



HAL
open science

Modélisation et étude numérique de la fissuration lente des céramiques : influence de la microstructure et de l'environnement. Application aux céramiques élaborées par projection plasma

Bassem El Zoghbi

► **To cite this version:**

Bassem El Zoghbi. Modélisation et étude numérique de la fissuration lente des céramiques : influence de la microstructure et de l'environnement. Application aux céramiques élaborées par projection plasma. Matériaux. Université de Grenoble, 2014. Français. NNT : 2014GRENI007 . tel-01281722

HAL Id: tel-01281722

<https://theses.hal.science/tel-01281722>

Submitted on 2 Mar 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Ingénierie - Matériaux, Mécanique, Energétique, Environnement, Procédés de production**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

EL ZOGHBI Bassem

Thèse dirigée par **Rafael ESTEVEZ** et
codirigée par **Christian OLAGNON**

préparée au sein du **Laboratoire SIMap**
dans l'**École Doctorale I-MEP²**

Modélisation et étude numérique de la fissuration lente des céramiques : influence de la microstructure et de l'environnement. Application aux céramiques élaborées par projection plasma

Thèse soutenue publiquement le **18 Février 2014**,
devant le jury composé de :

Moussa NAÏT ABDELAZIZ

Professeur, Université de Lille, Président

Vincent MAUREL

Chargé de Recherche HDR, MinesParisTech, Evry, Rapporteur

Yann MONERIE

Professeur, Université de Montpellier, Rapporteur

Rafael ESTEVEZ

Professeur, Université Joseph Fourier, Directeur de thèse

Christian OLAGNON

Professeur, INSA Lyon, co-Directeur de thèse



REMERCIEMENTS

En premier lieu, je commence ces remerciements par mon directeur de thèse Rafael Estevez, pour l'écoute, l'aide, la confiance et la générosité qu'il m'a accordé, mais avant tout pour m'avoir proposé ce sujet de thèse très intéressant. J'ai beaucoup appris au cours de cette thèse à ses côtés. Je remercie également mon co-directeur de thèse Christian Olagnon, pour le temps qu'il m'a accordé, les remarques et conseils toujours pertinents.

Toute ma gratitude va à l'ensemble des personnes qui ont participé au jury de cette thèse et qui m'ont donné des retours extrêmement intéressants et un éclairage de mes travaux :

- M. Yann Monerie et M. Vincent Maurel pour avoir accepté le difficile rôle de rapporter ces travaux et pour l'intérêt qu'ils ont apporté au sujet de cette thèse.
- M. Moussa Naït Abdelaziz pour l'intérêt qu'il a témoigné à mes recherches et en me faisant l'honneur d'examiner mes travaux de thèse.

Je remercie également l'ensemble de mes collègues et amis au laboratoire Simap. Merci d'avoir brillé, tout au long de ces trois années que j'ai passé entre vous, pour vos encouragements et votre soutien sans faille à ses travaux.

Pour finir, je remercie ma famille et mes amis les plus proches. Vous avez toujours cru en moi. Maman, Papa, frère et sœurs, je ne sais pas comment vous remercier, sans vous je n'aurais jamais pu arriver jusque-là. Je vous dédis naturellement ces travaux ...

RESUME

Les céramiques sont sensibles à la fissuration lente qui résulte de l'effet conjoint entre un chargement mécanique et l'environnement (taux d'humidité et température). A partir d'études atomistiques disponibles dans la littérature, un modèle cohésif représentant localement la rupture assistée par l'environnement est proposé dans le cadre d'une formulation thermiquement activée. Nous montrons que cette description est capable de rendre compte de la fissuration lente en fatigue statique de monocristaux de céramiques, ainsi que la fissuration lente intergranulaire de polycristaux. Nous soulignons qu'une représentation de la fissuration lente avec la vitesse de propagation V en fonction du taux de restitution d'énergie G rend compte des caractéristiques intrinsèques de la cinétique de rupture et est préférable à une présentation $V-K$. Le modèle cohésif permettant d'incorporer une longueur caractéristique dans la description, des effets de taille de grains sont explorés. La prise en compte des contraintes initiales d'origine thermique liées à l'élaboration est nécessaire pour prédire de manière réaliste l'accroissement du seuil de chargement en-dessous duquel aucune propagation n'a lieu ainsi que la résistance à la fissuration lente avec la taille de grain augmentant. La vitesse de fissuration lente et le seuil de chargement K_0 sont sensibles à l'environnement et notamment à la température et à la concentration en eau. En augmentant la concentration d'eau et/ou la température, le seuil K_0 diminue et la vitesse de fissuration lente augmente. Pour rendre compte de l'influence du taux d'humidité sur la fissuration lente, il est nécessaire de considérer une énergie d'activation ainsi qu'un seuil d'amorçage du mécanisme de réaction-rupture diminuant avec la concentration locale en eau. L'effet de la température est prédit de manière réaliste avec le modèle cohésif proposé et en tenant compte des contraintes initiales thermiques. Nous avons comparé les réponses en fissuration lente de l'alumine et de la zircone et montré qu'intrinsèquement et en l'absence de transformation de phase, la zircone résiste mieux à la fissuration lente que l'alumine. A partir de ces résultats, nous avons abordé l'étude de la fissuration lente de céramiques élaborées par projection plasma. Un endommagement initial de la microstructure à l'échelle des splats est observé sans qu'il n'influence la fissuration lente intra-splat en termes $V-G$.

Mots clés : modèle cohésif, fissuration lente, céramiques, projection plasma

ABSTRACT

Ceramic materials are prone to slow crack growth (SCG) due to the combined effect of the mechanical loading and the environment (moisture and temperature). Based on atomistic studies available in the literature, a thermally activated cohesive model is proposed to describe the reaction-rupture mechanism underlying SCG. The description is shown able to capture SCG under static fatigue on ceramic single crystals as well as intergranular SCG in polycrystals. We emphasize that the representation of SCG with the crack velocity versus the energy release rate G accounts for the intrinsic characteristics of SCG, and is preferable to the usual plot with $V-K_I$ curves. The cohesive model incorporates a characteristic length scale, so that size effects can be investigated. SCG is grain size dependent with the decrease of the crack velocity at a given load level and improvement of the load threshold with the grain size. To capture this observation, account for the initial thermal stresses related to the processing is mandatory. SCG is also dependent on the concentration of water with an increase of the crack velocity and a decrease of the load threshold with the relative humidity increasing. To predict this effect, the cohesive description needs to account for an activation energy and a threshold to trigger the reaction-rupture dependent on the concentration of water. The influence of the temperature on SCG shows an increase in the crack velocity and a decrease of the load threshold for SCG due to the reduction in the initial thermal stresses. SCG in alumina and zirconia is compared. Zirconia exhibits a better resistance to SCG compared to alumina, in the absence of any phase transformation due to lower kinetics of its reaction-rupture. Based on these results, SCG is investigated in plasma sprayed ceramic. An initial damage at the scale of the splats is observed with no influence on the load threshold for SCG in $V-G$ plots.

Keywords : Cohesive model, slow crack growth, ceramics, plasma spray processing

CHAPITRE 0

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Introduction

Les milieux de la recherche et de l'industrie ont un intérêt croissant pour les céramiques projetées plasma. De tels matériaux trouvent des applications dans l'aéronautique, utilisés comme barrières thermiques, ils trouvent leur place sur les aubes de turbines ou dans les chambres de combustion. En service, l'endommagement du dépôt par fissuration induit une chute des propriétés (mécaniques et/ou thermiques) qui limite l'efficacité du matériau voire qui peut le rendre inutilisable. En outre, les matériaux céramiques sont sensibles à un mécanisme de fissuration lente qui correspond à une rupture assistée par l'environnement (taux d'humidité et température), pour des niveaux de chargement inférieurs à celui correspondant à une propagation rapide de la fissure associée à la ténacité du matériau. L'objectif général de la thèse est de modéliser la fissuration lente dans les matériaux céramiques afin de prédire leur durabilité. Nous nous intéresserons d'abord à la fissuration lente des céramiques élaborées par frittage pour lesquelles des données expérimentales sont disponibles dans la littérature afin d'éprouver et valider notre description. Une étude comparative entre la réponse en fissuration lente de l'alumine et de la zircone est présentée et discutée à partir des résultats de simulation obtenus dans le cadre de ce travail. A partir de cette description, le cas des céramiques élaborées par projection plasma est considéré.

Fissuration lente des céramiques

Les matériaux céramiques sont fragiles avec une rupture sous chargement monotone caractérisée par la ténacité K_{IC} . Toutefois, lorsqu'elles sont soumises à un chargement de fatigue statique consistant en l'application d'une charge constante K_I (facteur d'intensité des contraintes) telle que $K_0 < K_I < K_{IC}$, il se produit un phénomène d'endommagement différé dans le temps. Dans ces conditions, une propagation de fissure a lieu pour des vitesses variant de 1×10^{-11} m/s à 1×10^{-3} m/s, tant que le niveau de charge est supérieur à K_0 correspondant à un seuil en-dessous duquel aucune propagation n'a lieu. Ces conditions de chargement correspondent au domaine de fissuration lente qui détermine la durabilité du matériau.

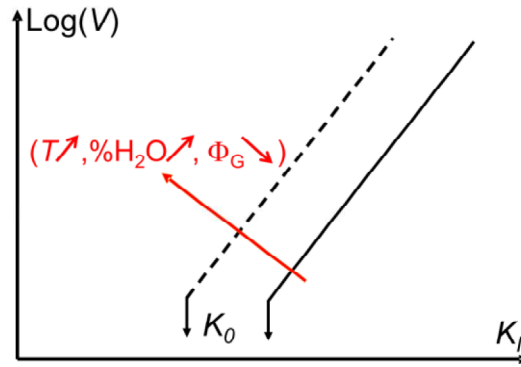


Figure 1 Courbes caractéristiques $V-K_I$ en fonction du taux d'humidité et de la température des céramiques.

La fissuration lente se caractérise donc par un niveau de chargement seuil K_0 au-delà duquel la vitesse de propagation de fissure augmente avec le niveau de chargement appliqué. Expérimentalement, la fissuration lente d'une céramique est caractérisée par des graphes sur lesquels la vitesse de fissuration V est représentée en fonction du niveau de chargement appliqué en termes de facteur d'intensité de contrainte K_I (courbes $V-K_I$), ou bien en termes du taux de restitution d'énergie G (courbes $V-G$).

Des essais de fissuration lente réalisés sous différentes conditions expérimentales montrent que la vitesse de fissuration lente pour un niveau de charge K_I donné et le seuil de chargement K_0 varient avec la variation de la concentration en eau et/ou la température. En augmentant la concentration d'eau et/ou la température, le seuil K_0 diminue et la vitesse de fissuration lente augmente comme nous l'illustrons schématiquement en Figure 1. La microstructure influence également les caractéristiques de fissuration lente avec une résistance accrue lorsque la taille des grains augmente. L'objectif premier de la thèse est de proposer une description capable de prédire les caractéristiques de fissuration lente V et K_0 , selon l'environnement considéré et le niveau de chargement appliqué, ainsi que les effets de microstructure (taille de grain). Ensuite, nous aborderons le cas des céramiques élaborées par projection plasma dont la microstructure spécifique est présentée dans le paragraphe suivant.

Observations de la microstructure d'une céramique élaborée par projection plasma

L'élaboration consiste en la projection de gouttes de céramique sur un substrat froid (cf. Figure 2). Les observations micrographiques montrent que le dépôt de projeté plasma possède trois échelles :

- (i) à l'échelle macroscopique du matériau comportant une structure hétérogène composée de pores dont le diamètre est de l'ordre de $100\mu\text{m}$. Ces défauts déterminent les caractéristiques de rupture sous charge monotone comme la contrainte à rupture mais pas celles de fissuration lente. Ainsi, cette échelle ne sera pas prise en compte due la grande taille des pores (cf. Figure 3a),
- (ii) à l'échelle mésoscopique correspondant à l'ensemble des splats empilés issus de l'aplatissement et la solidification des gouttes projetées et constituant le dépôt. Les splats apparaissent comme des briques d'environ $30\mu\text{m}$ de diamètre et quelques micromètres d'épaisseur, empilés perpendiculairement à la direction de projection (cf. Figure 3b),

- (iii) à l'échelle microscopique, chaque splat apparaît composé d'un ensemble de grains colonnaires dont le diamètre est de un à trois micromètres, sur une épaisseur de trois à cinq microns. Cette microstructure est comparable à celle des céramiques élaborées par frittage. Elle peut être considérée comme un polycristal 2D. Il est à noter qu'en périphérie des grains colonnaires comportent des fissures préexistantes (cf. Figure 3c).

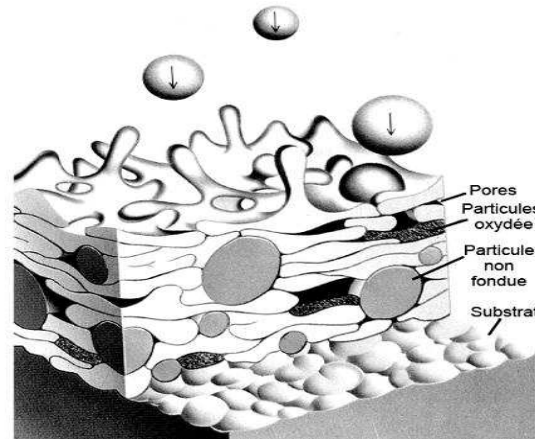


Figure 2. Schéma de la microstructure d'un dépôt projeté par plasma d'après Safai et Herman (*Thin solid films*, 1977).

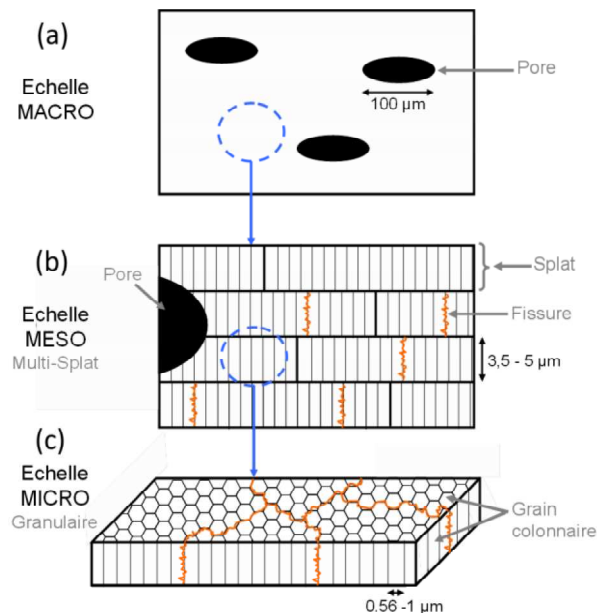


Figure 3 Schéma représentant les trois échelles d'une céramique élaborée par projection plasma.

Dans notre étude nous nous intéressons à la fissuration lente conduisant à une rupture différée dans le temps. Celle-ci est gouvernée par la propagation de la fissure à l'intérieur d'un splat, entre les grains colonnaires. Ceci correspond à l'échelle (iii) définie ci-dessus. Le problème posé sera celui de la

structure colonnaire à l'échelle d'un splat, représentée par un polycristal en 2D immergé dans un continuum homogène équivalent représentant l'ensemble des autres splats.

Le processus d'élaboration de céramiques par projection plasma ou par frittage implique un refroidissement d'environ $\Delta T = -1500\text{K}$ qui peut induire une fissuration initiale dépendant de la taille de grains notamment. Nous évaluerons parmi les échelles (ii) et (iii) celle la plus sensible à la relaxation de ces contraintes initiales thermiques responsables d'un état endommagé initialement et présenterons comment cet effet peut être incorporé dans notre description et ses conséquences.

Démarches et plan de thèse

Après une revue bibliographique du processus de fissuration lente induisant une rupture différée dans le temps, nous proposons un modèle cohésif représentant le mécanisme de réaction-rupture en se basant sur les approches atomistiques et physiques du mécanisme de réaction-rupture, responsable de la fissuration lente disponible dans la littérature.

Dans un premier temps, nous analysons la fissuration lente dans les monocristaux de céramiques prédite avec la formulation cohésive proposée ainsi qu'une calibration des paramètres du modèle cohésif à partir des données expérimentales disponibles dans la littérature pour le saphir et le monocristal de zircon. Leur cinétique de réaction-rupture est comparée et une discussion sur les représentations de la fissuration lente sous forme de graphes $V-K_I$ ou $V-G$ lorsque nous comparons deux matériaux distincts sera présentée. Nous présentons ensuite les prédictions de fissuration lente dans des polycristaux d'alumine et de zircon. Dans le cas d'une céramique élaborée par projection plasma, l'influence de la contrainte seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture sur la prédiction du seuil de chargement K_0 est évaluée. Nous montrons qu'il est nécessaire de prendre en compte les contraintes initiales d'origine thermique pour rendre compte des effets de microstructures sur le seuil K_0 et sur la vitesse de fissuration lente. Une comparaison des réponses en fissuration lente de l'alumine et de la zircon est présentée et discutée.

La dernière partie traite l'influence de l'environnement (variation du taux d'humidité et de température) qui influence le niveau de chargement seuil K_0 et la vitesse de fissuration lente selon la microstructure. En particulier, un endommagement initial associé à la relaxation des contraintes thermiques d'élaboration peut être notablement dépendant de la microstructure et peut accélérer son endommagement par fissuration. Nous montrons que l'influence de la concentration en eau sera prise en compte avec une dépendance de l'énergie d'activation et du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture pour rendre compte des observations. Nous étudions également l'influence de la température sur la vitesse de fissuration et le seuil de chargement K_0 au-dessous duquel aucune fissure ne se propage. L'étude de la microstructure obtenue par projection plasma montre qu'un endommagement inter-splats non négligeable peut être observé. Cependant, cet endommagement initial à l'échelle des splats (ii) a peu d'influence sur la fissuration lente prédite à l'échelle (iii) des grains colonnaires dans les splats.

Une conclusion générale rassemblant les principaux résultats de ce travail de thèse clôt le manuscrit. Quelques prises à explorer par la suite sont proposées en perspectives.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans cette étude bibliographique, la première partie sera dédiée à une présentation du procédé d'élaboration des céramiques par projection plasma, la microstructure induite et les différentes phases en présence. Les analogies et les différences avec les céramiques frittées seront discutées. La seconde partie sera consacrée à rappeler l'essentiel de la mécanique élastique linéaire de la rupture des matériaux fragiles et les outils utilisés dans ce travail.

La troisième partie de ce chapitre traitera de la propagation lente des fissures dans les céramiques. Les céramiques frittées ou projetées plasma sont sensibles à un mécanisme de rupture assistée par l'environnement (on parle de réaction-rupture) qui se manifeste par une fissuration lente, pour un niveau du chargement inférieur à celui pour lequel la ténacité est mesurée. Les modèles disponibles dans la littérature seront passés en revue. Une analyse locale de la rupture apparaît nécessaire afin de prédire l'influence de la taille de grain dans la résistance à la propagation lente, ainsi que celle de l'environnement (concentration en eau et température).

Dans la dernière partie, nous présentons une description atomistique des mécanismes responsables de la fissuration lente. Ces résultats seront utilisés pour formuler un modèle cohésif capable de rendre compte de la fissuration lente. L'influence de la microstructure, de l'état de contrainte initial du matériau, du niveau de contrainte appliqué, de la température et la concentration locale en eau sera étudiée.

Table des matières

I.1.	Description du procédé de dépôt de céramique par projection plasma	3
I.2.	Microstructure d'une céramique projetée plasma.	4
I.3.	Rappel de la mécanique de la rupture.....	6
I.3.1.	Facteur d'intensité de contrainte K_I	9
I.3.2.	Modèles de zone cohésive pour décrire le mécanisme de rupture.....	11
I.4.	Observations de la fissuration lente dans les céramiques.....	13
I.4.1.	La fissuration des verres et monocristaux céramiques	14
I.4.2.	La fissuration lente dans les céramiques frittées	17
I.4.3.	Influence de la taille de grain	17
I.4.4.	Remarques sur le renforcement par transformation de phase dans les zircons.....	18
I.5.	Modèles pour la fissuration lente	19
I.5.1.	Modèles macroscopiques pour la fissuration lente des céramiques	19
I.5.2.	Description physico-chimique.....	22
I.5.3.	Analyse atomistique du mécanisme de réaction-rupture	24
I.6.	Conclusion et bilan de l'étude bibliographique.....	27
	Bibliographie.....	29

I.1. Description du procédé de dépôt de céramique par projection plasma

Les projections thermiques sont des procédés particuliers de dépôt caractérisés par une injection de particules solides dans un gaz ou mélange de gaz à haute température à laquelle elles sont chauffées, accélérées et projetées sur le substrat à revêtir.

