond à l'amorçage de la propagation de fissure et K_p représente la contribution du pontage à la résistance à la propagation qui augmente avec l'extension de fissure Δa .

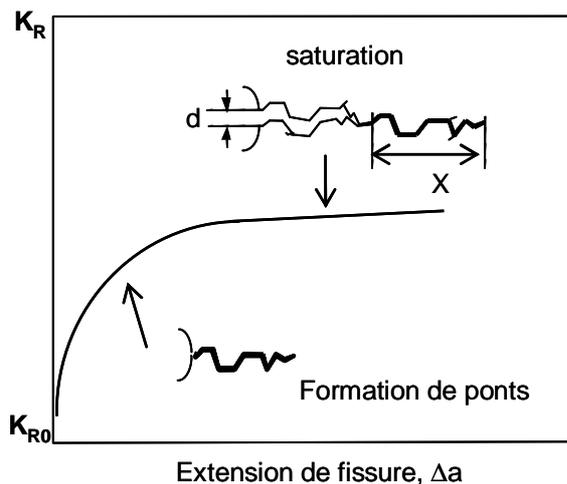


Fig. 2 : Schématisation du renforcement dû au pontage par grains.

La résistance à la propagation de fissure est plus prononcée pour les alumines à gros grains ($d > 15\mu m$), pour lesquels l'amplitude de la courbe R ainsi que sa valeur maximale augmentent avec la taille de grains. Pour ces matériaux, la résistance à la propagation de fissure peut augmenter d'un facteur allant jusqu'à 10 comme l'illustre la figure 3. Par contre, la valeur d'amorçage de la propagation de fissure K_{I0} est indépendante de la taille de grains et est de l'ordre de $2.3 \text{ MPam}^{1/2}$ [9].

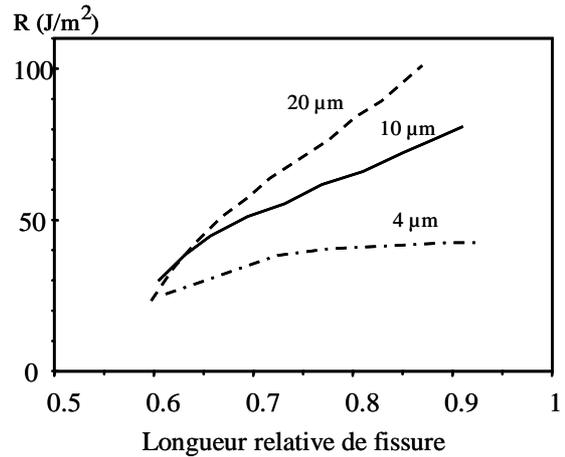


Fig.3 : Courbes R pour des alumines à différentes tailles de grains [10].

2.1. Analyse de la complaisance : Influence de la taille de grains

Mai et Hu [8] ont développé une approche basée sur l'analyse de la complaisance pour quantifier le pontage par grains, qui est à l'origine du renforcement dans de nombreuses céramiques polycristallines. Cette approche utilise la différence entre la complaisance mesurée, C_{mes} et la complaisance théorique C_{th} , relative à un matériau parfaitement linéaire élastique, pour lequel il n'y a pas d'interaction entre les surfaces d'une fissure.

La différence entre C_{th} et C_{mes} reflète l'intensité du pontage par grains, évaluée en introduisant une fonction de complaisance, ϕ , définie par :

$$\phi(a) = \frac{C_{th}(a)}{\partial C_{th}} \left(\frac{C_{th}(a)}{C_{mes}(a)} - 1 \right) \quad (3)$$

où a est la longueur de fissure.

La fonction ϕ est reliée aux paramètres de pontage, en particulier la taille, X , de la zone pontée par les relations suivantes :

$$\phi(a) = \frac{X}{n+1} \quad \text{si } \Delta a \geq X \quad (4a)$$

$$\phi(a) = \frac{X}{n+1} \left[1 - \left(1 - \frac{\Delta a}{X} \right)^{n+1} \right] \quad \text{si } \Delta a < X \quad (4b)$$

n étant l'exposant de la contrainte de pontage (eq. 1).

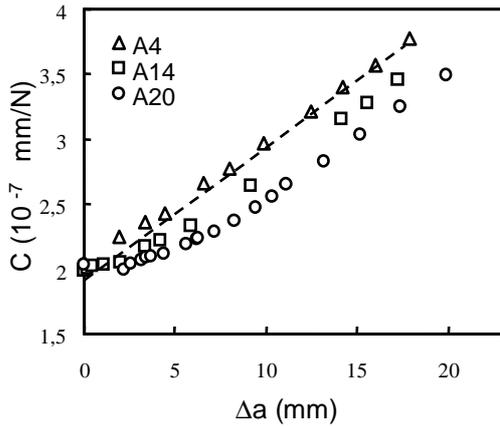


Fig. 4 : Comparaison de C_{mes} (symboles) et C_{th} (pointillés) en double torsion.

Cette analyse a été appliquée par El Attaoui et al. [11] au cas d'essais de double torsion pour évaluer l'influence de la taille de grains sur la propagation de fissures. Les matériaux étudiés, désignés par A4, A14 et A20 sont des alumines de haute pureté (>99,9 %) de même composition et de taille de grains respectives 4, 14 et 20 μm .

Pour un essai de double torsion, C_{th} est linéaire en fonction de la longueur de fissure. Cette relation est effectivement vérifiée pour la nuance à grains fins (fig. 4) alors qu'un écart à la linéarité est observé pour les autres nuances, qui présentent un effet de courbe R important, lié au pontage par grains (fig. 5). L'intensité relative de la contrainte de pontage est représentée sur la figure 6 pour les nuances A4 et A20. On peut remarquer que cette contrainte est plus importante pour le matériau à gros grains.

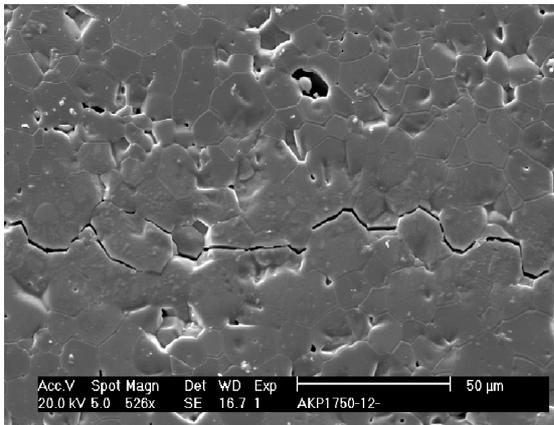


Fig. 5 : Pontage de fissure dans l'alumine A20.

La figure 7 montre que la fonction ϕ suit la même évolution que la courbe R pour les

trois alumines et que son amplitude est d'autant plus grande que le renforcement est important. Le tableau 1 regroupe les valeurs au plateau de K_R et de la fonction ϕ .