La projection plasma à chaud est une technique de dépôt qui permet de projeter sur un substrat des poudres, fondues superficiellement, à l'aide d'une source à haute température constituée par un plasma thermique produit par un arc électrique. Le plasma est obtenu à partir d'un gaz plasmagène qui permet des températures de gaz élevées, et qui assure la fusion des poudres céramiques. Pendant la projection, les particules de poudre reçoivent dans le plasma des flux de chaleur et une quantité de mouvement. Les particules fondues dans la torche de plasma constituent des gouttes. Après leur écrasement sur le substrat, elles se solidifient très rapidement pour former des lamelles appelées « splats » d'après la dénomination anglophone. Le temps de solidification d'une particule est de l'ordre de 1 à 10 microsecondes et les impacts successifs se produisent statistiquement au même endroit toutes les 10 à 100 millisecondes [1, 2]. Cela signifie que chaque particule s'écrase sur des particules déjà solidifiées. Cet empilement confère aux dépôts une structure lamellaire. Le flux de chaleur perpendiculaire à la surface de dépôt, notamment dans la zone centrale d'un grain, engendre une structure colonnaire à l'intérieur d'un splat [3, 4]. Les observations micrographiques montrent (cf. figure I.1) que le dépôt possède une structure analogue à un empilement de briques.

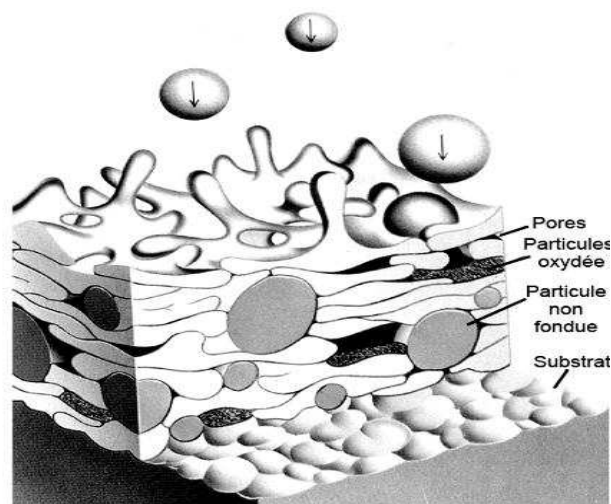


Figure I.1. Schéma de la microstructure d'un dépôt projeté par plasma, d'après [5].

I.2. Microstructure d'une céramique projetée plasma.

Une céramique projetée plasma (Alumine ou Zircone) possède une microstructure lamellaire et contient de nombreux défauts tels que des microfissures, des particules non fondues ou des pores. Cette microstructure prend la forme d'un empilement des splats avec des fissures périphériques débouchantes dans les splats. Ces splats sont constitués de grains colonnaires dont le diamètre est de l'ordre 1-3 microns. La taille des splats est d'environ 25-30 microns de diamètre et de 3-5 microns d'épaisseur (cf. Figure I.2).

L'alumine est thermodynamiquement stable en température, notamment au cours du refroidissement. En revanche, la zircone pure subit une transformation allotropique depuis une structure quadratique (q) vers monoclinique (m). Cette transformation est accompagnée d'une variation de volume de l'ordre de 5% qui peut conduire à un endommagement de la microstructure. Afin d'éviter cette transformation, les zircons sont dopés, notamment avec de l'Yttrium à 8% en concentration molaire. Dès lors la phase quadratique est stable au cours du refroidissement jusqu'à l'ambiante. Pour la taille de grain colonnaire observée, une activation de la transformation de phase de (q) vers (m) n'est pas observée et ne sera pas prise en compte dans ce travail.

Les céramiques projetées plasma possède une microstructure avec trois échelles distinctes (cf. Figure I.2), (i) au niveau macroscopique, le matériau comporte une structure hétérogène composée de pores dont la taille peut atteindre 100 μm ainsi que des particules fondues non cristallisées. Les splats (échelle (ii)) apparaissent comme des briques circulaires de 30 μm de diamètre pour quelques microns d'épais, avec un empilement perpendiculaire à la direction de dépôt. A l'intérieur des splats (échelle (iii)), une structure colonnaire composée de grains de 1 à 3 μm de diamètre est observée. Cette microstructure est comparable à celle des céramiques frittées. Elle peut être considérée comme un polycristal de grains colonnaires comportant des fissures préexistantes à sa périphérie.

La microstructure à l'échelle (i) (Figure I.2) est responsable de comportement à rupture sous chargement monotone et gouverne la ténacité associée à la présence d'un défaut critique. Nous montrerons que l'échelle (ii) est vraisemblablement la microstructure la plus sensible au vieillissement associé à une augmentation de la concentration d'eau et/ou une variation de la température. Les caractéristiques de fissuration lente dépendent de la propagation de la fissure au niveau de la microstructure colonnaire à l'échelle (iii) de manière analogue à ce qui est observée pour les céramiques frittées.

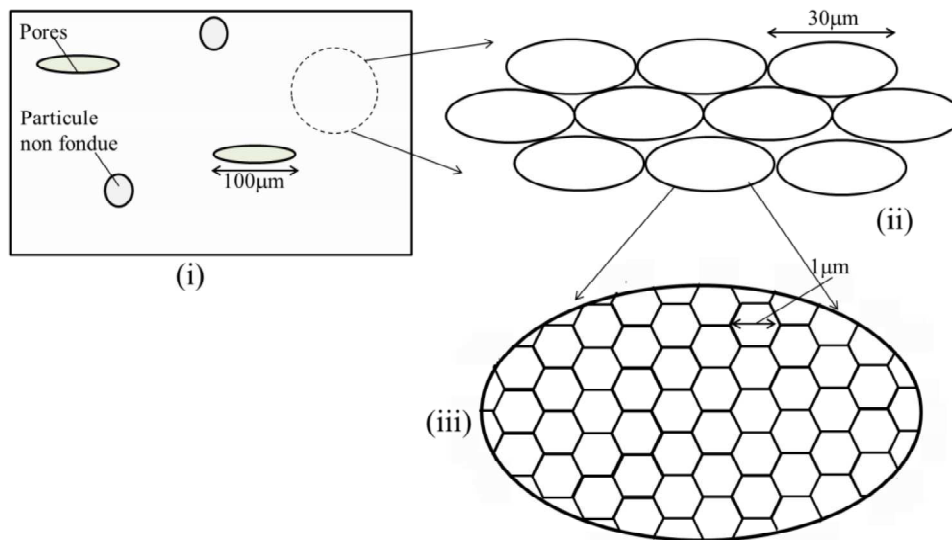


Figure I.2 Description schématique de la microstructure des céramiques projetées plasma, avec trois échelles de longueur caractéristique de (i) la microstructure macroscopique, (ii) l'empilement des splats et (iii) la structure colonnaire intra-splat.

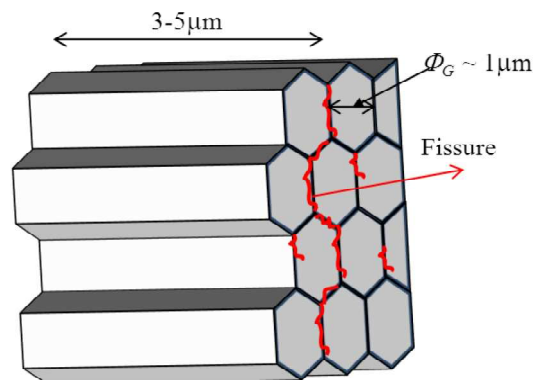


Figure I.3 Schéma de la microstructure à grains colonnaires d'un polycristal de céramique technique.

Nous avons distingué trois échelles caractéristiques de la microstructure des céramiques obtenues par projection plasma : l'échelle macroscopique qui définit leur ténacité et les échelles (ii) des splats et (iii) avec la microstructure colonnaire intra-splat. Cette dernière détermine la tenue mécanique de l'ensemble en fissuration lente car les faciès de rupture obtenus montrent une rupture intergranulaire le long des grains colonnaires à l'intérieur de splats (cf. thèse G. Leclerc [6]). C'est cette échelle qui sera considérée dans ce travail (cf. Figure I.3). L'influence de l'ensemble des splats (échelle (ii)) sera prise en compte avec la définition d'un milieu homogène équivalent entourant la zone colonnaire dans laquelle une préfissure existe. Dès lors, le problème posé devient analogue à celui de la fissuration lente des céramiques frittées, comportant des grains d'environ $1 \mu m$ de diamètre.

I.3. Rappel de la mécanique de la rupture

Le premier modèle de mécanique de la rupture d'un matériau a été proposé par Griffith [7] en 1920 pour décrire la rupture fragile de verres. Ses travaux sont basés sur l'analyse d'Inglis [8] pour calculer les contraintes et l'énergie élastique emmagasinée dans une plaque infinie contenant une fissure et soumise à une traction selon la direction perpendiculaire au plan de la fissure. En reprenant le premier principe de la thermodynamique, Griffith [7] s'est intéressé au problème de la rupture dans un milieu élastique fissuré. Il a considéré le chargement schématisé sur la figure I.4.

Dans ce cas d'étude simple composé d'une plaque de hauteur H , de largeur L et d'épaisseur B , avec une fissure initiale de longueur $2c = l$ au centre ($L, H \gg 2c$), la plaque est soumise à ses extrémités à un chargement de traction uniforme Σ perpendiculaire au plan de la fissure. Le chargement peut être à force ou à déplacement imposé.

Inglis [8] a montré que l'énergie élastique emmagasinée W par la plaque contenant une fissure vis-à-vis de celle associée à la plaque sans défaut W_0 s'écrit

$$W = W_0 - \pi B c^2 \frac{\Sigma^2}{E}, \text{ sous l'hypothèse de contrainte plane,} \quad (1.1)$$

avec E le module d'Young et ν le coefficient de poisson de la plaque.

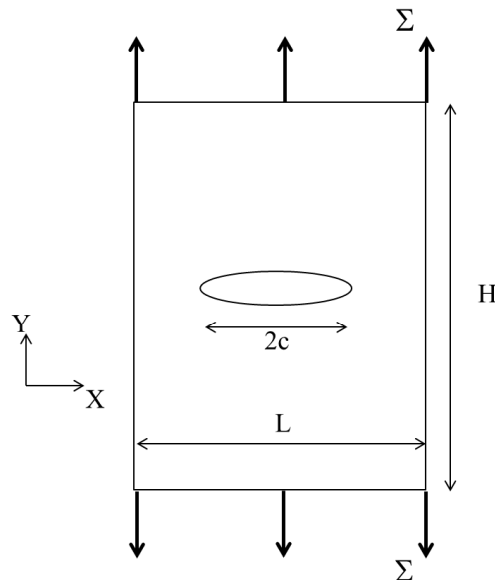


Figure I.4 Schéma du cas simplifié de chargement de Inglis.

Dans le cadre de nos hypothèses de travail (élasticité linéaire, processus quasi-statique et isotherme), deux types d'énergies sont mises en jeu lors de l'avancée d'une fissure, (i) l'énergie potentielle mécanique W dépendant du chargement considéré et de la longueur de la fissure et (ii) l'énergie de surface W_s due à la présence d'une surface libre. Cette dernière est directement proportionnelle à la quantité de surface créée par la fissure. Pour une fissure droite de longueur $2c = l$ et l'énergie libre par unité de surface γ , l'énergie de surface est

$$W_s = 4\gamma c = 2\gamma l \quad . \quad (1.2)$$

L'énergie totale de la structure contenant une fissure de longueur l susceptible d'avancer sous un chargement appliqué est donc

$$U = W(l) + W_s(l) \quad . \quad (1.3)$$

Sous l'application du chargement, la fissure a le choix entre rester fixe (longueur l) ou d'avancer d'une longueur dl . La configuration énergétiquement la moins coûteuse en comparant les configurations avec les fissures l et $(l + dl)$ détermine l'amorçage de la propagation. En d'autres termes, la fissure n'évolue pas et conserve sa longueur l si

$$W(l) + W_s(l) < W(l + dl) + W_s(l + dl) \quad , \quad (1.4)$$

par contre la fissure croît d'une longueur dl afin de minimiser l'énergie du corps si

$$W(l) + W_s(l) \geq W(l + dl) + W_s(l + dl) \quad . \quad (1.5)$$

Dès lors, le critère d'amorçage de la propagation de fissure est donné par le signe de la quantité

$$\frac{W(l + dl) - W(l)}{dl} + 2\gamma \quad . \quad (1.6)$$

En définissant le taux de restitution d'énergie G par

$$G = -\frac{\partial W}{\partial l} \quad , \quad (1.7)$$

nous obtenons :

$$G = \frac{\pi c}{E} \Sigma^2 \quad . \quad (1.8)$$

Dès lors, pour qu'il y ait amorçage de propagation de fissure lorsque le matériau est sollicité mécaniquement, le taux de restitution G doit donc atteindre une valeur critique $G_c = 2\gamma$ (G_c étant une caractéristique du matériau indépendante de la géométrie de la structure) :

$$G < G_c \rightarrow \text{pas de propagation, ni de refermeture,} \quad (1.9)$$

$$G = G_c \rightarrow \text{amorçage de la propagation,} \quad (1.10)$$

$$\frac{\partial G}{\partial l} < 0 \rightarrow \text{propagation stable,} \quad (1.11)$$

$$\frac{\partial G}{\partial l} \geq 0 \rightarrow \text{propagation instable.} \quad (1.12)$$

Cette analyse de la mécanique de la rupture ne fait pas référence à la cinétique de la fissuration. Cet aspect a été abordé par Rice [9] qui a étendu l'analyse de Griffith [7], basée sur le premier principe de la thermodynamique, en tenant compte du deuxième principe. L'application du premier principe ne fournit pas d'information quant à l'irréversibilité du processus ; le deuxième principe prend en compte les processus dissipatifs et peut informer sur l'irréversibilité et, donc, sur la cinétique de la rupture. En appliquant le premier principe de la thermodynamique au système de la figure I.4 pour des vitesses de fissuration/guérison quasi-statiques ($|V| \leq 10^{-3}$ m/s) et à température constante, Rice [9] obtient :

$$\dot{Q} + P\dot{\Delta} = \dot{U} \quad , \quad (1.13)$$

avec \dot{U} la variation de l'énergie interne dans le temps (par unité d'épaisseur), \dot{Q} la variation de la quantité de chaleur fournie pour maintenir la température T constante et $P\dot{\Delta}$ la puissance des forces extérieures appliquées. P représente la charge appliquée et $\dot{\Delta}$ la vitesse de déplacement associée.

L'application du deuxième principe conduit à

$$\dot{S} \geq \dot{Q}/T \quad , \quad (1.14)$$

avec \dot{S} l'accroissement de l'entropie du système.

La combinaison de (1.13) et (1.14) donne, pour une température T constante,

$$P\dot{\Delta} + T\dot{S} - \dot{U} = P\dot{\Delta} - \dot{F} \geq 0 \quad , \quad (1.15)$$

avec F l'énergie libre de Helmholtz ($F = U - TS$). La fonction F étant dépendante de la température T , du déplacement extérieur appliqué Δ et de la longueur de la fissure l ($F = F(T, \Delta, l)$) l'expression (1.15) peut se réécrire

$$\left(P - \frac{\partial F}{\partial \Delta}\right) \dot{\Delta} - \left(\frac{\partial F}{\partial l}\right) \dot{l} \geq 0 \quad . \quad (1.16)$$

L'incrément de l'énergie libre de Helmholtz entre les états initial et après amorçage de la propagation de la fissure est égal au travail réversible et isotherme entre les deux états. Il peut donc se décomposer en deux termes : l'énergie réversible utilisée pour créer deux surfaces libres ($\partial F/\partial l = 2\gamma$) et la variation d'énergie élastique associée ($\partial F/\partial \Delta$). L'incrément de travail des forces extérieures appliquées est $Pd\Delta$.

A partir l'équation (1.7), on obtient

$$\left[P - \frac{\partial F}{\partial \Delta} \right] \dot{\Delta} = G \dot{l} \quad . \quad (1.17)$$

Après réarrangement de ces termes dans (1.16), Rice [9] aboutit à

$$(G - 2\gamma)\dot{l} \geq 0 \quad \text{ou encore,} \quad (G - 2\gamma)V \geq 0 \quad . \quad (1.18)$$

Autrement dit, $(G - G_c)$ et la vitesse de propagation de la fissure (V) doivent avoir le même signe. La propagation ($V > 0$) est possible lorsque $G \geq G_c$ et la guérison ($V < 0$) lorsque $G \leq G_c$. Pour $G = G_c$ un équilibre est atteint ($V = 0$) et la fissure est stable.

L'expression (1.18) met en évidence qu'une énergie supplémentaire à celle requise pour créer deux surfaces libre (2γ) doit être apportée au système pour que la fissuration puisse avoir lieu à une vitesse de fissuration non nulle (ce point est important lorsque l'on étudie la fissuration lente).

I.3.1. Facteur d'intensité de contrainte K_I

En s'appuyant sur les travaux de Westergaard [10], Irwin [11] a montré que les composantes du champ de déplacement et celles du tenseur de contrainte au voisinage de l'extrémité de la pointe d'une fissure peuvent être décrits à l'aide d'un paramètre K , facteur d'intensité des contraintes représentant le chargement autour d'une entaille. Pour le cas du chargement en mode I considéré dans notre étude, les composantes du champ de déplacement u_i et de contrainte σ_{ij} sont exprimées en fonction du facteur d'intensité de contrainte K_I selon

$$\begin{cases} u_1 = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} (k - \cos \theta) \\ u_2 = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} (k - \cos \theta) \end{cases} \quad , \quad (1.19)$$

$$\begin{cases} \sigma_{11} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{12} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \\ \sigma_{22} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \end{cases} \quad , \quad (1.20)$$

avec (r, θ) sont les coordonnées polaire avec comme origine à la pointe de la fissure (cf. Figure I.5), k est la constante de Kolossov $k = (3 - 4\nu)$ en déformation plane, $k = (3 - \nu)/(1 + \nu)$ en contrainte plane et μ est le module de cisaillement.

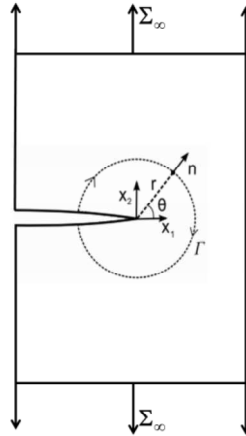


Figure I.5 Repère et notations d'une fissure en 2D

Le facteur d'intensité de contraintes K_I représentant le niveau de chargement autour de l'entaille est proportionnel au chargement extérieur et dépend de la géométrie considérée. Irwin [11] a proposé de représenter le chargement avec ce paramètre et a postulé l'existence d'un niveau critique K^{cr} à partir duquel l'amorçage de la propagation a lieu. K^{cr} est une caractéristique du matériau qui peut dépendre de la température et de l'environnement.

Irwin [12] a établi la relation entre le taux de restitution d'énergie G et le facteur d'intensité de contrainte K_I , soit pour le mode I

$$G = \frac{K_I^2}{E'} \quad , \quad (1.21)$$

avec $E' = E/(1-\nu^2)$ pour un chargement en déformations planes et $E' = E$ en contrainte plane, E est le module d'Young et ν le coefficient de Poisson.

Le facteur d'intensité de contrainte K_I s'écrit de manière générale

$$K_I = \Sigma_\infty \sqrt{\pi a} Y\left(\frac{a}{w}\right) \quad , \quad (1.22)$$

avec Σ_∞ le niveau de chargement en contrainte en l'absence de l'entaille, a la longueur de la fissure et $Y\left(\frac{a}{w}\right)$ une fonction sans dimension qui dépend de la géométrie considérée (tabulée pour un certain nombre de géométries simples, cf. Tada et al. [13]).

Le chargement mécanique subi par une entaille peut également être évalué avec l'intégrale de contour (cf. Figure I.5)

$$J = \int_\Gamma w dx_2 - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x_1} ds \quad , \quad (1.23)$$

avec w la densité d'énergie de déformation, T_i les composantes du vecteur traction le long de $\sqrt{\quad}$ ayant \vec{n} pour normale sortante, u_i les composantes du champ de déplacement et ds l'incrément d'abscisse curviligne. Dans le cas d'un solide élastique homogène, l'intégrale J correspond au taux de restitution d'énergie G , ce qui permet en mode I pur d'estimer le facteur d'intensité de contrainte à partir de l'équation (1.21).

I.3.2. Modèles de zone cohésive pour décrire le mécanisme de rupture

Les modèles cohésifs ont permis une première interprétation du processus de rupture des matériaux. Barenblatt [14] peut être considéré comme pionnier dans ce domaine. Sa motivation a été d'apporter une correction aux solutions de la mécanique élastique linéaire de la rupture pour obtenir une contrainte non singulière en fond d'entaille ainsi qu'une déformée de l'entaille au voisinage de la pointe de la fissure conformes aux observations. Le modèle de Dugdale [15] présenté en figure I.6 constitue un cas particulier des travaux de Barenblatt. L'idée est de considérer que la surface de l'entaille est soumise à une répartition de force cohésive, dont la valeur maximum ne saurait excéder une traction critique, au-delà l'endommagement par décohésion apparaît. Dugdale considère une répartition uniforme de la contrainte normal σ_c en fond d'entaille, prise égale à la limite élastique du matériau. L'étendue Λ_c des forces cohésives est obtenue par la condition

$$K_I^\infty + K_I^{\text{fermeture}} = 0, \text{ en } x = \pm a \quad , \quad (1.24)$$

où $K_I^{\text{fermeture}}$ correspond au facteur d'intensité des contraintes du problème avec les forces cohésives, sans le chargement extérieur Σ . L'étendu de la zone cohésive est alors [15]

$$\Lambda_c = \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_I^\infty}{\sigma_c} \right)^2 \quad . \quad (1.25)$$

La longueur Λ_c est supposée petite vis-à-vis des autres dimensions du problème pour observer une zone autour de l'entaille « K – dominante » où les champs de déplacement (et donc la déformation et la contrainte) sont gouvernés par les équations 1.19 et 1.20.

Le modèle cohésif de Dugdale est présenté en Figure I.6b, avec σ_c la valeur de la contrainte selon la direction normale au plan de la surface cohésive et Δ^{cf} l'ouverture correspondant à l'apparition d'une fissure localement.

L'utilisation d'une loi contrainte-ouverture établit un lien direct avec la mécanique de la rupture. En effet, l'énergie consommée lors de la rupture d'une unité d'aire de surface cohésive est donnée par l'aire sous la courbe $T_n - \Delta_n$, l'indice (n) correspond aux composantes normales au plan de la surface

cohésive. Ce travail est par définition le travail nécessaire à la création de deux surfaces. L'énergie de séparation s'écrit

$$\phi_{sep} = \int_0^{\Delta_n^{max}} T_n d\Delta_n = G_c = \frac{K_{IC}^2}{E}. \quad (1.26)$$

A partir des travaux de Barenblatt, une démarche micromécanique s'attache à définir et proposer des modèles cohésifs physiquement fondés, représentant mécaniquement un mécanisme de fissuration à partir d'une analyse locale de la rupture. Cette approche sera retenue pour la modélisation du phénomène de fissuration lente assistée par l'environnement dans les céramiques. En effet, une description avec un modèle cohésif introduit une longueur caractéristique intrinsèque au mécanisme de rupture (Δ^{cr} ou Λ^c) qui permet d'étudier des effets de tailles (notamment de taille de grains). Nous verrons qu'il est également possible de tenir en compte de l'influence de l'environnement (température, concentration en eau).

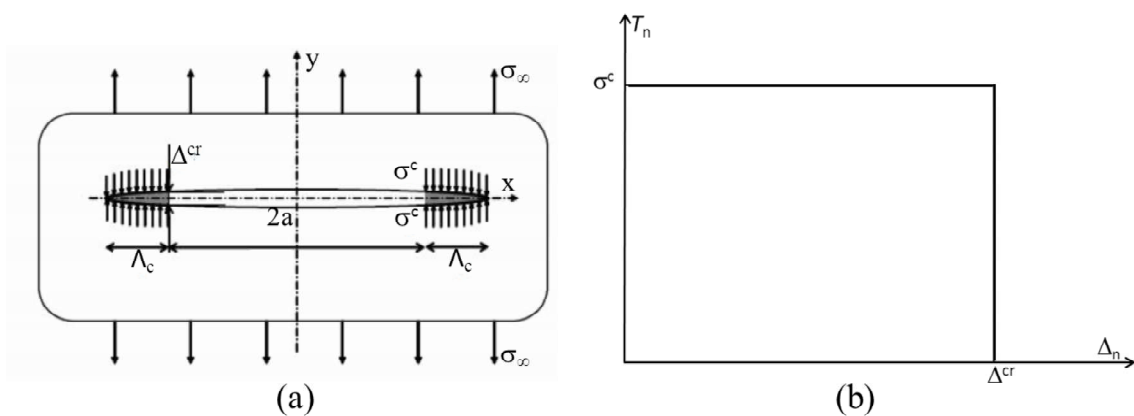


Figure I.6 Description schématique du modèle cohésif de Dugdale [15].

I.4. Observations de la fissuration lente dans les céramiques

Sous l'action d'un chargement mécanique sur une céramique contenant un défaut ou préalablement entaillée, le facteur d'intensité de contraintes critique, K_{IC} , correspond à la rupture à propagation à grande vitesse du matériau. Cependant, une fissuration lente peut être observée pour un niveau de chargement $K_0 < K_I < K_{IC}$, K_0 correspond à une valeur seuil, inférieure à K_{IC} , en dessous de laquelle la fissure ne se propage pas. Pour $K_0 < K_I < K_{IC}$, la fissuration lente a lieu selon un mécanisme de réaction-rupture qui correspond à l'action combinée de la contrainte mécanique en pointe de fissure, assistée par la présence de molécules d'eau et à celle de la température. Le processus de fissuration lente a été observé dans les verres depuis le début de 20^{ème} siècle, grâce notamment aux travaux de Grenet [16]. Les travaux d'Orowan [17] ont mis en évidence le rôle clef joué par l'eau dans la propagation. Ayant observé que la contrainte moyenne à la rupture d'un verre est trois fois moindre dans l'air que dans le vide, Orowan a suggéré que des molécules corrosives (molécules d'eau par exemple) s'adsorbent en fond de fissure et provoquent une baisse de l'énergie de surface du matériau, facilitant ainsi la rupture.

Dans ce qui suit, nous allons décrire le phénomène de *fissuration lente* dans les céramiques. Pour caractériser la fissuration lente, des graphes avec la vitesse de fissuration V en fonction du niveau de chargement (K_I ou G) sont établis à partir d'essais de rupture. Les premières céramiques pour lesquelles le processus de fissuration lente a été étudié sont les verres de silice et les monocristaux de mica [16, 17, 18, 19, 20]. Ce seront des cas d'études préalables à l'étude des polycristaux, pour lesquels l'influence de la microstructure constitue un paramètre supplémentaire important. Nous présentons une série de résultats expérimentaux à l'aide des graphes $V-G$ ou $V-K_I$ qui mettent en évidence la dépendance du processus d'endommagement au temps, au niveau de chargement, et à celle de la température et de l'environnement.

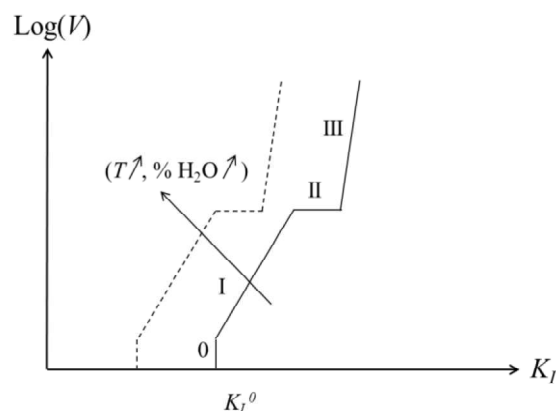


Figure I.7 Représentation schématique du processus de fissuration lente assistée par l'environnement dans un matériau céramique. Un seuil de propagation, suivi de trois stades de fissuration dépendants du niveau de contrainte, de la température et du taux d'humidité sont observés.

I.4.1. La fissuration des verres et monocristaux céramiques

L'observation de la fissuration lente dans les verres de silice et les monocristaux céramiques est avérée de longue date (Grenet [16], Obreimof [18]). Cependant, elle a été caractérisée de manière précise dans les années 60 [21, 22]. L'étude de l'endommagement différé dans le temps pour les céramiques n'a cessé depuis et une abondante bibliographie lui est aujourd'hui dédiée [23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32]. Dans ce qui suit, nous allons présenter l'état de l'art sur la propagation lente des verres et des céramiques. Elles se déroulent pour des vitesses inférieures à 1×10^{-2} m/s

Sur la figure I.7, nous présentons schématiquement une courbe type $V-K_I$ représentative de la fissuration lente avec la vitesse de propagation (en échelle logarithmique) en fonction du niveau de chargement appliqué K_I . On voit clairement apparaître quatre domaines *0*, *I*, *II* et *III*.

Le premier domaine ou stade *0* correspond à $K_I \leq K_I^0$, avec K_I^0 une valeur seuil au-dessous de laquelle la fissure ne se propage pas. Dans ces conditions, la fissure ne semble plus progresser ou alors progresse mais à des vitesses si faibles qu'il est impossible de les mesurer avec les méthodes expérimentales disponibles. Pour $K_I > K_I^0$ la fissuration lente devient possible et on distingue trois stades selon la vitesse de propagation observée. Il est à noter que la valeur de K_I^0 diminue lorsque la concentration en eau ou la température augmente

Le stade *I* apparaît dès lors que $K_I \geq K_I^0$. La vitesse de propagation augmente avec le niveau de chargement appliqué de manière linéaire (en échelle logarithmique). Lors du stade *I*, les vitesses de propagation des fissures sont contrôlées par les cinétiques de réaction avec l'eau des molécules en fond de fissure, qui conduit à la rupture des liaisons ioniques de la céramique (Michalske et Freiman [33]).

Le stade *II* correspond à la fin du régime *I* et se manifeste par un plateau en vitesse pour $V \approx 1 \times 10^{-3}$ m/s, bien que le niveau de chargement augmente ($K_I < K_{IC}$ cependant). Le stade *II* apparaît lorsque la vitesse de diffusion des molécules d'eau le long des lèvres de la fissure est inférieure à sa vitesse de propagation : le mécanisme de rupture n'est plus assisté par la présence d'eau.

Le stade *III* correspond aux vitesses de propagation supérieures à 1×10^{-3} m/s, pour lequel la propagation à grande vitesse de la fissure, ce qui définit la ténacité du matériau.

La fissuration lente se caractérise par une grande dépendance du comportement de fissuration vis-à-vis de l'environnement. La cinétique de fissuration lente est sensible à la température et à la concentration en eau. Pour un niveau du chargement K_I donné, l'augmentation de la température et de la concentration en eau accélère la vitesse de fissuration lente en régime *I*. Le seuil K_I^0 , lui, diminue.

Les travaux de Wan et al. [26] ont été les premiers à mettre en évidence expérimentalement l'existence d'un seuil pour la propagation de la fissure lors de la réalisation d'essais de fissuration sur du mica. La

figure I.7 montre que la fissure ne se propage qu'à partir d'un niveau de chargement seuil ($K_I > K_I^0$) et en dessous duquel ($K_I < K_I^0$) la guérison est possible. Bien que la cicatrisation a été mise en évidence par Wan et al. [26], elle reste un phénomène assez rare et peut être négligée dans la plupart des céramiques. Par contre, d'un point de vue pratique ce seuil est fondamental car il détermine une limite en dessous de laquelle aucune propagation de fissure n'a lieu.

Au-delà du seuil K_0 , le régime I apparaît avec une vitesse de fissuration qui augmente avec le niveau du chargement appliqué. Le mécanisme de propagation lente est thermiquement activé puisque une augmentation de température se traduit par un accroissement de la vitesse de propagation pour un niveau de chargement donné (cf. Figure I.8). La propagation de fissure est également sensible aux taux d'humidité (cf. Figure I.9). Wiederhorn [22] a observé qu'en augmentant la concentration en eau, le seuil K_0 diminue sans que la pente du régime I ne soit affectée. En revanche, la cinétique de fissuration est accélérée, avec une vitesse de propagation qui augmente avec le taux d'humidité pour un niveau de chargement donné. Notre étude se centrera dans la modélisation du stade I car nous nous intéressons à la durabilité du matériau, ainsi que la prédiction du seuil K_0 . La fissuration lente observée dans la silice par Wiederhorn [22] a également été observée dans les monocristaux d'alumine (saphir) et de zircon [34, 35]. Seul le régime I a pu être mis en évidence expérimentalement avec une pente $V-K_I$ mesurable, correspondant à des vitesses de fissuration lente distinctes selon le niveau de chargement et l'environnement. Pour des chargements variant de $K_I = 1\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ à $K_I = 1.4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, les vitesses de fissuration varient entre 1×10^{-9} à 1×10^{-4} m/s dans la zircon, comparables à celles observées dans le monocristal d'alumine [35] (cf. Figure I.10). Cette dernière observation suggère qu'un mécanisme de réaction-rupture agit également dans les monocristaux de céramiques.

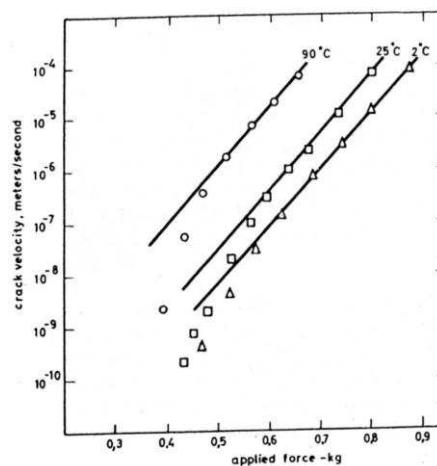


Figure I.8 Courbes $V-K_I$ d'un verre minéral soumis à différentes températures. La fissuration lente est un processus thermiquement activé, avec une vitesse de propagation qui augmente avec la température pour un niveau de chargement donné. (S.M. Wiederhorn [22].)

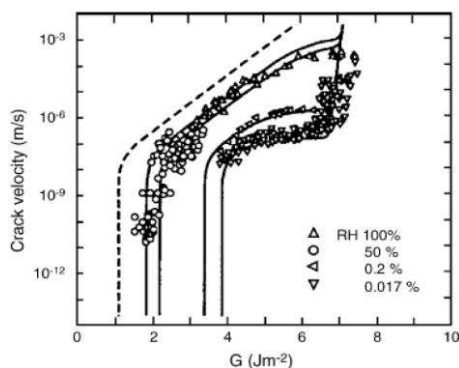


Figure I.9 Courbes $V-G$ du verre dans l'air avec différents taux d'humidité relative (Wiederhorn [22]). L'eau agit comme une espèce corrosive qui facilite le processus de rupture.

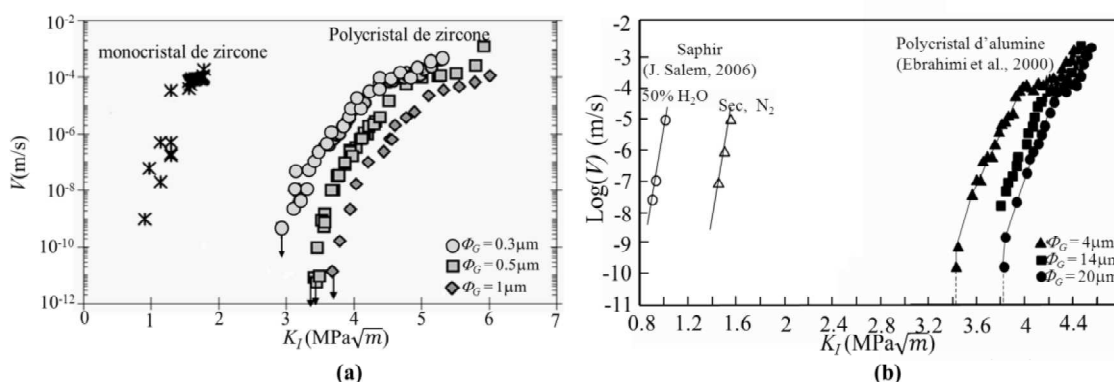


Figure I.10 (a) Courbes $V-K_I$ d'un monocristal de zircon et de polycristaux de zircon frittés avec différentes tailles de grain (Chevalier et al. [34]), (b) Courbes $V-K_I$ d'un saphir [35] et d'un polycristal d'alumine fritté avec différentes tailles de grain (Ebrahimi et al. [36]). La microstructure polycristalline augmente la résistance à la fissuration lente comparée à celle des monocristaux. Cette résistance augmente également avec la taille de grains.

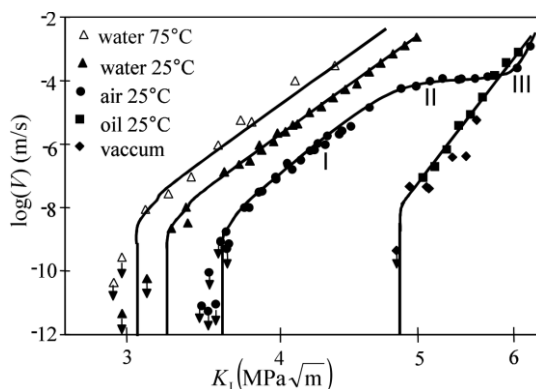


Figure I.11 Courbes $V-K_I$ d'un polycristal de zircon stabilisée (3% Yttrium) avec une taille de grain $\Phi_G \approx 1\mu m$ sous différents environnements. La fissuration des céramiques polycristallines est, à l'image des verres et des monocristaux, sensible au temps, au niveau de chargement mécanique appliqué, à la température et à l'eau (Chevalier et al. [37]).

I.4.2. La fissuration lente dans les céramiques frittées

Les polycristaux céramiques sont également sensibles à la fissuration lente, de manière analogue aux verres de silice et aux monocristaux. La fissuration lente dans les polycristaux d'alumine et de zirconium a été étudiée en détail par Chevalier et al. [37]. La figure I.10 montre les courbes $V-K_I$ obtenues pour des polycristaux dont la taille de grains est de l'ordre du micron ou de quelques microns pour l'alumine et la zirconium, ainsi que celle des monocristaux correspondants.

La nature polycristalline contribue à un renforcement de la résistance à la fissuration lente. La fissuration lente d'un polycristal d'alumine (Ebrahimi et al. [36]) a lieu pour des niveaux de chargement environs trois fois supérieurs à celui de monocristal (saphir) [35]. Plusieurs causes sont reportées dans la littérature pour interpréter l'origine du renforcement à la fissuration lente des polycristaux vis-à-vis du monocristal, parmi lesquels : la tortuosité et/ou déviation de la fissure et le pontage entre grains le long de la fissure principale.

Les courbes reportées en figure I.11 correspondent à des zircons frittés, contenant une pré-entaille et sollicitée sous charge constante en mode I . La dépendance de la fissuration lente des polycristaux vis-à-vis du taux d'humidité et de la température est analogue à celle des verres de silice et des monocristaux présentés dans le paragraphe précédent. En comparant, les variations $V-K_I$ entre les conditions air/25°C et eau/25°C, les seuils K_0 et le stade I sont également observés. En revanche, le niveau de chargement seuil K_0 diminue avec la concentration d'eau, la pente du régime I étant peu affectée par le taux en eau. La même tendance est observée lorsque l'on augmente la température (cf. eau/75°C vs eau/25°C) avec une réduction supplémentaire du seuil K_0 sans variation notable de la pente du régime I . Dans la suite, nous reportons les principales caractéristiques associées à la résistance à la fissuration lente des polycristaux et notamment l'influence de la taille des grains.