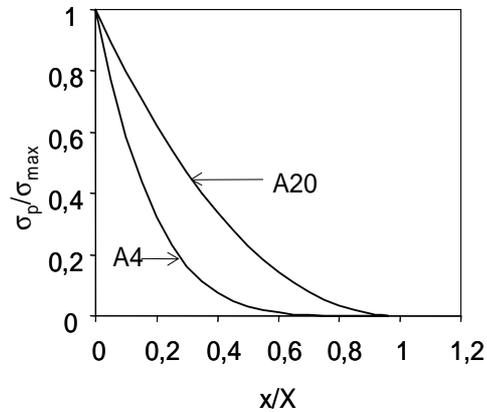


Fig. 6 : Influence de la taille de grains sur la distribution des contraintes de pontage.

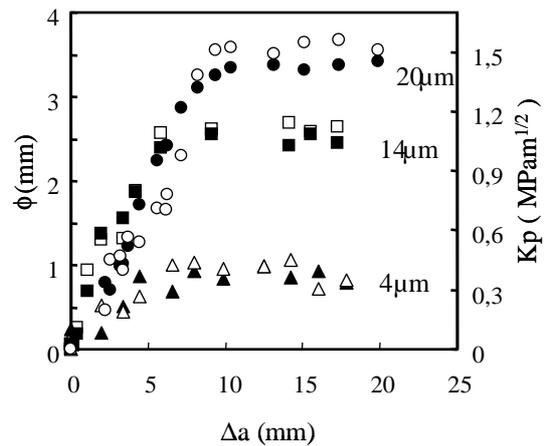


Fig. 7 : Influence de la taille de grains sur K_{Rp} (symboles pleins) et ϕ (symboles vides).

Table 1: Valeurs au plateau de K_R et ϕ

Materials	K_{Rp} (MPam ^{1/2})	ϕ_p (mm)
A4	3.6	0.9
A14	3.9	2.4
A20	4.4	3.3

Une relation empirique de proportionnalité a été établie entre la fonction ϕ et la contribution du pontage à la résistance à la propagation de fissure : $\phi(\Delta a) \approx 2K_{Rp}(\Delta a)$. Dans la suite, cette fonction sera utilisée pour évaluer l'efficacité du pontage lors de la propagation de fissure.

3. Propagation sous critique de fissures

3.1. Diagramme V-K_I

La croissance sous critique est l'un des modes de propagation de fissures les plus fréquents dans les matériaux céramiques [9]. Elle intervient à un niveau de contrainte inférieur à la valeur critique : la fissure se propage de manière lente jusqu'à ce que la rupture brutale se produise, lorsque le facteur d'intensité de contrainte atteint la valeur critique K_{IC}. Ce type de propagation est dû à une corrosion sous contrainte : l'action combinée d'une contrainte appliquée et d'espèces corrosives (molécules d'eau) entraîne la rupture de liaisons atomiques en fond de fissure.

La croissance sous critique des fissures dans les matériaux céramiques est gouvernée uniquement par le facteur d'intensité de contrainte K_I, qui détermine la vitesse de propagation des fissures, V. Elle est décrite par un diagramme V- K_I qui fait apparaître trois stades correspondant à différents mécanismes intervenant en fond de fissure et décrits par des lois en puissance de type :

$$V = AK_I^n \quad (5)$$

où les paramètres A et n sont des caractéristiques du matériau, de la température et de l'environnement.

La connaissance de la loi de propagation V(K_I), notamment dans le domaine des vitesses très faibles, permet de prévoir la durée de vie. Pour certains matériaux, aucune propagation de fissure ne se produit en dessous d'un seuil K_{I0}, qui définit alors un domaine de sécurité.

3.2. Cas de l'alumine - effet de la taille de grains

La figure 8 regroupe les courbes V-K_I déterminées par la méthode de double torsion pour les alumines A4, A14 et A20 présentées ci-dessus [11]. Les courbes sont pratiquement convergentes aux fortes vitesses, qui correspondent au début de la propagation de fissure, donc au début de la formation des zones de pontage. Aux faibles vitesses, les courbes se décalent vers les fortes valeurs de K_I à mesure que la taille de grains augmente. Cet effet s'explique par l'augmentation du renforcement par pontage à la fois avec la

taille de grains et la longueur de fissure. En effet, le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure K_{tip}, qui représente la force motrice de propagation, est donné par :

$$K_{tip} = K_I - K_p \quad (6)$$

où K_I est le facteur d'intensité de contrainte appliqué et K_p la contribution du renforcement par pontage (contraintes de compression qui s'opposent à la propagation de fissure).

Pour une vitesse donnée (déterminée par K_{tip}) l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte appliqué est due à l'augmentation de la contribution du pontage K_p, avec la taille de grains. Par ailleurs, pour la nuance à gros grains, A20, K_p augmente à mesure que la vitesse diminue, du fait de l'extension de la fissure (effet de courbe R).

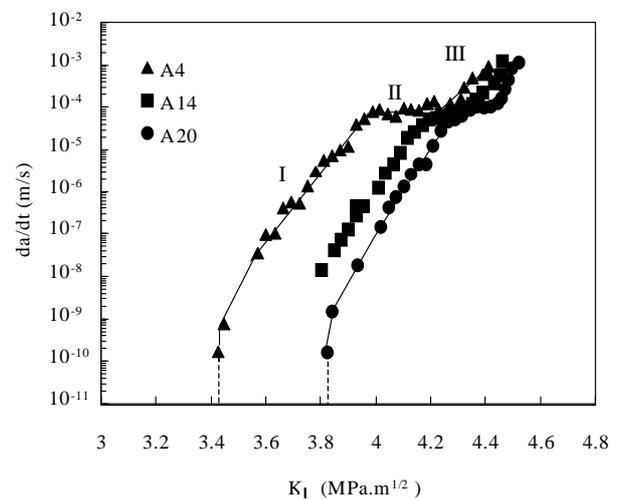


Fig. 8 : Influence de la taille de grains sur les courbes V-K_I de l'alumine.

L'augmentation de la résistance à la propagation de fissure avec la taille de grains contrebalance, en partie, les effets de la croissance sous critique et augmente le seuil apparent lié à la contrainte appliquée. Cependant, ce phénomène est limité par le changement de mode de rupture. Cet effet est illustré sur la figure 9 qui regroupe des courbes V-K_I d'alumines de même nature que les précédentes, mais avec une distribution moins homogène de tailles de grains allant de 6 à 53 μm [12]. Pour la plus grande taille de grains (53μm), on observe un décalage important de la courbe V-K_I vers les faibles valeurs de K_I.