I.4.3. Influence de la taille de grain

Freiman et al. [38] ont présenté les premiers résultats concernant la propagation lente dans les alumines polycristallines. Ils ont mis en évidence le phénomène de renforcement par pontage et suggèrent que la propagation des fissures est fortement influencée par la taille des grains. Le renforcement par pontage fait intervenir des ligaments élastiques non fissurés à l'arrière du front de la fissure. Ceux-ci constituent des liens résistants qui empêchent l'ouverture de la fissure et ralentissent par conséquent sa propagation. Ces liens sont d'autant plus résistants que la taille de grain est grande. Les polycristaux à « gros » grains résistent d'avantage à la fissuration que ceux à « petits » grains. Ceci est interprété par une ouverture plus importante à atteindre pour détruire le pont généré dans une microstructure avec des grains de grande taille. Ceci se traduit par une résistance à la propagation lente qui augmente avec la taille de grain.

L'influence de la taille de grains a été étudiée expérimentalement par Chevalier et al. [34, 36], et est illustrée par des courbes $V-K_I$ des polycristaux d'alumine pour les tailles de grain de 4, 14 et 20 microns et de zircone pour les tailles de grain 0.3, 0.5 et 1 micron présentées respectivement sur les figures I.10a et I.10b. Pour un niveau de chargement donné, la vitesse de propagation en régime I augmente lorsque la taille de grain diminue.

Cependant, une interprétation du renforcement de la résistance à la fissuration lente fondée sur un effet du pontage de la fissure par des grains ne permet pas d'interpréter l'influence de l'environnement (concentration en eau, température) sur les variations observées sur le seuil K_0 et la cinétique de propagation en régime I . Ces points seront abordés au cours de ce travail. En particulier, nous étudierons en détails l'influence de la microstructure sur la vitesse de fissuration et notamment celle de la désorientation locale du grain à grain, celle des contraintes initiales issues du procédé ainsi que l'influence du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture sur la prédiction de la fissuration lente dans les céramiques.

I.4.4. Remarques sur le renforcement par transformation de phase dans les zircons

La ténacité élevée de la zircone est due à un phénomène spécifique de renforcement par transformation de phase, mis en évidence par Garvie et al. [39]. Sous l'effet des contraintes concentrées au voisinage de la fissure, la phase quadratique est déstabilisée et conduit à la transformation vers la phase monoclinique. Ce phénomène apparaît pour les zircons dopés (Yttrium, Cérium) et initialement stables. Cette transformation est accompagnée d'une augmentation du volume localement qui engendre des contraintes de compression en fond d'entaille, ce qui contribue à l'arrêt ou au ralentissement de la fissuration. Grâce à ce renforcement par transformation de phase, les zircons présentent de bonnes propriétés mécaniques, comparée aux autres céramiques. Ce mécanisme de transformation confère aux zircons des caractéristiques de résistance à la fissuration lente parmi les meilleures des céramiques. Toutefois, cette transformation n'est pas observée pour des tailles de grain de l'ordre du micron ou moins [40].

McMeeking et Evans [41] ont montré que le facteur d'intensité de contrainte K_{Ish} opposé à la propagation de fissure par la transformation est proportionnel au facteur d'intensité de contrainte appliqué K_I :

$$K_{Ish} = C_{sh} \cdot K_I \quad , \quad (1.27)$$

avec

$$C_{sh} = \frac{0.214 \cdot E \cdot V_f \cdot e^T \cdot (1+\nu)}{(1-\nu) \cdot \sigma_m^c} \cdot \left(\frac{\sqrt{3}}{12\pi} \right) \quad , \quad (1.28)$$

avec E le module d'Young, V_f la fraction volumique de particule transformées, e^T la dilatation volumique associée à la transformation, ν le coefficient de poisson, σ_m^c la contrainte critique au-delà de laquelle un grain se transforme. On constate que le renforcement augmente lorsque K_I augmente. En effet, plus les contraintes en fond de fissure sont importantes, plus la transformation s'oppose à la propagation. Le renforcement par transformation de phase est lié à la taille de grains par une contrainte critique σ_m^c qui augmente quand la taille de grains diminue. La transformation de phase est donc plus importante lorsque la taille de grain augmente.

I.5. Modèles pour la fissuration lente

Nous examinerons dans ce paragraphe les mécanismes physiques impliqués dans le mécanisme de réaction-rupture conduisant à la fissuration lente. Nous présentons tout d'abord les approches macroscopiques qui s'inspirent des observations (Charles et Hillig [21, 42]) et sont ensuite étendues avec des considérations thermodynamiques (Lawn, Wan et al. [26, 27, 29]). Ces approches sont complétées par des analyses d'effets de la microstructure comme le pontage (Steinbrech et al., Lawn et al. [43, 44, 29, 30, 45]). Nous présentons ensuite une étude physico-chimique et atomistique actuellement disponible du mécanisme réaction-rupture sous-jacent la fissuration lente.

I.5.1. Modèles macroscopiques pour la fissuration lente des céramiques

Deux types d'expériences intéressent particulièrement l'ingénierie : les expériences dites de fatigues où les échantillons sont soumis à un chargement cyclique, et des expériences dites de fatigue statique lorsque des chargements constants sont appliqués. Pour ce dernier type de chargement auquel nous nous intéressons, une analyse macroscopique de la fissuration lente des céramiques aboutit à une expression de la vitesse de fissuration lente du type $V = A \cdot K_I^n$, avec A et n sont des constantes identifiées expérimentalement, caractéristiques du matériau.

C'est en 1962 que Charles et Hillig [21] proposent un modèle de corrosion sous contrainte afin d'interpréter le phénomène de fatigue statique assistée par l'eau dans un verre de silice. Initialement proposé pour décrire la fissuration lente dans un verre de silice, il peut s'étendre à la fissuration lente dans les céramiques mono- ou poly- cristallines.

Bien que les verres silicatés aient une bonne résistance à la corrosion, on ne peut empêcher une destruction du réseau de silice par des molécules corrosives telles que l'eau. En l'absence de

contrainte, la surface du verre est uniformément attaquée. Toutefois si la vitesse d'attaque chimique dépend de l'état de tension existant autour d'une fissure, il peut en résulter une augmentation du caractère aigu de la fissure produisant finalement la rupture. A partir de cette hypothèse, Charles et Hillig considèrent que la cinétique du processus de fissuration est contrôlée par la vitesse de réaction des atomes du solide en pointe de fissure. Le mécanisme contrôlant la vitesse de propagation étant une réaction chimique de dissolution avec l'eau, un modèle est proposé décrivant un changement de géométrie du fond de fissure en fonction du temps, de la température et de la contrainte appliquée. A partir d'une relation inspirée des équations qui décrivent la vitesse de réaction des processus chimiques Charles et Hillig [21] proposent l'expression

$$V = V_0 \exp\left(\frac{-\Delta E + \frac{\Sigma \Delta V}{3} - V_M \gamma / \rho}{R_B T}\right) \quad , \quad (1.29)$$

avec V la vitesse de propagation de la fissure, V_0 est une vitesse caractéristique liée au matériau, ΔE l'énergie d'activation de la réaction chimique en l'absence de contraintes, ΔV un volume d'activation, V_M le volume molaire du verre, γ l'énergie de surface, ρ le rayon de courbure à l'extrémité de la fissure, R_B la constante des gaz parfaits, Σ la contrainte appliquée et T la température.

L'expression 1.29 rend compte de la nature thermiquement activée du processus de rupture. Elle intègre également l'influence du chargement appliqué, qui réduit le numérateur de l'exponentielle pour traduire que la vitesse de fissuration augmente. La dépendance à l'environnement est prise en compte par l'intermédiaire du terme $V_M \gamma / \rho$, qui fait apparaître l'activité du milieu environnant et diminue la résistance à la propagation avec l'humidité ambiante. Cette description de la cinétique de fissuration a été vérifiée expérimentalement par Wiederhorn [23] pour les verres de silice, pour lesquels il n'y a pas d'effets de la microstructure. L'influence de la taille de grain dans la résistance à la propagation ne peut être prise en compte avec ce modèle, initialement formulé pour les verres de silice.

Par la suite en 1990, Wan et al. [26] ont étendu l'analyse de la fissuration lente à l'analyse des céramiques polycristallines. Ils proposent une relation $V-K_I$ à partir de considérations énergétiques et thermodynamiques macroscopiques. Pour qu'une fissure se propage, elle doit franchir une barrière énergétique dont la hauteur dépend du niveau de chargement appliqué (G ou K_I). En considérant un processus thermiquement activé, Wan et al. [26] aboutissent à une expression de la vitesse de fissuration lente en fonction du chargement appliqué G qui permet de décrire le stade I . La relation du processus de réaction rupture proposée est

$$V = 2\nu_0 a_0 \exp\left(\frac{-\Delta F^0}{k_B T}\right) \sinh\left(\alpha \frac{G - R}{k_B T}\right), \quad (1.30)$$

avec ν_0 la fréquence de Debye de vibration du réseau cristallin, a_0 une longueur caractéristique du matériau, ΔF^0 une barrière énergétique, α une aire d'activation, G le taux de restitution d'énergie, R un paramètre lié à la microstructure représentant la résistance à la propagation, k_B la constante de Boltzman et T la température absolue.

Ce modèle tient compte de la nature thermiquement activée du processus de rupture, une dépendance de ΔF_0 avec la concentration d'eau permet de tenir en compte de l'influence du taux d'humidité. L'influence de la microstructure est représentée par le terme R . Ce dernier est ajusté pour chaque microstructure. Le domaine de validité de (1.30) est limité à un matériau avec une microstructure homogène, notamment vis-à-vis de la taille de grain.

Sous l'effet d'une charge constante comme dans le cas de la fatigue statique, un grand nombre de critères prédisent le temps de rupture en se basant sur le franchissement d'une barrière énergétique liée à l'énergie de cohésion du matériau. En réalisant des essais sous conditions ambiantes, Zhurkov [46] a mesuré le temps nécessaire pour la rupture de matériaux soumis à un chargement constant dont le niveau est bien inférieur à celui de la limite élastique ou de la contrainte à rupture observées lors d'essais monotones. Cette analyse concerne la rupture et non précisément la fissuration lente. Zhurkov a montré que le temps de rupture dépend notamment du niveau du contrainte appliqué et varie selon une loi exponentielle, caractéristique d'un processus thermiquement activé et observée pour toutes les classes de matériaux solides étudiés selon

$$t_R = t_0 \exp\left(\frac{U_0 - \beta\sigma}{k_B T}\right), \quad (1.31)$$

avec t_0 est un temps caractéristique qui est a priori relié à la fréquence de Debye, σ la contrainte appliquée, k_B la constante de Boltzman, T la température absolue. Zhurkov a observé que l'énergie d'activation U_0 est de l'ordre de l'énergie de sublimation de matériau, β correspond à un volume d'activation contrôlant la dépendance de t_R avec la contrainte appliquée.

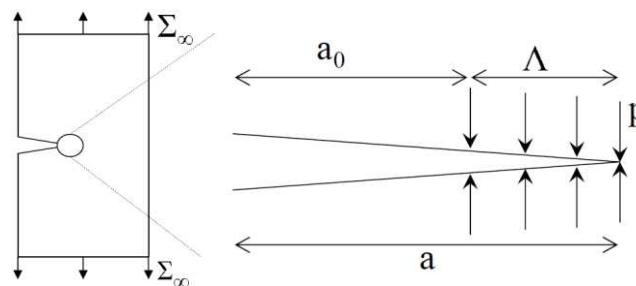


Figure I.12 Modèle cohésif pour tenir compte du phénomène de pontage dans les polycristaux céramiques [37].

L'effet de la microstructure et plus précisément l'effet du pontage sur le renforcement a été étudié et décrit par Steinbrech et al. [43, 44, 45]. La résistance à la fissuration lente augmente avec la longueur de la fissure et dépend de la taille de grain. Ce modèle ne tient pas compte du temps et ne peut, donc, être considéré comme un modèle pour la fissuration lente. Steinbrech et al. [43, 44, 45] mais aussi Lawn et al. [30, 31] décomposent la résistance à la fissuration des polycristaux en deux contributions : $G_c = G_{tip} + G_{shielding}$. G_{tip} est l'énergie dissipée en pointe de fissure par des mécanismes analogues à ceux observés dans les monocristaux. Le deuxième terme ($G_{shielding}$) est l'énergie dissipée par pontage et c'est celui qui rend compte de l'augmentation de la résistance à la propagation. Steinbrech et al. ont modélisé l'effet de pontage par une méthodologie de zone cohésive macroscopique. Les mécanismes de pontage sont modélisés par une distribution des forces de fermeture (p) le long d'une zone d'élaboration Λ où le pontage est observé. Les forces de cohésion sont réparties entre a_0 et $a_0 + \Lambda$, a_0 représentant l'étendue des faces de la fissure libre de contrainte. L'amplitude des mécanismes de pontage est supposée être dépendante de l'ouverture de la fissure et l'influence de la taille de grain est prise en compte par l'intermédiaire d'une ouverture critique égale à un quart de la taille de grain moyenne.

L'approche de Steinbrech et al. [43, 44, 45] est la première à suggérer une description locale de la rupture avec un modèle cohésif. Cette idée sera reprise dans le cadre de ce travail de thèse, mais pour décrire le mécanisme de réaction-rupture, notamment pour la rupture intergranulaire sous-jacente à l'analyse de Steinbrech et al. .

1.5.2. Description physico-chimique

Charles et Hillig [21, 42] ont proposé une interprétation physico-chimique du processus de fissuration assistée par l'environnement qui aboutit à l'expression (1.29). Cependant le modèle ne tient pas compte d'une propagation de la fissure en absence d'eau. Néanmoins, un processus de fissuration lente est observé dans le vide [29]. Le modèle de Charles et Hillig n'est donc pas capable de rendre compte de la fissuration lente en absence d'eau.

Michalske et Freiman [33] ont proposé un modèle physico-chimique qui est actuellement accepté par la communauté des céramistes comme responsable du processus de propagation lente. A la différence du modèle de Charles et Hillig, la propagation de la fissure est associée à la rupture des liaisons ioniques. La rupture a lieu lorsqu'une force critique est atteinte localement conduisant à sa rupture. Lorsque la céramique est exposée à un environnement aqueux, la force mécanique nécessaire pour rompre la liaison est diminuée car le processus est assisté par l'action de la molécule d'eau sur la liaison iono-covalente, en modifiant notamment la répartition des charges électroniques.

Michalske et Freiman [33] ont proposé le mécanisme décrit en figure I.13 où l'on représente une liaison de silice sous tension en présence d'une molécule d'eau. Pour briser une liaison Si-O-Si, la barrière énergétique à franchir ΔE est plus importante dans le vide qu'en présence d'une molécule d'eau (cf. Figure I.14). La molécule d'eau interagit avec la liaison Si-O-Si pour former deux terminaisons silanol Si-O-H et faciliter ainsi la rupture de la silice. On parle dès lors d'un mécanisme de réaction-rupture responsable de la fissuration assistée par l'environnement.

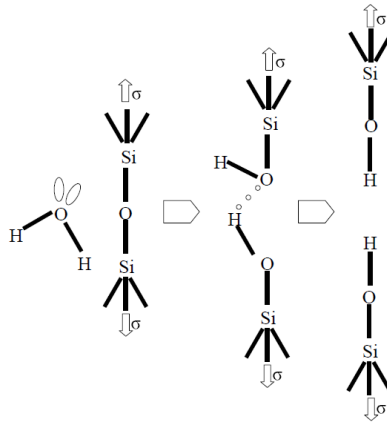


Figure I.13 Processus de réaction-rupture de la silice en présence de l'eau (d'après Michalske et Freiman [33]).

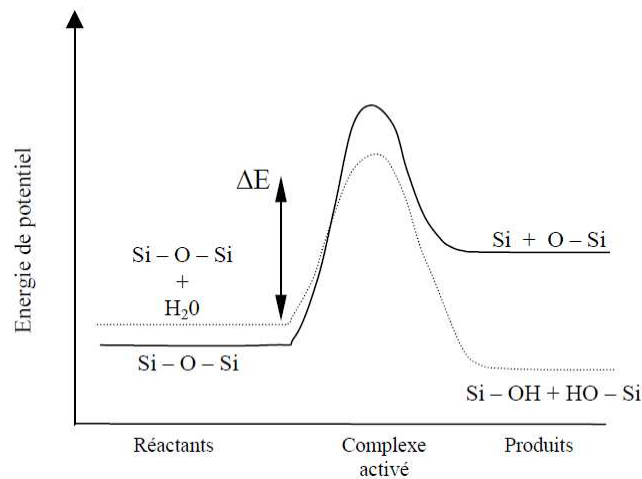


Figure I.14 Représentation de la réaction liée à la réaction rupture d'une liaison de silice. La ligne pleine correspond à une rupture dans le vide et la ligne en pointillé nécessite la présence de molécule d'eau [33].

I.5.3. Analyse atomistique du mécanisme de réaction-rupture

Le modèle de Michalske et Freiman [33] est considéré comme étant représentatif du processus de fissuration lente assistée par l'environnement. Cette description demeure, toutefois, qualitative. La proposition de Michalske et Freiman ne peut être vérifiée expérimentalement mais demeure le scénario le plus vraisemblable. L'étude du processus de rupture des liaisons à l'échelle atomique a été récemment revue par des calculs *ab-initio* [47, 48, 49, 50, 51]. Ces analyses apportent des informations détaillées sur le mécanisme sous-jacent au processus de réaction-rupture, ouvrant la porte à des descriptions atomistiquement fondées.

Dans ce cadre, il convient de citer les travaux récents de Zhu et al. [47]. Ces auteurs ont étudié la rupture d'une liaison Si-O-Si soumis à un chargement externe de traction uniaxial par des calculs atomistiques. Au cours d'une traction uniaxiale monotone de la structure de silice considérée, une réponse élastique linéaire est observée jusqu'à une contrainte de rupture σ_{cr} . Dans un deuxième temps, pour un niveau de chargement $\sigma < \sigma_{cr}$ et constant dans le temps, les auteurs déterminent l'énergie du système au cours de la rupture en définissant une « réaction de coordonnée » (ξ) : l'état initial non rompu correspond à $\xi = 0$ et la rupture d'une liaison à $\xi = 1$. Les étapes du mécanisme de réaction-rupture correspondent à $0 \leq \xi \leq 1$. L'étude de la rupture de liaison de silice pour des niveaux de chargement $\sigma < \sigma_{cr}$ est d'abord menée en l'absence d'eau (cf. figure I.15) puis en présence d'une molécule d'eau (cf. figure I.16)

Sur la figure I.15, le processus de rupture d'une liaison d'un nanotube de silice en absence d'eau est illustré. On distingue (a) l'état initial pour $\xi = 0$, (b) l'état intermédiaire correspondant à une modification de la répartition des charges électroniques et (c) l'état avec une liaison Si-O-Si cassée. La variation de l'énergie de système (E_i) au cours des différents stades ($i=a, b, c$) menant la rupture d'une liaison Si-O-Si est présentée sur la figure I.15 en fonction de la coordonnée de réaction ξ pour deux valeurs de contrainte appliquée (normalisées par σ_{cr}). Il est observé que pour $\sigma/\sigma_{cr} = 0.58$ la rupture n'est pas énergétiquement favorable car l'énergie de l'état cassé $E_{(c)}$ est supérieure à l'état initial non cassé $E_{(a)}$. Pour $\sigma/\sigma_{cr} = 0.64$, $E_{(a)} > E_{(c)}$ et la rupture devient énergétiquement favorable après le franchissement d'une barrière énergétique $E_{(b)} - E_{(a)}$. On observe également une diminution de la hauteur de la barrière d'énergie avec le niveau de chargement appliqué ; le franchissement de la barrière d'énergie par fluctuations thermiques est alors facilité par l'application d'un chargement mécanique croissant.

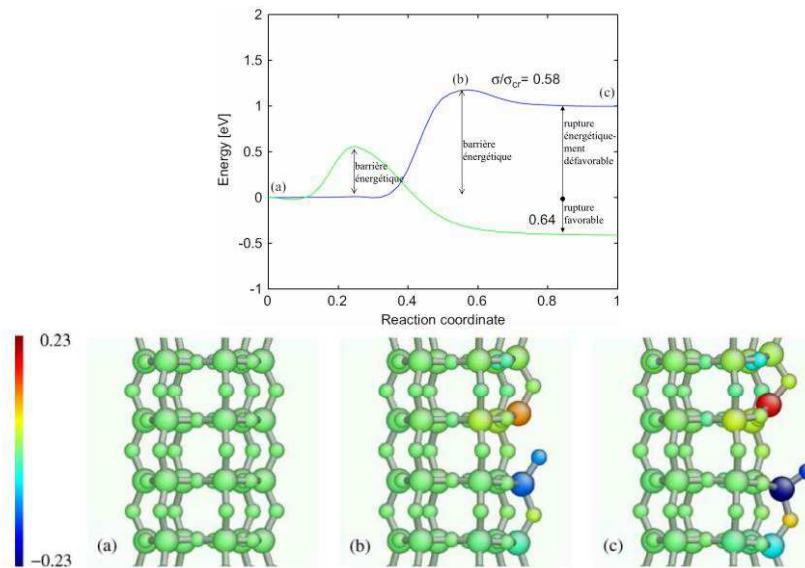


Figure I.15 Processus de rupture d'une liaison Si-O-Si dans un nanotube de silice sous vide. Représentation du processus de rupture de la liaison en trois étapes et de la variation de l'énergie du système (normalisée par l'énergie à l'état initial) pour chacune de ces étapes (Zhu et al [47]).

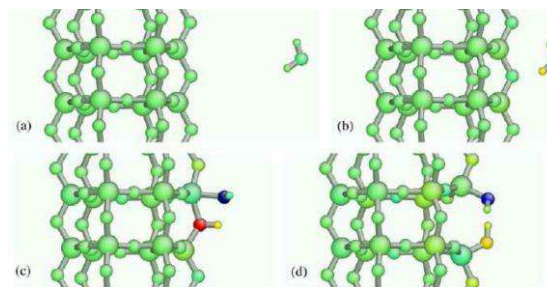


Figure I.16 Processus de rupture d'une liaison Si-O-Si du nanotube en présence d'une molécule d'eau, la structure moléculaire étant soumise à une contrainte de traction. Le scénario de rupture est celui proposé par le modèle de Michalske et Freiman [33] (Zhu et al. [47]).

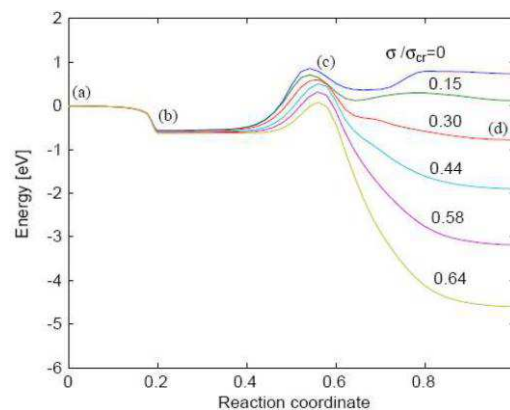


Figure I.17 Énergie du système nanotube-molécule d'eau pour les différents stades du processus d'hydrolyse. (Zhu et al. [47]).

Ci-dessus nous avons présenté les résultats obtenus par Zhu et al. [47] lors de l'étude de la rupture d'une liaison Si-O-Si en absence d'eau. A présent, l'influence de la présence d'une molécule d'eau dans la rupture d'une liaison d'un nanotube de silice (Si-O-Si) soumis à un chargement externe est analysée (cf. Figure I.16).

La faisabilité de la réaction de rupture est étudiée à partir des variations d'énergie entre différents états de réaction entre la situation initiale (cf. Figure. I.16.a) et celle correspondant à la liaison Si-O-Si solide rompue en deux silanols (Si-O-H) (cf. Figure. I.16.d). Le processus est énergétiquement favorable lorsque l'état cassé possède une énergie inférieure à l'état initial non cassé.

Sur le graphe de la figure I.16, nous distinguons l'état initial (*a*) ($\xi = 0$), (*b*) correspondant à la physisorption de la molécule d'eau, (*c*) l'état intermédiaire associé à une modification de la répartition des charges électroniques et (*d*) lorsque la rupture de la liaison Si-O-Si en deux terminaisons silanol a lieu.

L'énergie du système est ensuite calculée pour chacune de ces étapes ($E(i)$) en fonction de l'état d'avancement du processus de réaction-rupture. Sur la figure I.17 sont représentées plusieurs courbes correspondant aux variations d'énergie du système pour divers niveaux de chargement imposé (normalisées par σ_{cr}) en fonction de l'avancée de la réaction de coordonnée ξ . Les variations d'énergie en fonction de la réaction de coordonnée (cf. Figure. I.17) mettent en évidence que la physisorption est toujours énergétiquement favorable ($E(a) > E(b)$). Le passage du stade (*b*) vers le stade (*d*), avec la formation des complexes de silanol, nécessite un apport d'énergie pour franchir la barrière énergétique $\Delta E = E(c) - E(b)$, qui est possible par fluctuations thermiques. Une fois le stade (*c*) atteint, le niveau d'énergie de l'état rompu $E(d)$ est alors considéré. Pour que la réaction de rupture soit énergétiquement favorable, la condition ($E(b) > E(d)$) doit être vérifiée.

La figure I.17 montre que la rupture n'est pas favorable en absence de chargement externe ($\sigma/\sigma_{cr} = 0$ correspondant à $E(b) < E(d)$). Pour que la rupture de la liaison Si-O-Si soit énergétiquement favorable en présence d'eau, Zhu et al. [47] montrent qu'il existe une valeur minimum de la contrainte σ/σ_{cr} à appliquer.

Ceci met en évidence l'existence d'un seuil mécanique pour que le processus de réaction-rupture soit déclenché. La valeur de ce seuil demeure inférieure à celle prédit pour le vide : $\sigma/\sigma_{cr} \approx 0.3$ en présence d'eau au lieu de $\sigma/\sigma_{cr} \approx 0.6$ pour le vide, ce qui montre que la présence d'une molécule d'eau favorise le mécanisme de réaction-rupture. De plus, la rupture est facilitée par la diminution de la barrière énergétique $\Delta E = E(c) - E(b)$ à franchir lorsque le niveau de chargement appliqué augmente. Zhu et al. montrent que pour une gamme de chargement appliqué assez étendue, la barrière énergétique diminue linéairement avec le chargement appliqué. La cinétique de réaction-rupture dépendra de la hauteur de la barrière énergétique $\Delta E = E(c) - E(b)$ à franchir.

Ces informations nous seront précieuses pour formuler un modèle cohésif qui mimera le mécanisme de réaction-rupture responsable de la fissuration lente. Les approches macroscopiques et physico-chimiques présentées ci-dessus sont proposées séparément. Les prédictions des modèles macroscopiques contiennent des paramètres dépendant de la microstructure considérée. Les modèles physico-chimiques quant à eux ne sont pas en mesure de rendre compte de l'influence de la microstructure. A ce point, il apparaît nécessaire d'utiliser une approche à l'échelle de la microstructure permettant de lier les descriptions macroscopiques et atomistiques précédentes. M. Romero de la Osa et al. [52, 53, 54] ont proposé un modèle cohésif pour décrire le mécanisme de réaction-rupture inspiré des descriptions physico-chimiques et atomistiques décrites ci-dessus. Le modèle de zone cohésive est fondé sur une description thermiquement activée du processus de fissuration. Cette formulation cohésive sera retenue pour modéliser le mécanisme de réaction-rupture responsable de la fissuration lente assistée par l'environnement, sous un chargement mécanique constant mais qui peut être également variable. Nous nous attacherons à étendre cette formulation pour rendre compte des effets d'environnement. Une analyse détaillée sera menée pour l'alumine et la zirconne, dont les caractéristiques de fissuration lente seront comparées.

I.6. Conclusion et bilan de l'étude bibliographique

L'étude bibliographique a mis en évidence la microstructure des céramiques obtenues par projection plasma avec trois échelles distinctes, (i) liée à la présence de pores d'environ $100\mu\text{m}$ de diamètre, (ii) l'empilement des splats et (iii) la structure colonnaire intra-splats. Dans les zircons obtenues par projection plasma, les faciès de rupture montrent qu'une fissuration intergranulaire a lieu d'une façon analogue à la fissuration lente dans les céramiques frittées, le long des grains colonnaires intra-splat.

Sous l'action d'un chargement mécanique sur un matériau céramique présentant un défaut, une rupture brutale est observée pour un chargement critique K_{IC} . Cependant, une fissuration lente peut être observée pour un niveau de chargement en fatigue statique $K_0 < K_I < K_{IC}$, K_0 étant la valeur seuil en dessous de laquelle aucune propagation n'a lieu. La fissuration lente est caractérisée par des diagrammes avec la vitesse de fissuration lente V (en échelle logarithmique) en fonction du niveau de chargement (K_I ou G), pour lesquelles quatre domaines peuvent être distingués. Le premier stade 0 correspondant au seuil de fissuration lente au-dessous de laquelle la fissure ne se propage pas. Le stade I où la vitesse de fissuration augmente linéairement avec le chargement appliquée K_I . Le stade II se caractérise par un plateau avec une vitesse de fissuration indépendante du chargement K_I et le stade III correspond à une propagation rapide de la fissure. Des essais de fissuration lente sur des céramiques frittées reportés dans la littérature sous différentes conditions de chargement en concentration d'eau et en température montrent une dépendance de la fissuration lente vis-à-vis de l'environnement. La

cinétique de fissuration du stade I augmente et le seuil de fissuration lente K_0 diminue en augmentant le taux d'humidité et/ou la température. L'influence de la microstructure sur la fissuration lente des céramiques est aussi mise en évidence expérimentalement et notamment l'influence des tailles des grains qui conduit à une meilleure résistance à la fissuration lente avec leur taille augmentant.

Plusieurs mécanismes ont été proposés afin d'interpréter le phénomène de fissuration lente dans les céramiques. Mickalske et Freiman [33] ont proposé un modèle de réaction-rupture qui est accepté par la communauté des céramistes comme responsable du processus de fissuration lente : la rupture d'une liaison iono-covalente est facilitée par la présence d'une molécule d'eau. A partir de calculs atomistiques, Zhu et al [47] ont reconsidéré le modèle de Mickalske et Freiman [33] en déterminant l'énergie du système durant la réaction-rupture. Deux résultats importants sont obtenus : (i) il existe un niveau de chargement seuil au-delà duquel la rupture d'une liaison est énergétiquement favorable vis-à-vis de l'état non cassé ; (ii) la barrière d'énergie à franchir pour passer de l'état non-cassé à l'état cassé diminue linéairement avec le niveau de contrainte appliqué. Cette barrière énergétique peut être franchie par fluctuations thermiques.

Dans cette thèse, nous étudions l'influence de l'environnement et celui de la microstructure sur le chargement seuil K_0 et le stade I de fissuration lente. En se basant sur les descriptions physiques du mécanisme de fissuration lente disponibles, nous proposerons un modèle cohésif qui mimera mécaniquement le processus de réaction-rupture responsable de la fissuration lente. Le modèle cohésif est fondé sur une description thermiquement activée du processus de fissuration lente assistée par l'environnement. Nous montrerons comment l'environnement et la microstructure gouvernent les caractéristiques de la fissuration lente.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Houben, «Proceeding of the 9th Thermal spraying conference,» La Haye, 1980.
- [2] K. Scott, «Materials for the process Industries,» *IME Conf.pubi.*, vol. 6, p. 99, V.2 1982.
- [3] S. Safai, «A microstructural investigation of plasma-sprayed Metal and oxide coatings PHD,» 1979 / 7919359.
- [4] H. Herman, «Metastable phases produced by plasma sparying,» chez *TMS - AIME fall Meeting*, Pittsburg, USA 1980.
- [5] S. Safai, H. Herman «Microstructural investigation of plasma sprayed aluminium coatings,» *Thin solid films*, vol. 45, 295-307, 1977.
- [6] G. Leclerc, «Etude expérimentale du vieillissement du céramique projetée plasma,» CEA, 2013.
- [7] A. Griffith, «The phenomena of rupture and flow in solids.,» *Phil. Trans. Roy. Soc. Of London*, vol. 221, 163-197, 1920.
- [8] C.E. Inglis, "Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners," *Proc. Inst. Naval Arch.*, 55 :219-230, 1913.
- [9] J. Rice, «Thermodynamics of the quasi-static growth of griffith cracks,» *J. Mech. Phys. Solids*, 26 :61-78, 1978.
- [10] H.M. Westergaard, «Bearing pressures and cracks,» *J. Appl. Mech.*, 6 :49-53, 1937.
- [11] G.R Irwin, «Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing plate,» *J. Appl. Mech.*, 24 :361-364, 1957.
- [12] G.R Irwin, «Inset of fast crack propagation in high strength steel and aluminium alloys,» *Proc. Sag. Res. Conf.*, 2 :289-305, 1956.

- [13] H. Tada, P.C. Paris and G.R. Irwin «The stress analysis of cracks handbook, » New York : ASME Press, 2000.
- [14] G. Barenblatt, «The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture,» *Adv. in Applied Mech*, 7 :55-129, 1962.
- [15] D.S. Dugdale, «Yielding of steel sheets containing slits,» *J. Mech. Phys. Sol.*, 8: 100-108, 1960.
- [16] L. Grenet, «Recherches sur la résistance mécanique des verres,» *Bull. Soc. Encour. Ind. Nat.*, vol. 4, p. 838-48, 1889.
- [17] E. Orwan, «The fatigue of glass under stress,» *Nature*, vol. 154, p. 341-9, 1994.
- [18] I.B. Obreimof, «The splitting strength of mica,» *Proc. R. Soc., A*, 127 :290-297, 1930.
- [19] W.B. Hillig, «Sources of weakness and ultimate strength of brittle amorphous solids,» *Modern Aspect of the Vireous State*, 2 :152-194, 1962.
- [20] A. Joffé, «The physics of crystals,» *New York : McGraw Hill*, 1928.
- [21] R.J. Charles and W.B. Hillig, «The kinetics of glass failure by stress corrosion,» chez *Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of improving it*, Charleroi, Belgium. Union Scientifique Continentale du Verre, 1962.
- [22] S.M. Wiederhorn, «Moisture assisted crack growth in ceramics,» *Int. J. Fract. Mech*, 4(2) :171-177, 1968.
- [23] W.E. Wiederhorn and L.H. Bolz, «Stress corrosion and static fatigue of glass,» *J. Am. Ceram. Soc*, 53 :543-548, 1970.
- [24] S.M. Wiederhorn. and P.R. Townsend., «Crack healing in glass,» *J. Am. Ceram. Soc*, 53(9) :486-489, 1970.
- [25] S.M. Wiederhorn and H. Johnson., «Effect of electrolyte pH on crack propagation in glass,» *J. Amer. Ceram. Soc.*, 56 :192-197, 1973.
- [26] K. Wan, S. Lathabai and B. Lawn, «Crack velocity functions and thresholds in brittle solids,» *J. Amer. Ceram. Soc*, 6: 259-268, 1990.
- [27] B. Lawn, «Diffusion-controlled subcritical crack growth in the presence of a dilute gas

- environment,» *Mater. Sci. Eng*, 13 :277-283, 1974.
- [28] B.R. Lawn, D.H. Roach, and R.M. Thomson «Thresholds and reversibility in brittle cracks : an atomistic surface force model,» *J. Mater. Sci.*, 22 :4036-4050, 1987.
- [29] B. Lawn, «Fracture of Brittle Solids,» *Cambridge : Cambridge University Press*, 1975.
- [30] Y.W. Mai. and B.R. Lawn, «Crack interface bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics (ii),» *J. Am. Ceram. Soc.*, 70(4) :289-294, 1987.
- [31] C.J. Swanson, P.L. Fairbanks, B.R. Lawn, Y.W. Mai and B.J. Hockey «Crack interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics : I, experimental study on alumina,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 70(4) :289-294, 1987.
- [32] C. Olagnon, J. Chevalier and V. Pauchard «Global description of crack propagation in ceramics,» *J. Eur. Ceram. Soc.*, 26(15) :30351-3059, 2006.
- [33] T.A. Michalske. and S.W. Freiman, «A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 66(4):284-288, 1983.
- [34] J. Chevalier and G. Fantozzi «Slow crack propagation in ceramics at the nano- and microscale : effect of the microstructure,» *Fracture Mechanics of ceramics*, 14:173-190, 2005.
- [35] J. Salem «Slow crack growth and fracture toughness of sapphire for the international space station and combustion facility,» *Technical report, Cleveland :NASA*, 2006.
- [36] M.E. Ebrahimi, J. Chevalier and G. Fantozzi «Slow crack growth behaviour of alumina ceramics,» *J. Mat. Res.*, 15(1) :142-147, 2000.
- [37] J. Chevalier, C. Olagnon and G. Fantozzi «Subcritical crack propagation in 3y-tzp ceramics : static and cyclic fatigue,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 82(11) :3129-3138, 1999.
- [38] W. Freiman, K.R. McKinney, H.L. Smith «Slow Crack Growth in Polycrystalline Ceramics,» *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 2, 659-76, 1973.
- [39] R.C. Garvie, R.H. Hanninck and R.T. Pascoe «Ceramic steel,» *Nature*, vol. 258, pp. 703-4, 1975.
- [40] J. Chevalier, L. Gremillard, A.V. Virkar and D.R. Clarke «The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 92 [9] 1901–1920, 2009.

- [41] R.C McMeeking and E.G. Evans, «Mechanics of transformation toughening in brittle materials,» *J. Amer. Ceram. Soc.*, vol. 65, 242-46, 1982.
- [42] R. J. Charles, «A review of glass strength,» *Progress in ceramic.Sci*, 1:1-38, 1961.
- [43] AR.W. Steinbrech, A. Reichel and Schaarwachter «R-curve behavior of long cracks in alumina,» *J. AM. Ceram. Soc.*, 73(7):2009-2015, 1990.
- [44] R.W. Steinbrech. and J. Lorca, «Fracture of alumina : an experimental and numerical study,» *J. Mat. Sci.*, 26:6383-6390, 1991.
- [45] R.W Steinbrech, «Toughening mechanisms for ceramic materials,» *J. Eur. Ceram . Soc*, 10:131-142, 1992.
- [46] S.N. Zhurkov, «kinetic concept of the strength of solids,» *J. Fract. Metch* , 1: 311-323, 1965.
- [47] T. Zhu, J. Li and S. Yip «Stress dependent molecular pathway of silica-water reaction,» *J. Mech. Phys. Solids*, 53 :1957-1623, 2005.
- [48] J.E. Del Bene, K. Runge and R.J. Barlett, «A quantum chemical mechanism of the water initiated decomposition of silica,» *Comp. Mater. Sci*, 27 :102-108, 2003.
- [49] R.K. Kalia, A. Nakano, P. Vashishta, C.L. Rountner, L. Van Vrutzel and S. Ogata, «Multiresolution atomistic simulation of dynamic fracture in nanostructured ceramic and glasses,» *Int. J. Fract.*, 121 :71-79, 2003.
- [50] E.B. Webb and S. Garofalini «Relaxation of silica glass surfaces before and after stress modification in wet and dry atmosphere : Molecular dynamics simulations,» *J.Non-cryst. Solids*, 226 :47-57, 1998.
- [51] E.A.A. Jarvis and Carter E.A «A nanoscale mechanism of fatigue in ionic solids,» *Nano Lett.*, 6(3) :505-509, 2006.
- [52] M. Romero de la Osa, R. Estevez, J. Chevalier, C. Olagnon, Y. Charles, L. Vognoud and C. Tallaron, «Modelling of Environmentally Assited Crack Growth in Ceramics,» *J. Mech. Adv. Mat. Struct.*, 16 :623-631, 2009.
- [53] M. Romero de la Osa, R. Estevez, J. Chevalier, C. Olagnon, Y. Charles, L. Vognoud and C. Tallaron,, «Cohesive zone model and slow crack growth in ceramic polycrystals,» *Int. J. Fract.*,

158(2) :157-167, 2009.