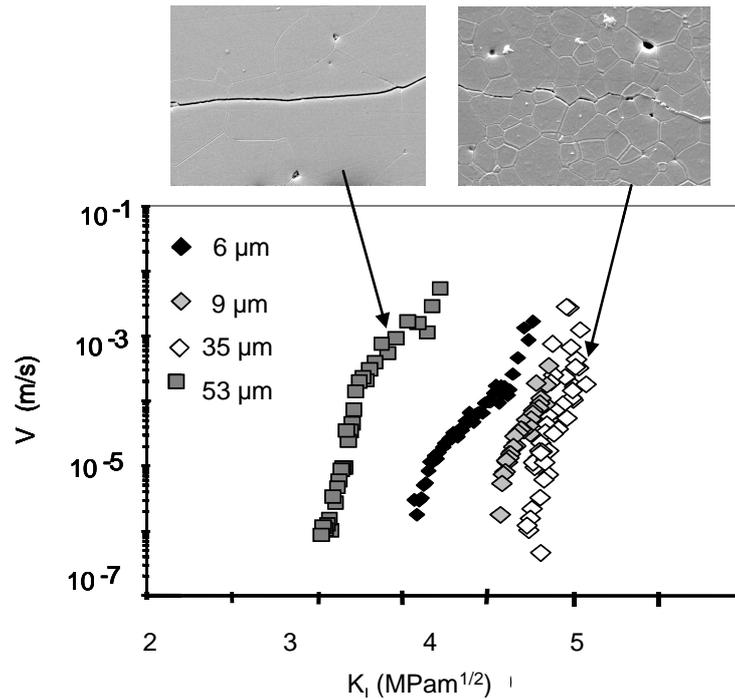


Fig. 9 : Influence d'un changement de mode de rupture sur les courbes V- K_I de l'alumine.

Cette inversion de tendance est due à une diminution de l'intensité du pontage, liée à un changement de mode de rupture qui devient trans-granulaire pour la nuance à gros grains (Fig. 9), alors qu'il est majoritairement intergranulaire pour les autres nuances.

L'effet de la taille de grains est lié à l'intensité du pontage qui est un mécanisme extrinsèque opérant à l'arrière du front de fissure. Si l'on trace V en fonction de K_{tip} au lieu de K_I , on obtient une courbe intrinsèque (Fig.10) indépendante de la microstructure et similaire à celle d'un monocristal d'alumine [12].

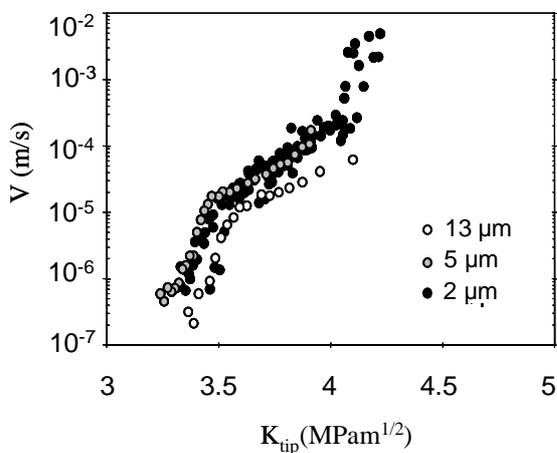


Fig. 10 : Courbe V- K_I intrinsèque.

3.3. Effet d'un renforcement par des particules de zircon

Une amélioration des propriétés, notamment de la résistance à la propagation sous critique de fissures peut être obtenue en introduisant des particules de zircon dans une matrice d'alumine. En effet, sous l'influence des contraintes générées au fond d'une fissure, les particules de zircon quadratique peuvent se transformer en phase monoclinique. Cette transformation s'accompagne d'une augmentation de volume et induit des contraintes de compression qui tendent à s'opposer à la propagation de fissure. Un renforcement important peut ainsi être obtenu en optimisant la microstructure des matériaux et le taux de transformation sous contrainte de la zircon. Pour cela, la taille des particules de zircon doit être comprise entre la taille critique de transformation au voisinage d'une fissure ($\sim 0.1 \mu\text{m}$) et la taille critique de transformation spontanée au refroidissement ($\sim 0.6 \mu\text{m}$).

La figure 11 montre la microstructure d'un nanocomposite Al_2O_3 -10% vol ZrO_2 élaboré par voie colloïdale qui permet d'obtenir des grains très fins de zircon (0.4 μm) dispersés dans une matrice alumine (1.2 μm), de façon homogène et resserrée de manière à optimiser le taux de transformation de phase sous contrainte et par conséquent le renforcement [13]. Comparée à celle d'une

alumine à grains fins (2µm) la courbe V-K_I du composite (Fig. 12) est fortement décalée vers les plus hautes valeurs de K_I, du fait du renforcement par transformation de phase, tout en préservant la pente de la courbe de l'alumine, plus élevée que celle de la zirconie (ce qui témoigne d'une plus faible sensibilité de l'alumine à la croissance sous critique).

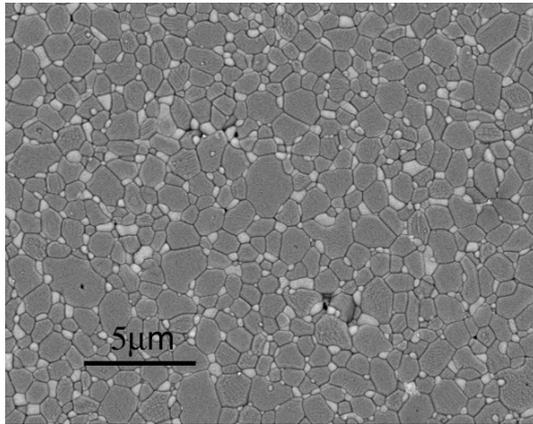


Fig. 11 : Micrographie d'un nanocomposite Al₂O₃ -10% ZrO₂.

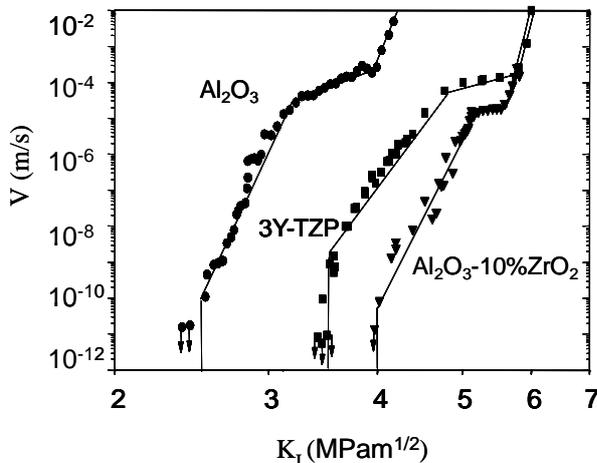


Fig. 12 : diagramme V-K_I du nanocomposite Al₂O₃ -10% ZrO₂ comparé à celui d'une alumine et d'une zirconie Y-TZP.