- [54] M. Romero de la Osa, R. Estevez, J. Chevalier, C. Olagnon, Y. Charles, L. Vognoud and C. Tallaron,, «Cohesive zone model for intergranular slow crack growth in ceramics : influence of the process and the microstructure,» *Modell. Simul. Mat. Sci. Engng*, p. 10 :074009, 2011.

CHAPITRE II

FISSURATION LENTE DANS UN MONOCRISTAL DE CERAMIQUE

CHAPITRE II : FISSURATION LENTE DANS UN MONOCRISTAL DE CERAMIQUE

Au chapitre 1 précédent, nous avons présenté le modèle physico-chimique proposé par Mischalske et Freiman [1] qui est accepté par la communauté des céramistes comme responsable du processus de fissuration lente : la rupture d'une liaison iono-covalente est facilitée par la présence d'une molécule d'eau. A partir des calculs atomistiques, Zhu et al. [2] ont reconsidéré le modèle de Mischalske et Freiman en déterminant l'énergie du système durant la réaction-rupture. Deux principaux résultats quant à l'origine du mécanisme de réaction rupture sont obtenus : (i) il existe un seuil σ_n^0 pour déclencher la réaction-rupture ; (ii) le mécanisme de réaction-rupture est possible dès lors qu'une barrière énergétique peut être franchie par fluctuations thermiques. La hauteur de cette barrière diminue avec le niveau du chargement appliqué.

Une description dans le cadre d'un modèle cohésif d'un mécanisme de rupture thermiquement activé est proposée par T. Fett [3]. Ce travail sera décrit dans un premier temps puis nous présenterons le modèle cohésif adopté pour incorporer les points (i) et (ii) dans notre formulation de zone cohésive fondée sur une description thermiquement activée du processus de rupture. Le temps, le chargement extérieur appliqué, l'environnement (température, concentration en eau) seront pris en compte dans la description [4, 5, 6].

A partir d'un cas d'étude simple correspondant à un monocristal élastique isotrope sollicité en mode I sous charge constante (chargement dit de fatigue statique), nous illustrons comment la description proposée peut rendre compte de la fissuration lente par réaction-rupture puis nous présentons une

calibration des paramètres du modèle cohésif à partir des données expérimentales disponibles pour le saphir et le monocristal de zircon.

Les caractéristiques de fissuration lente de saphir et de la zircon seront ensuite comparées. Une discussion sur les représentations de la fissuration lente sous forme de graphes $V-K_I$ ou $V-G$ complètera ce chapitre.

Table de matières

II.1.	Modèle cohésif représentant le mécanisme de réaction-rupture	4
II.2.	Description du modèle cohésif.....	8
II.2.1.	Calibration des paramètres du modèle cohésif proposé	12
II.4.	Fissuration lente dans un monocristal de céramique	14
II.4.1.	Calibration des paramètres cohésifs pour la réaction rupture de monocristaux de zircon et de saphir	16
II.4.2.	Influence de module d'Young E du monocristal sur la fissuration lente.....	25
II.5.	Conclusion	31
	Bibliographie.....	33

II.1. Modèle cohésif représentant le mécanisme de réaction-rupture

Afin de décrire la fissuration lente, nous trouvons dans la littérature plusieurs modèles proposés décrivant la croissance des fissures. Les descriptions proposées pour la fissuration lente aboutissent à une expression de type $V = f(K_I)$ basée sur l'équation d'Arrhenius avec des fonctions exponentielles liant la vitesse de processus au facteur d'intensité de contrainte dont les arguments sont des fonctions linéaires, quadratiques ou bien quadratiques mixtes. Fett [3] a présenté un modèle en se basant sur l'idée du processus d'endommagement thermiquement activé pour la rupture et la guérison des liaisons à la pointe de la fissure. Il a considéré le cas d'un matériau contenant une entaille chargée en mode I représentée avec une zone cohésive représentée par des ressorts non linéaires (cf. Figure II.1a) dont la relation traction-ouverture est présentée en figure II.1b et s'écrit

$$F = 4F_0[\exp(-s\delta) - \exp(-2s\delta)] \quad , \quad (2.1)$$

avec F_0 la force maximale et s une valeur caractéristique du champ des forces de la liaison. L'expression (2.1) correspond à la relation traction-ouverture associée au potentiel de Morse. Sur la figure II.2, nous présentons les courbes $F-\delta$ qui caractérisent l'interaction de la liaison simple pour différentes valeurs de chargements appliqués, le niveau de chargement augmente en allant de (a) à (d). En considérant le système en figure II.1a, en imposant un chargement en déplacement, la structure en série impose une force identique sur le ressort (1) représentant le matériau massif et sur le ressort (2) représentant la zone cohésive. Sur la figure II.2, pour un niveau de chargement F donné, $\delta_0 - \delta^{(1)}$ représente l'allongement des ressorts (1) et $\delta^{(1)}$ celui des ressorts cohésifs. Pour le niveau du chargement en figure II.2a, une valeur unique de F est obtenue. En continuant d'augmenter le chargement, les allongements δ_0 et $\delta^{(1)}$ ont augmenté. Pour le niveau du chargement en figure II.2c, nous observons que trois valeurs d'allongement du ressort cohésif permettent de satisfaire l'équilibre et ΔU représente la barrière énergétique à franchir pour passer de l'ouverture cohésive $\delta^{(1)}$ à $\delta^{(2)}$. Pour cette configuration, il est possible de passer de $\delta^{(2)}$ à $\delta^{(3)}$ par agitation thermique en restituant l'énergie ΔW . Le franchissement de ΔU correspond donc à un saut d'allongement de $\delta^{(1)}$ à $\delta^{(3)}$. En continuant d'augmenter le niveau de chargement et en comparant (c) et (d), nous observons que ΔU diminue et ΔW augmente avec K_I augmentant. La situation décrite en figure II.2d correspond à celle pour laquelle un saut d'allongement peut être observé, conduisant aux problèmes numériques décrit par J.L. Chaboche et al. [7] et Y.F. Gao et A.F. Bower [8] compte tenu des conditions limites imposées. Dans ce cas, un allongement continu du ressort avec un chargement extérieur monotone ne peut pas être observé (Y.F. Gao et A.F. Bower [8]). Une régularisation visqueuse peut être envisagée numériquement, comme c'est proposé par Y.F. Gao et A.F. Bower [8].

Fett [3] souligne que le passage de l'état en figure II.2b vers celui décrit en figure II.2c-d peut avoir lieu si le passage de b vers c-d est thermiquement activé. Cela revient à considérer implicitement un comportement cohésif dépendant du temps sous-jacent « l'activation thermique ». Pour une température T , la liaison pourra être rompue pour un apport d'énergie thermique suffisamment élevé, la force extérieure diminue en augmentant la distance entre les partenaires de la liaison.

En considérant à présent un matériau fissuré sollicité en mode I et pour lequel une zone cohésive gouvernée par la relation (2.1) apparaît en fond d'entaille, les deux cas limites en figure II.2b et II.2d correspondent à des valeurs du facteur d'intensité de contrainte K_{Ith} (chargement seuil) et K_{Ic} (la ténacité) (voir Figure II.2e). Ces valeurs limites du facteur d'intensité sont liées aux déplacements correspondant par la relation suivante [3]

$$\frac{\delta_{0,th}}{\delta_{0,c}} = \frac{K_{Ith}}{K_{Ic}} \text{ et } \frac{\delta_0}{\delta_{0,c}} = \frac{K_I}{K_{Ic}} \quad (2.2)$$

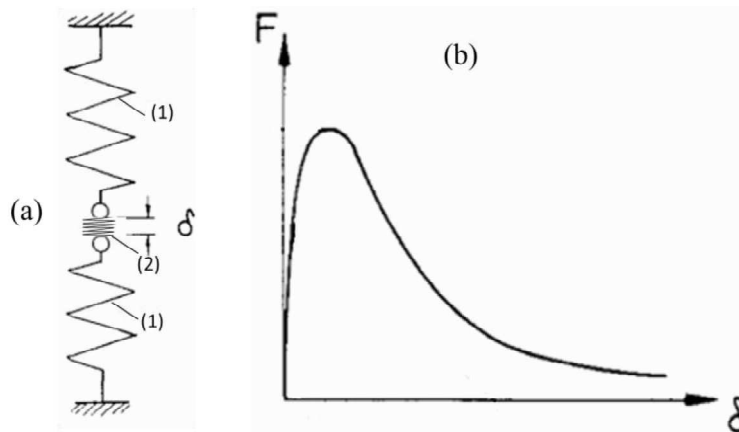


Figure II.1 (a) Schéma d'une liaison sous tension à la pointe de la fissure, (1) ressorts linéaires représentant la zone élastique entourant la fissure et (2) ressort non linéaire représentant l'interaction au niveau de la pointe de la fissure entre les partenaires de la liaison. (b) Courbe représentant la force F en fonction de déplacement δ de la liaison simple à la pointe de la fissure selon la relation de Morse à partir des positions d'équilibre.

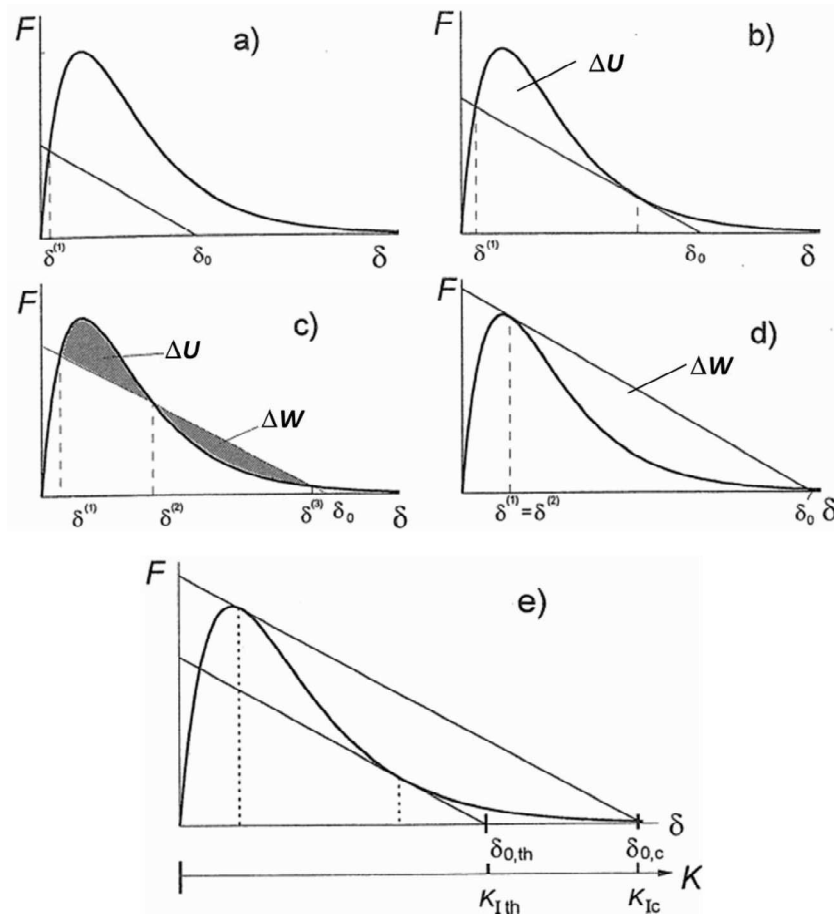


Figure II.2 Courbes Force-déplacement représentant le comportement d'une liaison à la pointe de la fissure pour différentes valeurs de chargement augmentant de (a) à (d), (e) facteurs d'intensité de contrainte critique K_{Ic} et seuil K_{Ith} .

Sous l'application d'une charge locale σ_n correspondant à l'effort de traction sur la structure schématisée en figure II.1, Fett [3] postule le taux de rupture des liaisons par fluctuation thermique selon

$$\frac{\bar{N}}{N_0} = \exp(-\Delta U/kT) \quad , \quad (2.3)$$

avec N_0 est le nombre de liaisons initiales, \bar{N}/N_0 le taux de liaisons rompues, k la constante de Boltzmann et ΔU la barrière de potentielle à franchir.

A partir du potentiel du Morse dont la relation traction-ouverture (2.1) dérive, la variation de ΔU peut s'écrire [3]

$$\frac{\Delta U}{U_0} = A_0 + A_1 \ln \frac{K_I}{K_{Ic}} \quad , \quad (2.4)$$

avec U_0 est l'énergie de rupture d'une liaison, A_0 et A_1 deux coefficients *negatifs*, K_I le niveau de chargement appliqué et K_{Ic} la ténacité critique.

A partir de cette description, Fett [3] propose que la vitesse de propagation de la fissure lorsque $K_{Ith} < K_I < K_{IC}$ est proportionnelle au taux de rupture des liaisons (2.3), selon

$$\ln \frac{V}{V_0} = -\frac{U_0}{kT} \left[A_0 + A_1 \ln \left(\frac{K_I}{K_{IC}} \right) \right] \quad , \quad (2.5)$$

où V_0 est une vitesse caractéristique du matériau. Cette expression indique que la vitesse de fissuration augmente avec le niveau de chargement appliqué et peut ainsi représenter le régime *I* de fissuration lente selon

$$V = AK_I^n, \quad \text{avec } A = \frac{V_0}{K_{IC}^n} \exp \left[-\frac{U_0 A_0}{kT} \right] \text{ et } n = -\frac{A_1 U_0}{kT}. \quad (2.6)$$

Quelques remarques peuvent être formulées sur les prédictions de fissuration lente (2.6) représentant le régime *I* lorsque la température ou la concentration en eau augmente. Lorsque la température augmente, A augmente et induit une accélération de la vitesse de propagation conformément à l'observation. Afin de tenir compte d'une variation locale de la concentration en eau, Fett [3] propose d'incorporer cet effet avec une valeur de U_0 (2.4) diminuée. Il en résulte une variation du coefficient A en (2.6) qui augmente avec la concentration d'eau traduisant une rupture facilitée par la présence d'eau. L'approche de T. Fett [3] qui propose un mécanisme thermiquement activé (2.3) pour rendre compte du taux de rupture des liaisons sous charge est physiquement fondée.

Dans cette thèse, nous reprendrons cette idée avec non pas une expression de la vitesse de fissuration lente (2.6) mais en posant une cinétique d'endommagement représentant la vitesse de séparation entre deux surfaces cohésives soumises à une traction σ_n , à une température et une concentration en eau données. Ceci nous semble conforme à l'expression du taux de rupture des liaisons données par (2.3). Nous tiendrons également compte d'une variation linéaire de la barrière d'énergie ΔU avec σ_n appliquée en accord avec les résultats de Zhu et al. [2] et distincte de la proposition de Fett (2.4) où la barrière d'énergie ΔU varie avec le logarithme du niveau du chargement et non linéairement avec la traction locale σ_n . La zone cohésive ainsi définie représentera le mécanisme local de rupture. La prédiction de vitesse de propagation résultera d'un calcul par éléments finis comme nous le détaillerons dans le paragraphe suivant.

II.2. Description du modèle cohésif

En se basant sur l'analyse atomistique de la réaction-rupture [1, 2] et la description de zone cohésive pour la fissuration lente de Fett [3], nous présentons le modèle cohésif que nous avons adopté pour décrire localement le mécanisme de réaction-rupture assisté par l'environnement. La formulation s'inspire des travaux menés dans le cadre de la thèse de M. Romero de la Osa [9].

Dans le cas de la réaction-rupture dans un verre de silice ou dans un monocristal céramique, le processus de fissuration a lieu en fond d'entaille (cf. Figure II.3). Dans le cas des polycristaux, la rupture intergranulaire sera considérée de manière analogue à la fissuration lente considérée dans ce chapitre. Le modèle cohésif que nous proposons ici décrira le mécanisme de réaction-rupture à l'aide d'une relation entre la contrainte normale appliquée σ_n et l'ouverture Δ_n de la surface cohésive. Pour notre problème, la rupture des liaisons survient lorsqu'une barrière énergétique est franchie par fluctuations thermiques selon le mécanisme décrit par Zhu et al. [2] et Fett [3]. Localement, le mécanisme de rupture est thermiquement activé et assisté à la fois par le taux d'humidité, la température et la contrainte appliquée. L'échelle à laquelle nous proposons la description cohésive concerne un volume d'atomes bien plus important que celui considéré dans les études atomistiques de Zhu et al. [2]. Cependant, nous allons considérer que ces effets locaux se manifestent à l'échelle de la zone cohésive dont l'ordre de grandeur de l'ouverture est de quelques nanomètres.

Notre description de la fissuration lente tient compte des principaux aspects indiqués dans les chapitres 1 et 2 [1, 2, 3] : il existe un seuil de chargement en dessous duquel la fissuration n'a pas lieu, la proposition d'une cinétique d'endommagement thermiquement activée pour rendre compte de la vitesse de séparation entre les deux surfaces cohésives. Celle-ci dépend du niveau de contrainte appliquée sur la surface cohésive, du taux d'humidité et de la température. Une condition de rupture pour une ouverture critique définit la condition d'apparition d'une fissure localement.

Amorçage de la fissuration lente

Les figures I.7, I.10 et I.11 du chapitre 1 montrent que le processus d'endommagement a lieu uniquement au-delà d'un niveau de chargement seuil K_0 . Zhu et al. [2] corroborent l'existence de ce seuil et l'associent à une contrainte minimum à dépasser pour que la rupture d'une liaison ionique soit énergétiquement favorable. Inspirés par ces observations, nous proposons de rendre compte d'un tel seuil d'amorçage du processus de réaction-rupture par l'intermédiaire d'une contrainte normale seuil σ_n^0 appliquée sur la surface cohésive. Tant que la contrainte normale σ_n sur la surface cohésive est inférieure à σ_n^0 , aucun endommagement n'a lieu et nous observons la continuité des champs de déplacement. Dans ce cas la relation contrainte-ouverture s'écrit

$$\dot{\sigma}_n = k_n \dot{\Delta}_n \quad , \quad (2.7)$$

avec $\dot{\sigma}_n$ l'incrément de la contrainte normale appliquée sur les surfaces cohésives, $\dot{\Delta}_n$ la vitesse d'ouverture des éléments cohésifs et k_n une rigidité suffisamment grande pour assurer la continuité des champs de déplacement.

Dans le cas où avant l'amorçage de la réaction-rupture, la surface cohésive est soumise à une compression, la relation (2.7) est toujours appliquée. Une valeur élevée de k_n permet d'éviter l'interpénétration des faces cohésives.

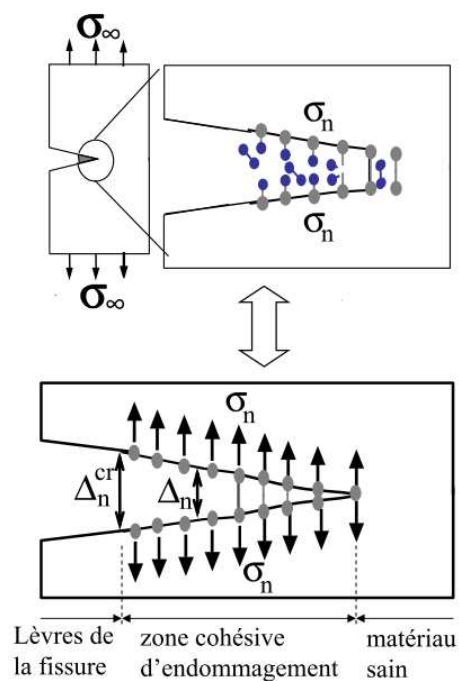


Figure II.3 Description schématique du mécanisme de réaction-rupture en fond d'entaille.