4. Fatigue cyclique

4.1. Dégradation par fatigue

L'effet de fatigue dû à un chargement cyclique a longtemps été considéré comme impossible dans les matériaux céramiques, à cause de l'absence de plasticité en fond de fissure dans ces matériaux. Un tel effet a cependant été mis en évidence dans différents matériaux et l'extension de fissure par cycle a

été décrite par une loi analogue à celle de Paris, relative aux métaux [9] :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_I)^m \quad (7)$$

avec a : dimension de la fissure ;
N : nombre de cycles ;
K_I : facteur d'intensité de contrainte.

L'extension de fissure observée lors d'un chargement cyclique a d'abord été attribuée à une corrosion sous contrainte, analogue à celle qui intervient lors des essais statiques. Cela a été confirmé dans le cas du verre et de la porcelaine, pour lesquels on peut prévoir la durée de vie à partir de résultats d'un chargement statique. Pour de nombreuses céramiques polycristallines, la propagation de fissure lors d'un chargement cyclique a lieu à un niveau de facteur d'intensité de contrainte significativement inférieur à celui nécessaire pour générer une corrosion sous contrainte. Par ailleurs, les vitesses de propagation de fissures macroscopiques peuvent être supérieures, de plusieurs ordres de grandeurs, à celles observées en chargement statique. Dès lors, la fatigue cyclique des céramiques a suscité un grand intérêt, en la reliant à la résistance à la propagation de fissures : certains mécanismes de renforcement, à l'origine de cet effet, peuvent diminuer, voire disparaître, sous un chargement cyclique, entraînant une accélération de la propagation de fissure. Ce phénomène a été particulièrement mis en évidence dans l'alumine et la zirconie renforcées respectivement par pontage et par transformation de phase [11].

4.2. Influence de la taille de grains

La figure 13 montre l'effet d'un chargement cyclique sur les courbes V-K_I des deux alumines A4 et A20, de tailles de grains respectives 4µ et 20µm, étudiées par El Attaoui et al. [11]. Les essais de fatigue cyclique ont été réalisés en double torsion à une fréquence de 10 HZ, avec un rapport de charge maximale et minimale de 0.1. Les courbes sont tracées en reportant la vitesse de propagation de fissure, V, en fonction du facteur d'intensité de contrainte maximal, K_Imax. Pour la nuance à grain fin, la courbe V-K_Imax est pratiquement identique à celle obtenue sous un chargement statique. Pour la nuance à gros grains, un chargement cyclique augmente la vitesse de propagation de fissure à cause de la dégradation des sites de pontages par frottement des lèvres de la

fissure. Cette dégradation a été mise en évidence par une diminution de la fonction de complaisance (mesure de l'intensité du pontage) après un chargement cyclique (Fig. 14).

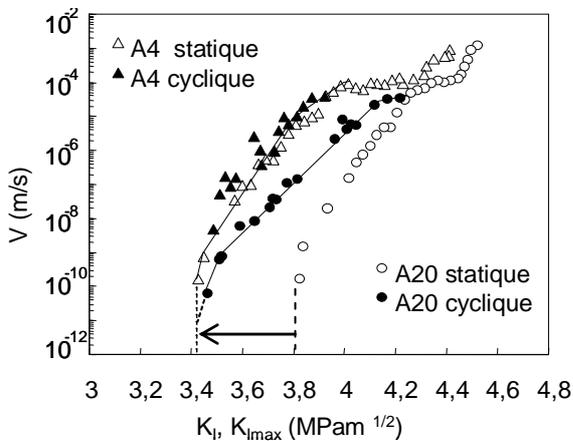


Fig. 13 : Influence de la taille de grains sur les courbes $V-K_I$ en chargement cyclique.

L'effet de fatigue dans l'alumine à gros grains peut être interprété comme une compétition entre le renforcement par pontage qui se produit lors de la propagation de fissure et sa dégradation sous l'effet du chargement cyclique. La dégradation du pontage dépend de la vitesse de propagation de fissure ; elle est plus importante aux faibles vitesses (nombre de cycles important pour une faible propagation). Au niveau du seuil de propagation de fissure, le pontage de la nuance à gros grains (la plus renforcée) est presque entièrement dégradé et le seuil de propagation de fissure tend vers celui de la nuance à petits grains (Fig. 13). Cela veut dire que l'effet bénéfique du renforcement, acquis lors d'un chargement monotone, est perdu en fatigue cyclique.

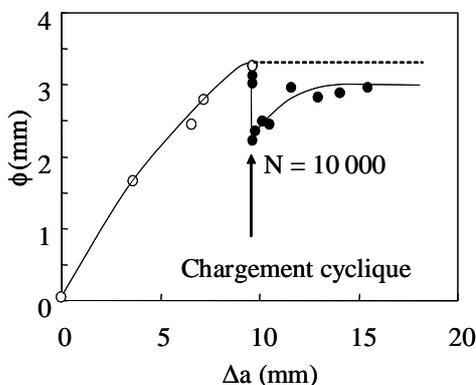


Fig. 14 : Dégradation du pontage par fatigue dans une alumine à gros grain ($20 \mu\text{m}$).

Ainsi, les critères de résistance à la propagation de fissure et à la fatigue cyclique sont opposés. En augmentant la taille de grains (sans modifier la texture et le mode de rupture), on favorise le pontage qui contribue au renforcement du matériau lors de la propagation de fissure. Cela se traduit par une augmentation du seuil apparent de propagation de fissure et un décalage des courbes $V-K_I$ vers des valeurs plus élevées de K_I (Fig. 15). D'un autre côté, la destruction par frottement du pontage lors d'une sollicitation cyclique est à l'origine de la dégradation prématurée par fatigue des matériaux (diminution du seuil de propagation de fissure).

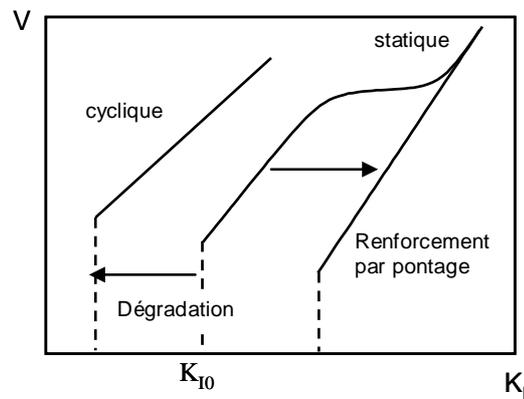


Fig. 15 : Schématisation de l'influence d'une augmentation de la taille de grains sur la propagation de fissures.

5. Résistance au choc thermique

5.1. Considérations théoriques

Un choc thermique se produit lors d'un changement brutal de la température d'un matériau. Le gradient thermique qui en résulte, conduit à l'apparition de contraintes qui peuvent atteindre, localement, la résistance à la rupture du matériau et entraîner son endommagement. Ces contraintes sont transitoires et n'existent que pendant le temps nécessaire au système pour atteindre l'équilibre thermique.

La résistance au choc thermique est souvent évaluée en mesurant la résistance à la rupture après choc thermique (contrainte résiduelle), ce qui permet de définir un écart critique de température à partir duquel le matériau se dégrade, ΔT_c . On distingue habituellement deux types de matériaux selon leurs comportements. Les matériaux à haute résistance mécanique (céramiques fines) résistent à l'amorçage de la fissuration par

choc thermique (ΔT_c élevé), mais une fois celle-ci amorcée, le matériau se dégrade rapidement. Les matériaux à faible résistance mécanique (réfractaires) résistent à l'endommagement par choc thermique. Pour ces matériaux, la diminution de la contrainte résiduelle se fait de manière progressive lorsque l'écart de température appliqué augmente.

Une approche en terme de facteur d'intensité de contrainte, K_{CT} , permet une analyse fine du choc thermique en utilisant les concepts de base de la thermoélasticité et de la mécanique de la rupture [7]. Cette approche est basée sur un diagramme K_{CT} - temps - longueur de fissure (Fig. 16) qui permet de prévoir l'évolution des défauts surfaciques préexistants, pour un écart de température appliqué.

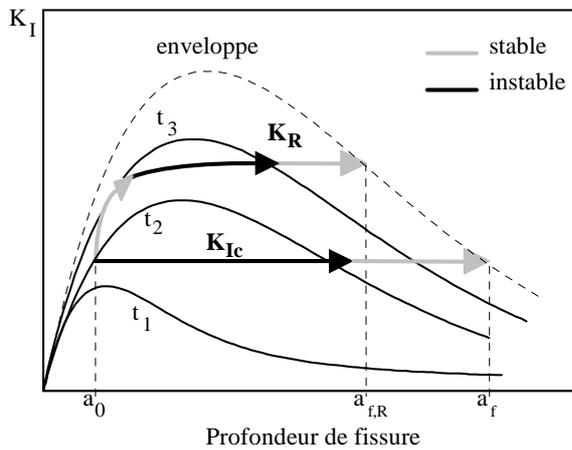


Fig. 16 : Représentation schématique des courbes K_{CT} , générées lors d'un choc thermique et conditions de propagation de fissure.

Pour un matériau à ténacité K_{Ic} , constante (sans renforcement), un défaut de taille initiale a_0 , se propage lorsque K_{CT} atteint K_{Ic} . La propagation se fait d'abord de manière instable ($dK_{CT}/da > 0$) puis de manière stable (pour $dK_{CT}/da < 0$) jusqu'à une taille finale, a_f . Pour un matériau présentant une résistance à la propagation de fissure, la ténacité K_{Ic} est remplacée par la courbe de résistance à la propagation de fissure, K_R . Dans ce cas, la propagation de fissure se fait d'abord de manière stable ($dK_{CT}/da < dK_R/da$) et la taille finale de fissure $a_{f,R}$, est inférieure à celle atteinte dans un matériau à ténacité constante.

L'objectif actuel est de développer des matériaux ayant à la fois une bonne résistance à la rupture et à l'endommagement par choc

thermique en favorisant les mécanismes permettant d'augmenter la résistance à la propagation de fissures.

5.2. Influence de la microstructure

Les variations de la contrainte résiduelle relative (après un choc thermique à l'air soufflé) avec l'écart de température appliqué, sont représentées sur la figure 17 pour trois nuances d'alumine de microstructures différentes [7]. Deux nuances désignées par A3 et A25 ont des microstructures homogènes avec des tailles moyennes de grains respectivement égales à $3\mu m$ et $25\mu m$ et la nuance AH a une microstructure bimodale, formée de gros grains allongés allant jusqu'à $300\mu m$ entourés de zones à petits grains de taille moyenne $5\mu m$.

L'écart critique de température est plus important pour la nuance A3 (Fig. 17), du fait des défauts de plus faibles dimensions. La dégradation est moins importante dans les nuances A25 et AH présentant une résistance à la propagation de fissure lors d'un choc thermique (Fig. 18) et elle est d'autant moins importante que l'effet de pontage est important.

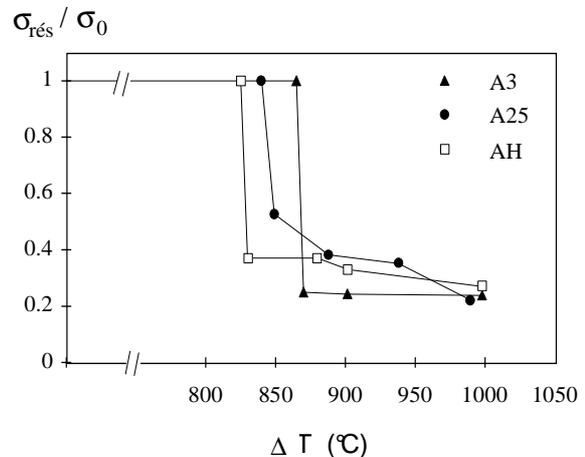


Fig. 17 : Contrainte résiduelle relative après choc thermique à l'air soufflé pour les alumines A3, A25 et AH.

L'influence favorable du pontage (quantifié par la pente de la courbe R) sur l'endommagement par choc thermique de l'alumine est illustrée sur la figure 19 qui représente la contrainte résiduelle rapportée à sa valeur initiale (avant choc thermique) pour différentes tailles moyennes de grains.