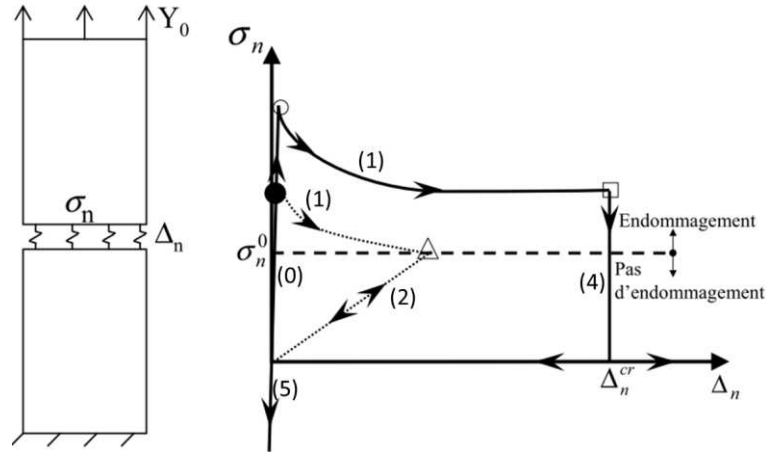


Figure II.4 Réponse de la zone cohésive pour un essai de relaxation uniforme entre deux blocs élastiques.

Modélisation du mécanisme de réaction-rupture

Quand la condition d'amorçage du mécanisme de réaction rupture $\sigma_n \geq \sigma_n^0$ est atteinte l'endommagement par rupture des liaisons a lieu. Nous proposons de décrire l'endommagement et la rupture des liaisons par réaction-rupture selon la formulation ci-dessous décrivant la vitesse de séparation des surfaces cohésives

$$\dot{\delta}_n^c = \dot{\Delta}_0 \exp\left(\frac{-U_0 + \beta \sigma_n}{k_B T}\right) \quad (2.8)$$

avec $\dot{\Delta}_0$ est une vitesse d'ouverture caractéristique du matériau, U_0 une énergie d'activation qui détermine la vitesse de rupture en absence de contrainte appliquée, β un terme contrôlant la dépendance de $\dot{\delta}_n^c$ avec la traction σ_n appliquée sur les surfaces cohésives, k_B est la constante de Boltzmann et T la température. Le terme β a la dimension d'un volume et peut être considéré comme un volume d'activation. L'énergie U_0 représente la barrière énergétique à franchir par fluctuations thermiques pour rompre les liaisons. Inspirés par l'analyse de Zhu et al. [2] et Fett [3], nous proposerons d'incorporer l'influence du taux d'humidité dans ce terme U_0 , avec une dépendance vis-à-vis de l'humidité relative à identifier. Dans la formulation de la cinétique d'ouverture (2.8), nous avons adopté une dépendance linéaire de la barrière d'énergie à franchir ($U_0 - \beta \sigma_n$), conformément aux résultats de Zhu et al. [2] et différente d'une dépendance logarithmique avec le niveau de contrainte appliquée proposée par Fett [3].

Zhu et al. [2] ont montré que la réaction-rupture est énergétiquement favorable dès lors qu'un seuil local de contrainte σ_n^0 est atteint, cette valeur variant entre 0% et 30% du niveau de contrainte à rupture observé lors d'un chargement monotone. En identifiant ce dernier à la contrainte athermique $\sigma_c = U_0/\beta$, nous définissons la gamme de valeurs de σ_n^0 variant de 0 à 30% de σ_c . Lorsque le mécanisme d'endommagement rupture a lieu, la relation traction-ouverture suivante est employée

$$\dot{\sigma}_n = k_n(\dot{\Delta}_n - \dot{\delta}_n^c) \quad , \quad (2.9)$$

avec $\dot{\sigma}_n$ l'incrément de traction, $\dot{\Delta}_n$ la vitesse d'ouverture des surfaces cohésives, $\dot{\delta}_n^c$ la relaxation de la contrainte appliquée par endommagement et k_n est une rigidité suffisamment grande pour assurer $\dot{\Delta}_n \approx \dot{\delta}_n^c$ au cours de l'ouverture de la zone cohésive.

Condition de rupture

La relation (2.8) opère jusqu'à atteindre un endommagement cumulé critique correspondant à l'apparition d'une fissure localement. Nous considérons une ouverture critique au-delà de laquelle deux surfaces n'interagissent plus, dès lors que

$$\int_0^t \dot{\delta}_n^c dt = \Delta_n^{cr} \quad , \quad (2.10)$$

avec l'ouverture Δ_n^{cr} est un paramètre matériau de l'ordre de quelques nanomètres. Il introduit une longueur d'échelle intrinsèque dans notre analyse qui nous permettra par la suite de rendre compte d'effets de taille associés à la microstructure, notamment la prise en compte de l'influence de la taille des grains.

Lorsque la rupture a lieu localement, nous imposons une rigidité nulle pour l'élément cohésif correspondant ($k_n = 0$) et la contrainte normale est ramenée à zéro ($\sigma_n = 0$) tant que $\Delta_n \geq 0$, la relation (2.7) est employée si $\Delta_n < 0$. Le processus de guérison ne sera pas considéré dans notre analyse. Quand une fissure apparaît, elle persiste même si une relaxation donnerait lieu à une refermeture locale en fond d'entaille. Le processus de guérison n'ayant pas été observé dans la fissuration des polycristaux, il n'est pas intégré dans le présent modèle.

La réponse schématique de la zone cohésive proposée est montrée sur la figure II.4 pour un essai de relaxation. Un cas d'étude simple consistant en deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre est considéré. La structure est soumise à un essai de relaxation, avec un déplacement initial Y_0 au niveau du bord supérieur appliqué instantanément et maintenu constant dans le temps. Le bord inférieur est fixe et ne peut se déplacer suivant la direction verticale. Pour un chargement initial supérieur à la contrainte seuil σ_n^0 , le processus d'endommagement par réaction-rupture est activé et les deux surfaces se séparent avec la vitesse définie par (2.8). Une relaxation de la contrainte normale est alors observée. Lorsque la condition de rupture (2.10) est atteinte, une fissure apparaît localement. Tant que le niveau de chargement σ_n sur la surface cohésive demeure supérieur au seuil σ_n^0 , la séparation est gouvernée par (2.8). Durant le processus de relaxation si σ_n atteint la contrainte seuil σ_n^0 avant que la condition de rupture ne soit vérifiée, la rupture des liaisons n'est plus énergétiquement favorable et la réaction-rupture s'arrête. Dans ce cas le comportement mécanique est remplacé par la relation élastique suivante

$$\dot{\sigma}_n = \frac{\sigma_n^0}{\delta_n^c} \dot{\Delta}_n \quad , \quad (2.11)$$

avec $\delta_n^c = \int_0^t \dot{\delta}_n^c dt$ l'endommagement cumulé à l'instant où σ_n atteint σ_n^0 . Le comportement mécanique selon (2.11) est maintenu pour $0 \leq \sigma_n \leq \sigma_n^0$. Dans le cas où une compression apparaît localement, la relation (2.7) est utilisée à nouveau pour prévenir l'interpénétration des faces de la zone cohésive.

Réponse de la zone cohésive selon la direction tangentielle

Dans cette formulation de zone cohésive, la contribution à l'endommagement selon la direction tangentielle (mode *II*) n'est pas prise en compte ce qui revient à considérer que le mode *II* ne contribue pas à la rupture des liaisons. Ce choix est motivé par le fait que les couplages entre modes *I* et *II* ne sont pas renseignés dans la littérature. Nous pourrions proposer une formulation analogue à (2.8) pour la partie tangentielle mais faute de données expérimentales, cette contribution n'est pas considérée. Dès lors, une réponse élastique est utilisée selon

$$\dot{\sigma}_t = k_t \dot{\Delta}_t \quad (2.12)$$

où $\dot{\sigma}_t$ est l'incrément de la contrainte tangentielle, $\dot{\Delta}_t$ l'incrément d'ouverture tangentielle et k_t la raideur tangentielle. Dans la pratique nous adoptons $k_t = k_n$.

Lorsque l'endommagement atteint l'ouverture critique, les deux surfaces cohésives se comportent comme des surfaces libres et leurs rigidités k_n et k_t sont ramenées à zéro.

II.2.1. Calibration des paramètres du modèle cohésif proposé

L'utilisation de la loi cohésive proposée (Eqs. 2.7-2.12) implique la détermination de cinq paramètres matériau : le seuil d'endommagement σ_n^0 , $\dot{\Delta}_0$, U_0 et β pour la description du processus de réaction-rupture et l'ouverture critique Δ_n^{cr} .

Avant de présenter une estimation des paramètres intervenants, nous rappelons quelques résultats importants obtenus par Zhurkov [10] dans une étude de la rupture différée dans le temps sous charge sous critique. Des essais de traction uniaxiale à différents niveaux de chargement (Σ) et température sur des matériaux de nature diverse (métaux, polymères et céramiques) sont réalisés. Zhurkov [10] a observé que le temps à rupture t_R des matériaux soumis à une charge constante dépend de la contrainte appliquée selon

$$t_R = t_0 \exp\left(\frac{U_0 - \beta \Sigma}{k_B T}\right) \quad (2.13)$$

avec t_R le temps à rupture, t_0 un temps caractéristique, Σ la contrainte appliquée, β un volume caractéristique du processus de rupture, T la température absolue et k_B la constante de Boltzman.

L'équation (2.13) est caractéristique d'un processus thermiquement activé. Il est intéressant de noter que Zhurkov donne des indications sur la valeur des paramètres employés pour rendre compte du temps à rupture dans (2.13). L'énergie d'activation U_0 est de l'ordre de l'énergie de sublimation du matériau et le volume d'activation β présente une forte dépendance avec le matériau considéré.

Nous adopterons $\Delta_n^{cr} = 1 \text{ nm}$ et à partir des observations de Zhurkov [10], nous estimons la valeur de l'énergie d'activation U_0 égale à l'énergie de sublimation du matériau, avec $U_0 = 160 \text{ kJ/mol}$ caractéristiques pour les céramiques. À partir de ces deux grandeurs Δ_n^{cr} et U_0 , le couple $\dot{\Delta}_0$ et β restent à identifier en comparant les prédictions de fissuration lente avec des données expérimentales.

En pratique, nous réarrangeons au préalable l'équation (2.8), selon

$$\dot{\delta}_n^c = \dot{\Delta}_0 \exp\left(\frac{-U_0 + \beta \sigma_n}{k_B T}\right) = \dot{\Delta}_0 \exp\left[-\frac{A}{T}(\sigma_c - \sigma_n)\right] \quad , \quad (2.14)$$

dans laquelle nous faisons apparaître la contrainte athermique σ_c et un paramètre A qui rend compte de la dépendance à la température et la contrainte, avec $\sigma_c \times A = U_0/k_B$ et $A = \beta/k_B$. La valeur de seuil d'endommagement σ_n^0 varie entre 0% et 30% de la valeur de la contrainte athermique σ_c .

II.4. Fissuration lente dans un monocristal de céramique

Afin d'illustrer la formulation cohésive pour la fissuration lente, nous considérons le cas schématisé en figure II.5 d'un milieu élastique linéaire isotrope représentant un monocristal de céramique. Ce dernier présente une entaille sollicitée en mode *I* sous une charge constante représentée par un facteur d'intensité des contraintes K_I constant. Le modèle cohésif décrit ci-dessus est inséré le long du plan de symétrie de l'entaille, où la fissuration est autorisée. Les conditions de chargement et le maillage utilisés sont représentés en figure II.5. La symétrie du chargement permet de ne considérer que la partie supérieure du plan de symétrie.

Le long du contour extérieur (cf. Figure II.5a), le champ de déplacement issu de la mécanique élastique linéaire de la rupture correspondant au champ de déplacement sous l'hypothèse de déformation plane est appliqué :

$$u_x = 2(1 + \nu) \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta}{2} \right)^2 \right], \quad (2.15)$$

$$u_y = 2(1 + \nu) \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta}{2} \right)^2 \right], \quad (2.16)$$

avec K_I le facteur d'intensité des contraintes, u_x et u_y les composantes de déplacement imposées dans un repère cartésien. La pointe de la fissure à la position initiale de fond d'entaille est considérée comme origine de repère, r définit la distance entre un point et le fond de cette entaille initiale, θ est l'angle vis-à-vis de l'horizontale. Des conditions de bords libres sont considérées le long de la préfissure.

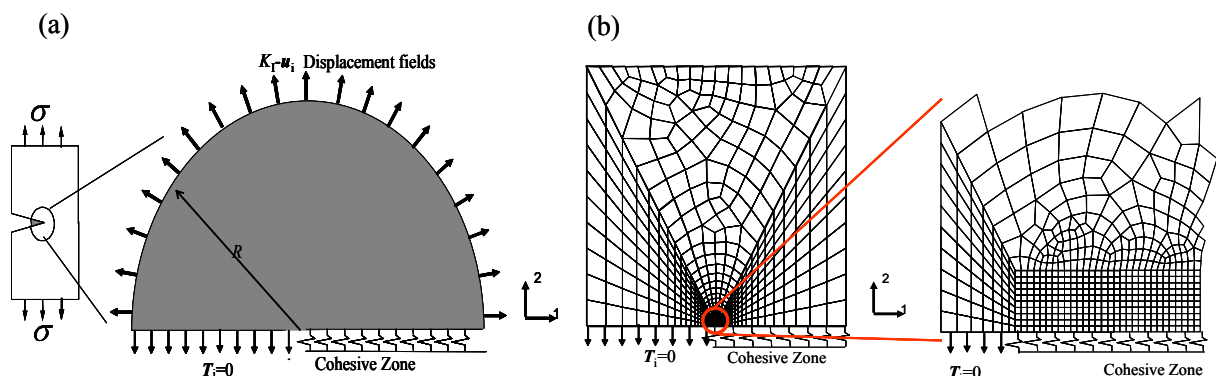


Figure II.5 (a) Description schématique de la fissuration lente d'un matériau homogène soumis à une charge constante en mode *I*, (b) Maillage utilisé et zoom du maillage autour du fond d'entaille. La longueur des éléments cohésifs est 1nm de manière à discrétiser suffisamment la zone d'élaboration.

Sur la figure II.5b, nous avons représenté le maillage utilisé pour nos simulations. Un maillage raffiné est utilisé dans la région proche du fond de fissure, où les gradients des champs de contraintes, de déplacements et de déformations sont les plus grands. À mesure que l'on s'éloigne du fond de fissure, la taille des éléments augmente de manière progressive. Le nombre de degrés de liberté du système est ainsi ajusté pour optimiser le temps de calcul.

Le problème permet une analyse quasi-statique du processus de fissuration. Avec la loi de comportement du matériau élastique linéaire et la relation traction-ouverture (2.9), la forme incrémentale du principe des travaux virtuels gouvernant le problème s'écrit

$$\int_V \overset{\nabla}{\boldsymbol{\tau}} \cdot \delta \dot{\boldsymbol{\eta}} dV + \int_{Scz} \sigma_\alpha \cdot \delta \dot{\Delta}_\alpha dS = \int_{\partial V} \mathbf{T} \delta \dot{\mathbf{u}} dS \quad , \quad (2.17)$$

où V est le volume considéré et ∂V son pourtour, Scz l'ensemble des zones cohésives considérées. L'indice $\alpha=n$ ou t correspond aux composantes normales et tangentielles dans la formulation cohésive.

L'expression $\overset{\nabla}{\boldsymbol{\tau}} = \tau^{ij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$ correspond au deuxième tenseur de contraintes de Piola-Kirchhoff, \mathbf{T} est le vecteur des forces externes appliquées, $\dot{\boldsymbol{\eta}} = \eta_{i,j} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$ et $\dot{\mathbf{u}}$ sont le tenseur de déformation et le champ de déplacement dans la configuration Lagrangienne initiale. En ce qui concerne la loi de comportement élastique du solide, nous utilisons l'expression hypoélastique : $\overset{\nabla}{\boldsymbol{\tau}} = L \dot{\boldsymbol{\eta}}$, avec L le tenseur de module élastique d'ordre 4

$$\begin{aligned} L^{ijkl} = & \frac{E}{1+\nu} \left[\frac{1}{2} (G^{ik} G^{jl} + G^{il} G^{jk}) + \frac{G^{ij} G^{kl}}{1-2\nu} \right] \\ & - \frac{1}{2} [G^{jk} \tau^{il} + G^{jl} \tau^{ik} + G^{il} \tau^{jk} + G^{ik} \tau^{jl}] \quad , \end{aligned} \quad (2.18)$$

où E est le module de Young, ν le coefficient de Poisson et G^{ij} les composantes contravariantes du tenseur métrique dans la configuration déformée. Le dernier terme entre parenthèses dans (2.18) provient de la dérivation convective du tenseur des contraintes, rapporté ici à la configuration initiale [11].

Le problème, non linéaire et dépendant du temps du part la formulation cohésive, est résolu de manière incrémentale à partir de la différentiation de (2.17) et avec une correction d'équilibre [12, 13] supplémentaire. L'utilisation d'une formulation en grandes transformations répond à la nécessité d'estimer de manière précise les champs de contraintes et de déformations au voisinage des zones cohésives, région dans laquelle des contraintes supérieures à 1GPa sont attendues. Les éléments utilisés pour discrétiser le problème sont des quadrilatères construits à partir de quatre sous-triangles linéaires avec le nœud central en commun [14]. En ce qui concerne les éléments cohésifs, une interpolation linéaire de Newton-Cotes est utilisée pour intégrer les déplacements le long de la zone cohésive.

La stabilité du schéma numérique est améliorée en adoptant [15, 13]

$$k_n^* = \frac{k_n}{1 + k_n \theta \frac{\partial \delta_n^c}{\partial \sigma_n} \Delta t}, \quad (2.19)$$

avec $\theta = 0.5$. L'ensemble permet d'accroître le pas de temps lors des calculs (le lecteur peut se référer à [13, 12] pour plus de détails à propos de l'implémentation numérique). Les tolérances suivantes sont utilisées pour contrôler les différents incréments de temps : $\frac{|\dot{\sigma}_n \times \Delta t|}{\sigma_c} \leq 10^{-2}$ et $\frac{|\dot{\delta}_n^c \times \Delta t|}{\Delta_n^{cr}} \leq 10^{-2}$. L'utilisation de tolérances inférieures n'apporte pas de précision supplémentaire. Des valeurs analogues de tolérance sont mises en œuvre pour le solide massif.

II.4.1. Calibration des paramètres cohésifs pour la réaction rupture de monocristaux de zircon et de saphir

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l'identification des paramètres cohésifs des monocristaux de zircon et de saphir. Pour cela, nous considérons le matériau massif élastique linéaire isotrope présenté en figure II.5. Une entaille naturelle est créée et des zones cohésives sont insérées le long du plan de symétrie de l'entaille uniquement. Le maillage employé (cf. Figure II.5b) est généré à l'intérieur d'un carré de côté l , avec une fissure de longueur $l/2$ au niveau de sa base. Une zone rectangulaire raffinée avec 200 éléments de taille réduite et uniforme est incorporée en avant du fond de fissure afin de prédire précisément les champs de contraintes et déformations dans cette région. Dans la zone raffinée (cf. Figure II.5b), les quadrangles ont un côté de 1nm, et la longueur des éléments cohésifs est également de 1nm. A mesure que l'on s'éloigne de cette région finement discrétisée, la taille des éléments massifs augmente.

Afin de calibrer les paramètres cohésifs pour la zircon et le saphir, nous comparons les vitesses prédites par nos simulations à des résultats expérimentaux disponibles dans la littérature pour chacun des deux monocristaux. Nous montrons sur la figure II.6, la courbe $V-K_I$ de vitesse de fissuration V en fonction de chargement K_I des résultats expérimentaux de fissuration lente reportés par Chevalier et al. [16] pour un monocristal de zircon à l'air ambiant ainsi que les courbes $V-K_I$ reportées pour le saphir par Salem [17] dans un milieu humide riche en H_2O et un milieu à l'air sec riche en N_2 . En augmentant le taux d'humidité du milieu, nous observons que la courbe $V-K_I$ correspondant au saphir se translate vers des valeurs inférieures du niveau de chargement K_I , la pente n'étant pas influencée. Nous ne disposons pas de résultats expérimentaux de fissuration lente de saphir à l'air ambiant. Ainsi, nous approximations le comportement de saphir à l'air ambiant par un comportement médian entre les courbes $V-K_I$ de saphir à l'air humide et sec (cf. Figure II.6). Nous observons que les courbes $V-K_I$ du monocristal de zircon et celle considérée pour le saphir à l'air ambiant sont proches avec quasiment

la même pente. Par la suite, nous choisissons un milieu à l'air ambiant pour la calibration des paramètres cohésifs des monocristaux de zircon et de saphir.