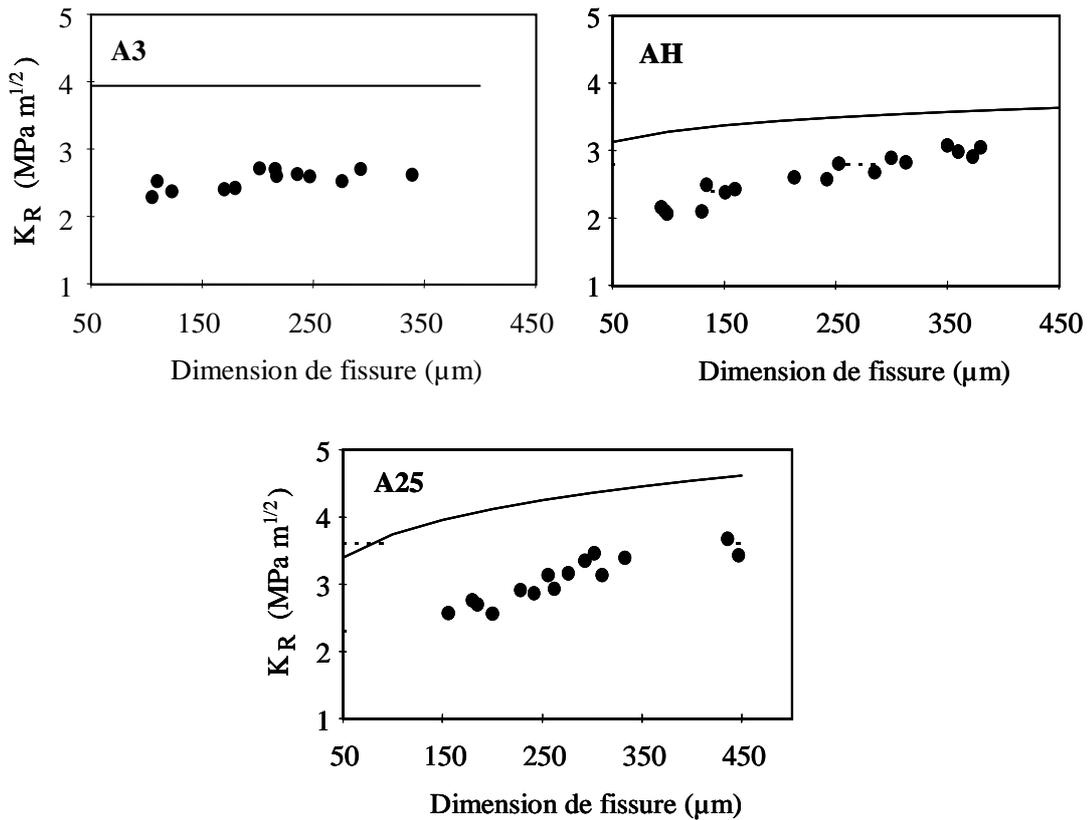


Fig. 18 : Résistance à la propagation de fissure lors d'un choc thermique (symboles) et en flexion (trait continu) pour les alumines A3, A25 et AH.

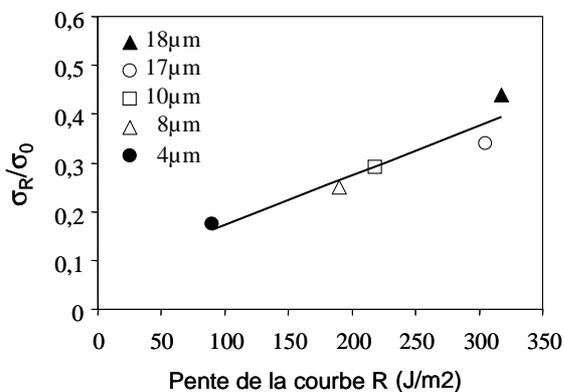


Fig. 19 : Effet de la taille de grains sur la contrainte résiduelle d'après [10].

Le pontage généré dans l'alumine à gros grains induit deux effets qui contribuent à l'amélioration de la résistance résiduelle après un choc thermique. D'une part, la propagation de fissure lors d'un choc thermique est moins importante que dans un matériau à grains fins à ténacité constante (Fig. 16). D'autre part, une contrainte plus importante est nécessaire pour propager des fissures avec une zone pontée, créée lors d'un choc thermique.

Cependant, lorsque le renforcement induit par pontage est insuffisant pour supprimer la propagation instable de fissure lors d'un choc thermique (cas des alumines AH et A25), la dégradation se fait dans un intervalle de température très étroit, comme dans le cas d'un matériau à ténacité constante (A3).

La dégradation par choc thermique peut être considérablement diminuée et se faire de manière progressive si l'effet de courbe R est relativement important, comparé à la sévérité du choc thermique. Ce comportement a été particulièrement observé pour des céramiques de structure duplex, à base de zircon et d'alumine qui présentent une forte résistance à la propagation de fissure [14] (Fig.20). Le paramètre τ , indiqué sur les courbes, indique l'importance de l'effet de courbe R : $\tau = 0$ correspond à une ténacité constante ; $\tau > 0$ à un effet de courbe R, d'autant plus important que τ est grand.

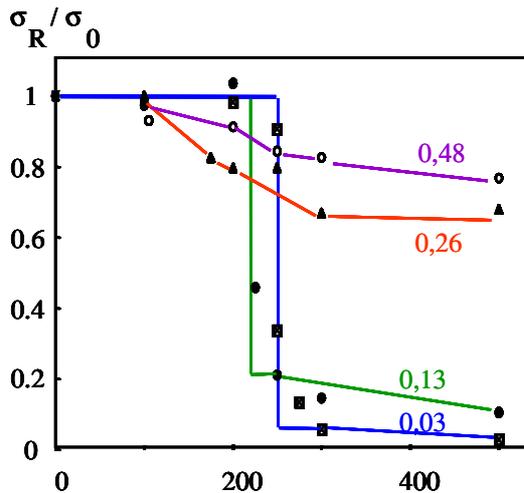


Fig. 20 : Résistance au choc thermique pour une zircone alumine ($\tau=0.03$) et des céramiques duplex [15].

6. Comportement en fluage

6.1. Aspects phénoménologiques

Le fluage est une déformation qui intervient à haute température sous l'effet d'une contrainte constante. Cette déformation dépend du temps et se fait généralement en trois stades (Fig. 21). Elle est caractérisée par une vitesse qui dépend de la température, T , de la contrainte appliquée, σ , et de la microstructure selon la relation [16] :

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\sigma^n}{d^m} e^{-Q/RT} \quad (8)$$

Avec A : constante dépendant du matériau,
 Q : énergie d'activation de diffusion,
 d : taille de grains,
 R : constante des gaz parfaits,
 m et n : exposants relatifs à la taille de grains et à la contrainte respectivement.

Au cours du stade I, dit primaire, la vitesse de fluage, $\dot{\epsilon}$, décroît avec le temps. Le stade secondaire II, le plus dominant, est caractérisé par une vitesse presque constante. Lors du stade tertiaire III, la vitesse de fluage croît de manière drastique jusqu'à la rupture du matériau.

Les trois stades ne sont pas indépendants car le fluage est un phénomène continu. Selon la contrainte appliquée et la température, un stade peut ne pas apparaître. Par exemple, à faibles contraintes, le troisième stade peut disparaître tandis qu'à fortes contraintes, le stade secondaire peut être

remplacé par un point d'inflexion. Habituellement, l'analyse des résultats de fluage est relative seulement au stade quasi-stationnaire.

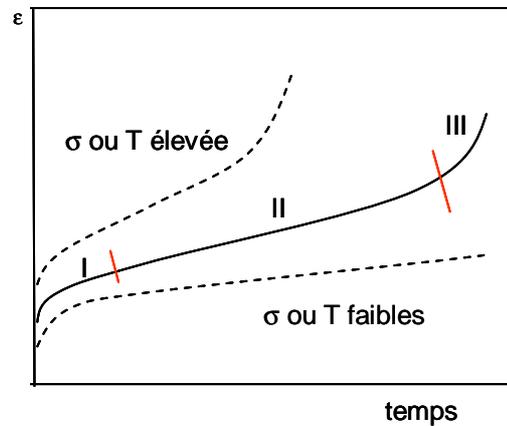


Fig. 21 : Allures typiques d'une courbe de fluage.

- Le fluage diffusion, au cours duquel la déformation se fait par diffusion d'ions ou de lacunes des joints de grains perpendiculaires à la contrainte vers ceux qui lui sont parallèles. Cette diffusion se fait soit dans le volume du grain (fluage Nabarro-Herring) soit le long des joints de grains (fluage Coble).
- Le fluage dislocation, dû au mouvement des dislocations par glissement et montée.
- Le fluage par glissement aux joints de grains, accommodé par la diffusion.
- le fluage endommagement, lié à la formation de cavités et de fissures.

6.2. Fluage de l'Alumine

L'exposant de la taille de grains intervenant dans l'expression de la vitesse de fluage (eq. 8) permet d'évaluer l'influence de la microstructure sur le fluage : un matériau est d'autant plus sensible au fluage que sa microstructure est fine. Cela a été vérifié [17] pour des alumines à différentes tailles de grains (0.68, 1.3 et 40 μm), comme on peut le voir sur les courbes de fluage en flexion à 1200°C, sous une contraintes de 100MPa (fig. 22). Pour la nuance à gros grains (40 μm), la déformation est inférieure à 1% alors que pour la nuance à grains fins (0.68 μm) la déformation augmente rapidement et dépasse 4% après 20h d'essai. Pour ces matériaux, la

valeur de l'exposant de contrainte et celle de l'énergie d'activation sont respectivement de 1.7 et 580 KJ/mole. Les mécanismes prépondérants sont le glissement aux joints de grains et la cavitation (fig. 23).

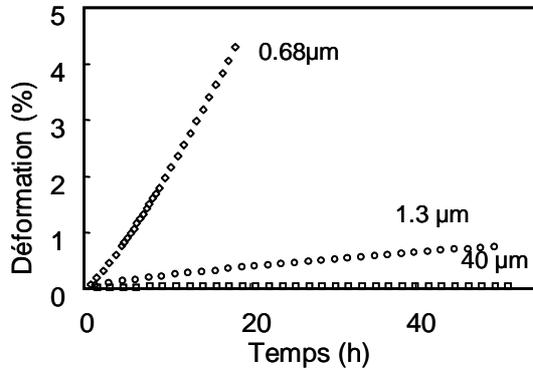


Fig. 22 : Influence de la taille de grains sur les courbes de fluage de l'alumine.

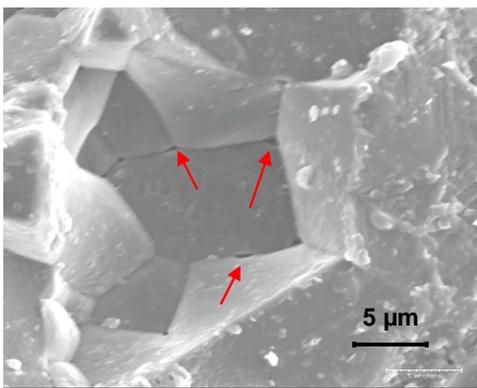


Fig. 23 Cavitation dans l'alumine C40 après fluage [17].

6.3. Fluage de nanocomposites Al_2O_3 -SiC

Les matériaux dit nanocomposites sont généralement composés d'une matrice de grains micrométriques avec des particules de renforcement de taille nanométrique. Les particules participant au renforcement peuvent être soit à l'intérieur de la matrice (intragranulaires) soit le long des joints de grains (intergranulaires).

La Fig. 24 montre la microstructure d'un nanocomposite Al_2O_3 -5 %SiC. Nous pouvons observer que nous avons effectivement des grains d'alumine micrométriques et que les particules de SiC, distribuées de manière homogène, restent très fines (100 à 200 nm) et occupent à la fois des positions intra et intergranulaires.

L'ajout de nanoparticules de SiC à une matrice d'alumine améliore la résistance au fluage comme on peut le voir sur la courbe typique d'un nanocomposite alumine-17 % vol. SiC (1200°C - 50 MPa), comparée à celle d'une alumine monolithique de même taille de grains (Fig. 25) [19]. La figure 26 montre la dépendance en contrainte de la vitesse de fluage en traction et en flexion pour l'alumine et pour le nanocomposite à 1200°C. La vitesse de fluage du nanocomposite est de trois à quatre ordres de grandeurs plus faible que celle de l'alumine. Ceci est confirmé par l'évolution de la vitesse de fluage avec la température pour des matériaux de même nature avec un taux de renfort de 5% (Fig.27) [20].

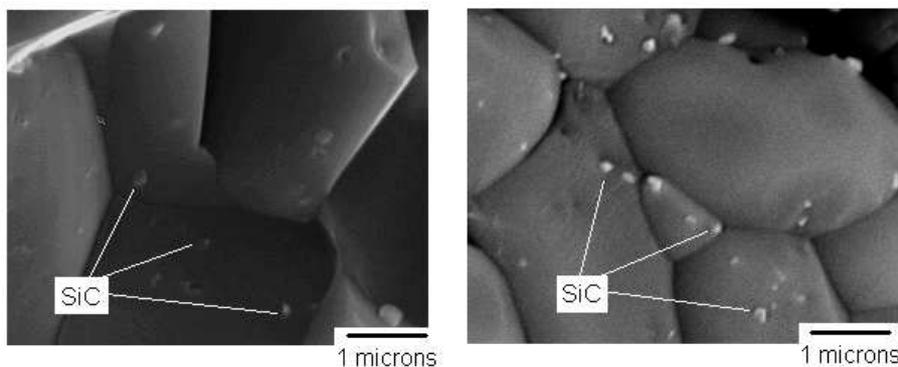


Fig. 24 : Microstructure d'un nanocomposites Al_2O_3 -5 %SiC [18].

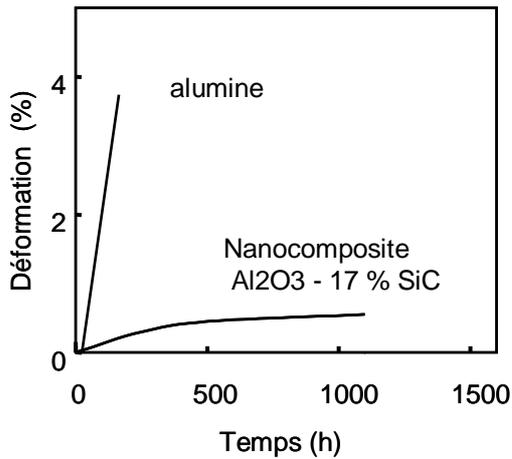


Fig. 25 : courbes de fluage pour une alumine et un nanocomposite Al_2O_3 -17%SiC (1200°C-50 MPa) [19].

Pour les nanocomposites, l'exposant de contrainte, n , est supérieur à 2 et l'énergie d'activation, Q , est plus élevée que celle de l'alumine (de l'ordre de 900 kJ/mol contre 450 kJ/mol pour l'alumine). Le rôle des particules de SiC n'est pas facile à préciser. Elles peuvent soit ralentir la vitesse de diffusion dans le joint et la formation des cavités, soit bloquer le glissement des joints de grains.

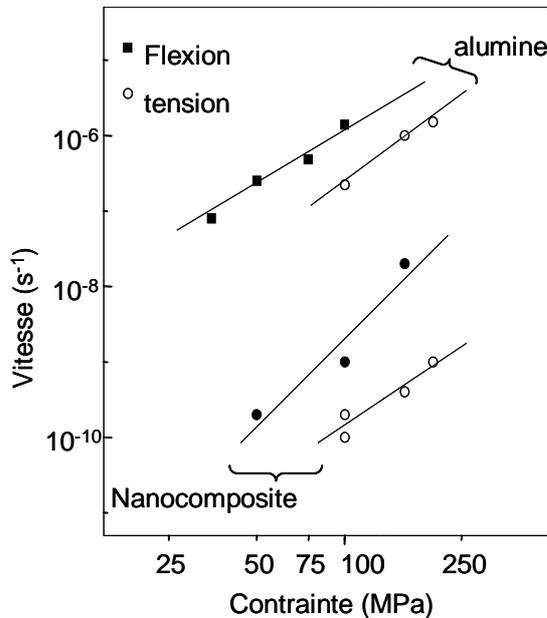


Fig. 26 : Dépendance en contrainte de la vitesse de fluage de l'alumine et du nanocomposite alumine-17 % SiC [19].

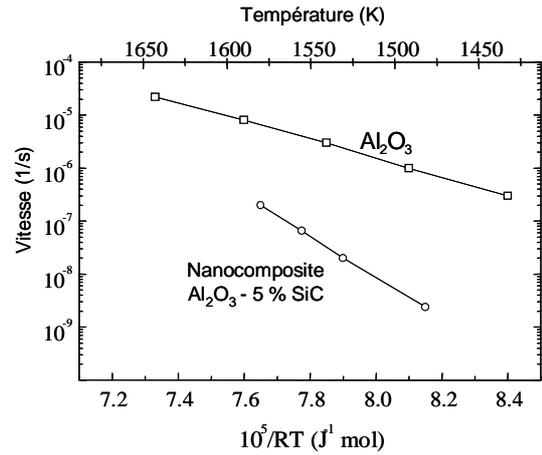


Fig. 27 : Variation de la vitesse de fluage avec la température pour une contrainte de 100 MPa [20].

Des observations au microscope électronique en transmission montrent qu'une rotation des particules intergranulaires se produit durant le fluage, ce qui les incruste dans la matrice alumine (Fig. 28). Ce processus est associé à un glissement aux joints et à la formation de petites cavités autour des particules.



Fig. 28 : Microstructure d'un nanocomposite alumine-17 % vol. SiC après fluage (1300 °C, 50 MPa) [19].

Par ailleurs, les particules de SiC peuvent modifier la composition chimique des joints de grains qui deviennent plus résistants dans les nanocomposites, comparés à ceux d'une alumine monolithique.

Conclusion

Le comportement à la rupture et le fluage des matériaux céramiques dépendent fortement de leurs microstructures. Dans le cas de l'alumine, qui peut être considéré

comme matériau modèle pour les céramiques sans transformation de phase, la taille de grains est un paramètre crucial qui a une influence importante sur la taille des défauts critiques, à l'origine de la rupture, ainsi que sur la vitesse de fluage. Par ailleurs, le renforcement dû au pontage par grains augmente avec la taille de grains (pour les matériaux à rupture intergranulaire) et induit une résistance à la propagation de fissure qui a une influence sur tous les modes d'endommagement par propagation de fissure : choc thermique, fatigue statique ou cyclique.

Références

- [1] A.A. Griffith, "The phenomena of rupture and flow in solid", *Phil. Trans. Roy. Soc. London*, vol. A 221, (1921), pp. 163-197.
- [2] A. G. Evans, "Perspective on the development of high toughness ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 73 n°2, (1990), pp. 187-205.
- [3] G. Navarre, "Etude des mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux composites à fibres et matrice céramique", Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, de Lyon, 1990, 212 p.
- [4] M.G. Jenkins, A.S. Kobayashi, K.W. White, R.C. Bradt, "Crack initiation and arrest in a SiC whisker, Al₂O₃ matrix composite", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 70, n°6, (1987), pp. 393-395
- [5] P.L. Swanson, C.J. Fairbanks, B.R. Lawn, Y.W. Mai, B.J. Hockey, "Crack- interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: I. Experimental study on alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 70, n°4, (1987), p. 279-289.
- [6] C.W. Li and J. Yamanis, "Super tough silicon nitride with R-curve behavior ", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, Vol. 10, n°7-8, (1989), p. 632-45.
- [7] M. Saâdaoui, "Contribution à l'étude du comportement thermomécanique des céramiques à effet de courbe R", Thèse d'état, EMI Rabat, 1996.
- [8] X. Hu and Y. W. Mai, "Crack-bridging analysis for alumina ceramics under monotonic and cyclic loading", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 75 n°4, (1992), pp. 848-53.
- [9] D. Munz, T. Fett, "Ceramics Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials" Selection, Springer, Berlin, 1999.
- [10] R. W. Steinbrech, "R-curve behavior of ceramics", *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 9, Ed. by R.C. BRADT et al., Plenum Press, New York, 1992, p. 187-208
- [11] H. El Attaoui, "Influence du renforcement sur le comportement en fatigue statique et cyclique des céramiques monolithiques de type alumine et zircone", Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, de Lyon, 2003, 140 p.
- [12] M. E. Ebrahimi, "Effet de la microstructure sur la propagation des fissures dans l'alumine" Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, de Lyon, 2000, 110 p.
- [13] J. Chevalier, A. De Aza, G. Fantozzi, "Extending the lifetime of orthopaedic implants", com. in *Adv. Mater.* Vol. 12, n° 21, (2000), pp. 1619-21.
- [14] E. H. Lutz, M. V. Swain, "Interrelation between flaw resistance, K^R-curve behavior and thermal shock strength degradation in ceramics", *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 9, Ed. by RC. BRADT et al., Plenum Press, New York, 1992, p. 319-37
- [16] G. Fantozzi, J. Chevalier, C. Olagnon, J.L. Chermant, *Creep of Ceramic Matrix Composites, Comprehensive Composites Materials*, Vol.4, ed. R. Warren, Elsevier, 2000.
- [17] R. Benzaid, "Comportement thermomécanique de céramiques nanostructurés" Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, de Lyon, 2009, 150 p.
- [18] H. Reveron, communication privée.
- [19] T. Ohji, A. Nakahira, K. Niihara, "Tensile creep behavior of alumina/silicon carbide nanocomposites" *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 77, n°12, (1994), pp. 3259-62.
- [20] A. M. Thompson, H. M. Chan and M. P. Harmer "Tensile Creep of Al₂O₃ - SiC Nanocomposites", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 80 n°9, (1997), pp. 2221-28.