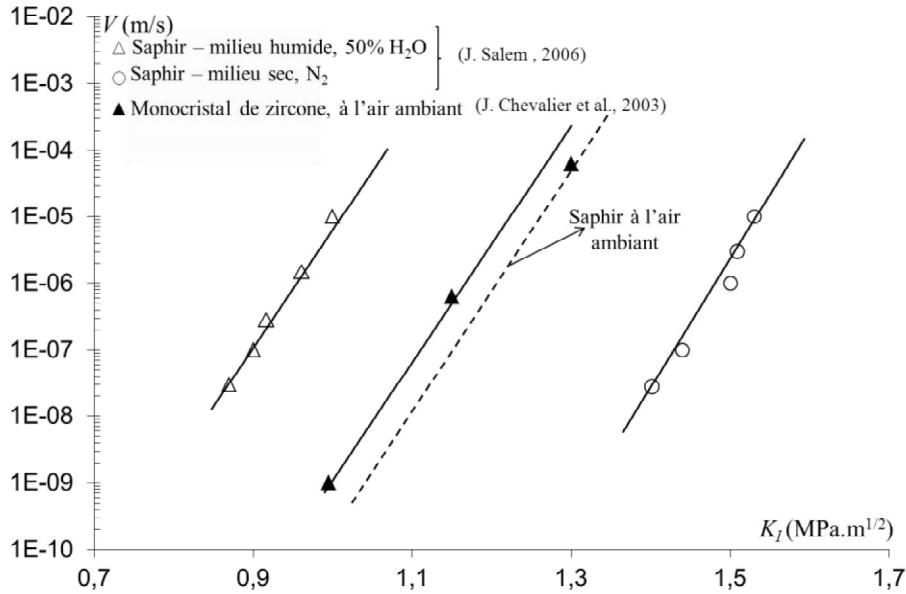


Figure II.6 Courbes $V-K_I$ des données expérimentales de fissuration lente pour les monocristaux de zircon [16] à l'air ambiant et le saphir en différents taux d'humidité relative [17].

II.4.1.1. Calibration des paramètres cohésifs du monocristal de zircon

Le monocristal de zircon possède une structure cristallographique à symétrie cubique. Dans le cas de l'élasticité cubique le tenseur de modules élastiques L_{IJ} est (en notation de Voigt) s'écrit

$$L_{IJ} = \begin{bmatrix} L_{11} & L_{12} & L_{12} & 0 & 0 & 0 \\ L_{12} & L_{11} & L_{12} & 0 & 0 & 0 \\ L_{12} & L_{12} & L_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & L_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & L_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & L_{44} \end{bmatrix} \quad (2.20)$$

A partir des composantes du tenseur des modules élastiques dans le tableau II.1, exprimées dans le repère cristallographique du grain nous obtenons les composantes du tenseur des modules anisotropes cubiques que nous présentons dans le tableau II.2. L'identification des paramètres du modèle cohésif est fondée sur des mesures de vitesse de fissuration lente en fonction du chargement K_I . Bien que le monocristal de zircon soit anisotrope, les courbes $V-K_I$ reportées dans la littérature (par exemple Chevalier et al. [16]) ne tiennent pas compte de l'anisotropie. Dès lors, nous considérons un cristal équivalent élastique linéaire isotrope en calculant le module d'Young et le coefficient de Poisson à partir des parties sphériques et déviatoriques du tenseur des modules élastiques selon

$$\underline{\underline{L}}^{iso} = (\underline{\underline{I}}^{vol} :: \underline{\underline{L}}^{ani}) \underline{\underline{I}}^{vol} + \frac{1}{5} (\underline{\underline{I}}^{dev} :: \underline{\underline{L}}^{ani}) \underline{\underline{I}}^{dev}, \quad (2.21)$$

avec $\underline{\underline{L}}^{iso}$ le tenseur des modules d'élasticité isotrope, $\underline{\underline{L}}^{ani}$ le tenseur des modules élastiques anisotropes, $\underline{\underline{I}}^{vol} = \frac{1}{3} \underline{\underline{i}} \otimes \underline{\underline{i}}$ ($\underline{\underline{i}}$ est le tenseur d'identité d'ordre 2) et $\underline{\underline{I}}^{dev} = \underline{\underline{I}} - \underline{\underline{I}}^{vol}$ ($\underline{\underline{I}}$ est le tenseur d'identité d'ordre 4). Le module d'Young E^{iso} et le coefficient du poisson ν^{iso} du continuum isotrope sont calculés selon :

$$\underline{\underline{I}}^{vol} :: \underline{\underline{L}}^{ani} = 3k_t = \frac{3E^{iso}}{1 - 2\nu^{iso}}, \quad (2.22)$$

$$\underline{\underline{I}}^{dev} :: \underline{\underline{L}}^{ani} = 10\mu_t = \frac{10E^{iso}}{2(1 + \nu^{iso})}, \quad (2.23)$$

avec k_t et μ_t sont les modules de compressibilité et de cisaillement du solide isotropisé. Avec les paramètres élastiques reportés dans le tableau II.1, nous obtenons $E^{iso} = 315$ GPa et le coefficient de poisson $\nu^{iso} = 0.24$ pour le cristal de zircon.

En appliquant un chargement instantané pour un niveau K_I donné, la fissuration a lieu. Sur la figure II.7, nous reportons la répartition de la contrainte moyenne au cours du temps dont la zone de concentration indique la position du fond d'entaille. Nous reportons en figure II.8 l'avancement de la fissure au cours du temps. Après une phase de transition associée à son amorçage, la fissure croît linéairement avec le temps. A partir d'une telle simulation, nous estimons une vitesse d'avancée de la fissure. En répétant ces simulations pour différents niveaux de chargement et en ayant une base expérimentale suffisante [16], il est possible de caler une courbe $V-K_I$ et identifier les paramètres du modèle cohésif (cf. Figure II.9).

Pour l'ouverture critique à partir de laquelle une fissure apparaît, nous adoptons $\Delta_n^{cr} = 1$ nm et à partir des observations de Zhurkov [10], nous estimons la valeur de l'énergie d'activation U_0 égale à l'énergie de sublimation du matériau, avec $U_0 = 160$ kJ/mol [10]. Il nous reste à ajuster le couple de paramètres (β et $\dot{\Delta}_0$) à partir des données expérimentales reportées par (Chevalier et al. [16]; cf. Figure II.9) pour un monocristal de zircon.

Le paramètre β contrôle la pente de la courbe de fissuration lente $V-K_I$ alors que $\dot{\Delta}_0$ permet d'ajuster le niveau de cette courbe dans ce diagramme. Au regard des données expérimentales, nous ajustons la valeur de β afin de prédire une pente de la courbe $V-K_I$ identique à celle de la courbe expérimentale. Ensuite, la valeur de $\dot{\Delta}_0$ est calibrée de manière à rendre compte de la vitesse de fissuration pour un

niveau de chargement donné. Les résultats de ces identifications sont reportés dans le Tableau II.3 ainsi que sur la figure II.9.

L_{11} (GPa)	L_{12} (GPa)	L_{44} (GPa)
430	94	64

Tableau II.1 Modules élastiques des grains de zircon dans le repère de cristal [18].

E (MPa)	ν	G (MPa)
396000	0.18	64000

Tableau II.2 Modules élastiques caractéristiques d'anisotropies cubiques des grains de zircon, considérés dans le cas de problème 2D sous l'hypothèse de déformation plane.

Zone cohésive	$\dot{\Delta}_0$ (mm/s)	A^c (K/MPa)	σ_c (MPa)	Δ_n^{ct} (mm)
$U_0 = 160\text{kJ/mol}$	3.2×10^{11}	2	9615	1×10^{-6}

Tableau II.3 Paramètres du modèle cohésif pour la fissuration des céramiques de zircon.

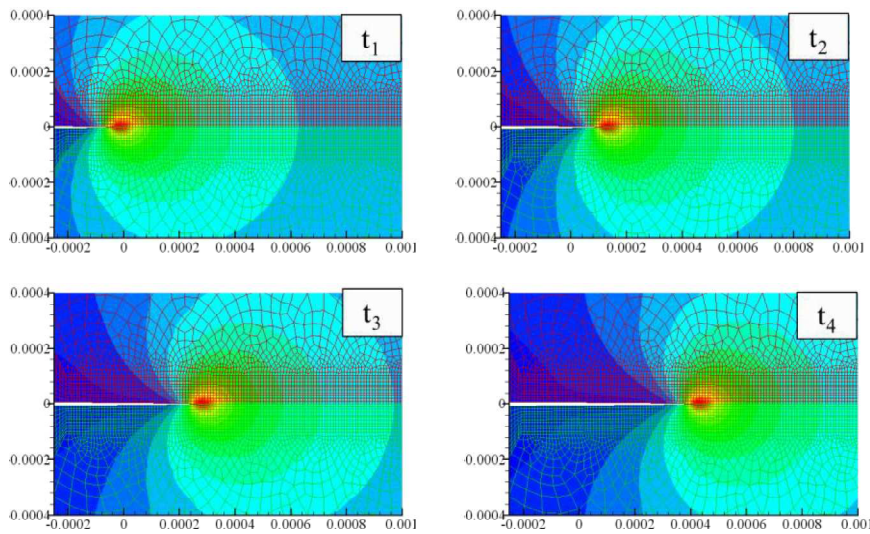


Figure II. 7 Répartition de la contrainte moyenne dont la zone de concentration indique la position du front de la fissure au cours de quatre temps $t_1 < t_2 < t_3 < t_4$.

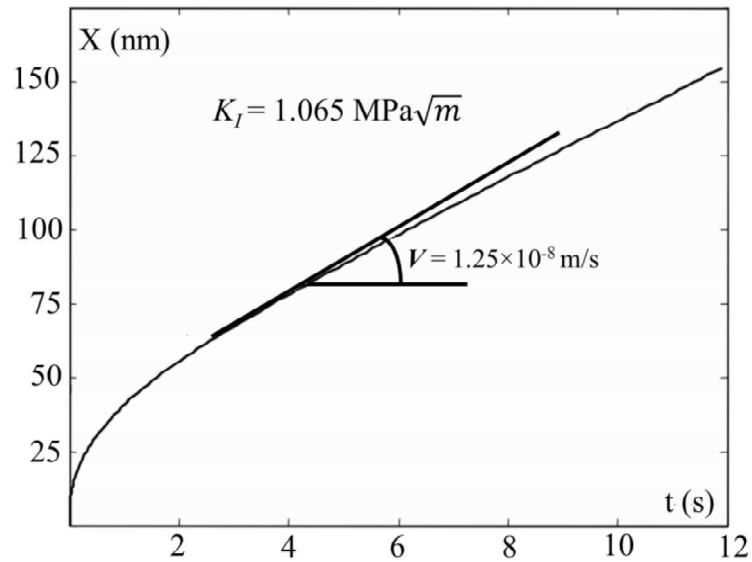


Figure II.8 Représentation de l'avancée de la fissure (X) en fonction du temps (t) pour $K_I = 1.065 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

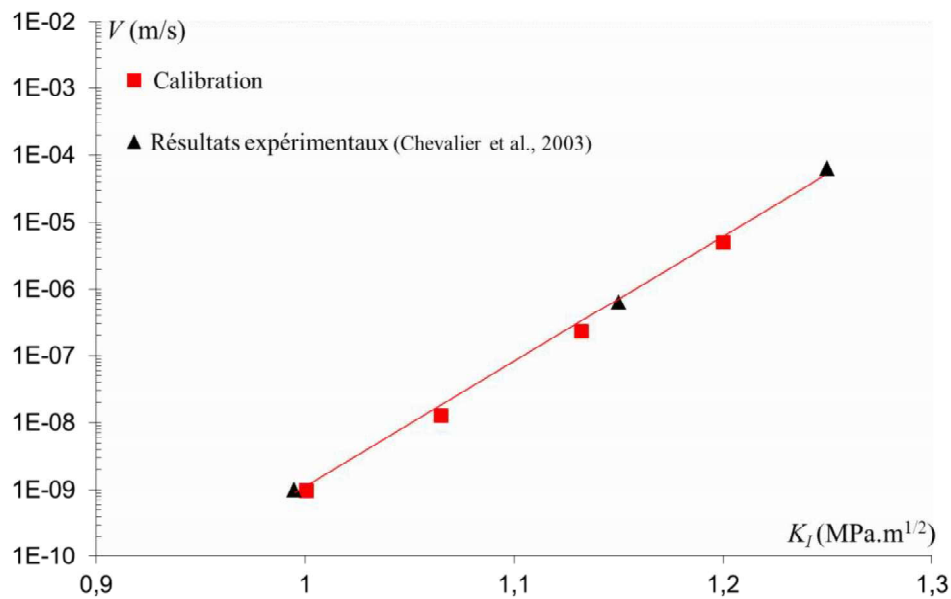


Figure II.9 Calibration des paramètres du modèle cohésif à partir de données expérimentales de fissuration lente disponibles d'un monocristal de zircone.

II.4.1.2. Calibration des paramètres cohésifs de saphir

L'alumine (Al_2O_3) est un matériau à structure rhomboédrique (trigonal) et sa réponse mécanique est élastique anisotrope. Son tenseur de modules élastiques L_{IJ} (en notation de Voigt) exprimé dans le repère lié au cristal est (M. Romero de la Osa et al. [6])

$$L_{IJ} = \begin{bmatrix} L_{11} & L_{12} & L_{13} & L_{14} & 0 & 0 \\ L_{12} & L_{22} & L_{12} & -L_{14} & 0 & 0 \\ L_{13} & L_{12} & L_{11} & 0 & 0 & 0 \\ L_{14} & -L_{14} & 0 & L_{44} & 0 & \sqrt{2}L_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & L_{11} - L_{13} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sqrt{2}L_{14} & 0 & L_{44} \end{bmatrix}. \quad (2.24)$$

La réponse élastique de l'alumine peut être approximée à un comportement isotrope transverse avec 2 l'axe d'anisotropie, ce qui revient à négliger le coefficient L_{14} devant les autres composantes L_{IJ} non nulles. Le tenseur des modules d'élasticité dans la base Cartésienne (1,2,3) s'écrit

$$L_{IJ} = \begin{bmatrix} L_{11} & L_{12} & L_{13} & 0 & 0 & 0 \\ L_{12} & L_{22} & L_{12} & 0 & 0 & 0 \\ L_{13} & L_{12} & L_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & L_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & L_{11} - L_{13} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & L_{44} \end{bmatrix}. \quad (2.25)$$

Nous avons utilisé les propriétés élastiques déterminées par Salem [17] pour deux directions du monocristal de saphir : $E_{11} = 430\text{GPa}$, $E_{22} = 345\text{GPa}$ et de cisaillement $G_{12} = 149\text{GPa}$ et les coefficients de Poisson $\nu = \nu_{12} = \nu_{13} = 0.3$. Les valeurs correspondantes des composantes du tenseur de modules d'élasticité isotropes transverses sont reportées dans le tableau II.4.

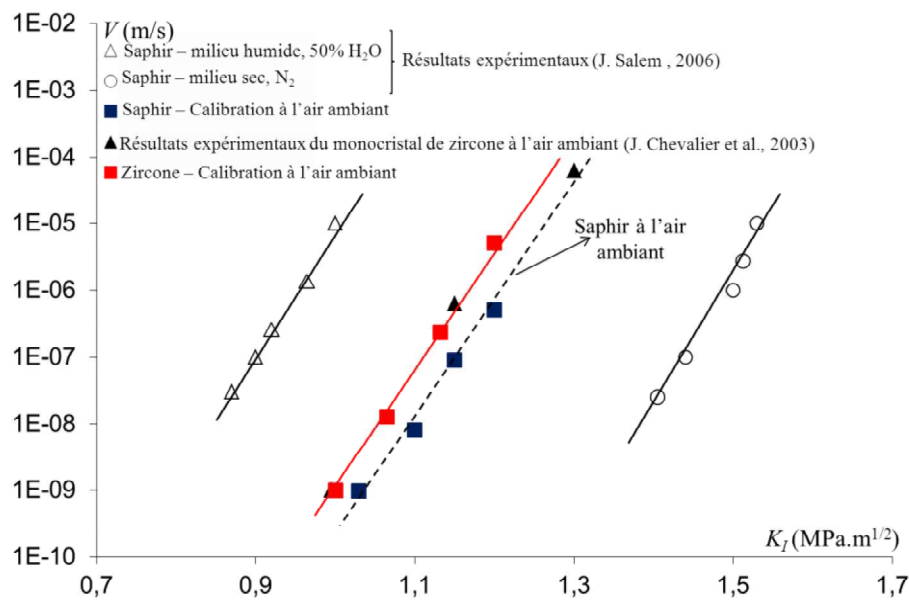
A partir des expressions (2.21-23), les propriétés isotropes sont calculées et aboutissent au module d'Young $E^{iso} = 420\text{GPa}$ et le coefficient de poisson $\nu^{iso} = 0.3$. Comme dans le cas du monocristal de zircon, nous choisissons de fixer $\Delta_n^{cr} = 1\text{nm}$ et $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ (Zhurkov [10]), les paramètres (β et $\dot{\Delta}_0$) seront ajustés à partir des résultats expérimentaux. La calibration est réalisée pour la fissuration lente de saphir dans l'air ambiant. Pour cela nous considérons la courbe caractéristique du comportement à fissuration lente dans l'air ambiant de saphir reportée dans la figure II.6 [17].

Nous imposons des essais de fatigue statique pour le cristal de saphir à différents niveaux de chargement K_I variant de 0.9 à $1.3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Pour chacun des niveaux de chargement appliqués, nous reportons l'avancée de la fissure en fonction du temps et nous estimons une vitesse moyenne de fissuration lente. Les résultats de ces simulations sont reportés dans un graphe $V-K_I$ et comparés aux données expérimentales. Comme nous l'avons indiqué dans le paragraphe précédent, β contrôle la pente et $\dot{\Delta}_0$ la position de la courbe $V-K_I$. Les résultats de l'identification pour le saphir sont reportés dans le tableau II.5 ainsi que sur la figure II.10.

L_{11} (GPa)	L_{22} (GPa)	L_{12} (GPa)	L_{13} (GPa)	L_{44} (GPa)	L_{14} (GPa)
536	420	180	214	149	0

Tableau II.4 Composantes du tenseur des modules isotropes transverses du saphir.

Zone cohésive	$\dot{\Delta}_0$ (mm/s)	A^c (K/MPa)	σ_c (MPa)	Δ_n^{cr} (mm)
$U_0 = 160\text{kJ/mol}$	1.28×10^{14}	2	9615	1×10^{-6}

Tableau II.5 Paramètres du modèle cohésif pour le saphir.

Figure II.10 Calibration des paramètres du modèle cohésif à partir de données expérimentales de fissuration lente disponibles d'un monocristal de saphir.

II.4.1.3. *Discussion sur la prédiction de fissuration lente dans les monocristaux de zircon et de saphir*

La calibration des paramètres cohésifs pour la réaction-rupture des monocristaux de zircon et de saphir est faite au regard des courbes $V-K_I$ expérimentales de fissuration lente pour chaque monocristal. La courbe $V-K_I$ représentative de la fissuration lente du saphir à l'air ambiant apparaît proche de celle du monocristal de zircon, avec des vitesses de fissuration légèrement supérieures pour la zircon. Pour les deux monocristaux, nous considérons les mêmes valeurs d'ouverture critique $\Delta_n^{cr} = 1\text{nm}$ et d'énergie d'activation $U_0 = 160\text{kJ/mol}$. Cependant, les résultats des identifications montrent une différence de leur vitesse d'ouverture caractéristique $\dot{\Delta}_0$ (2.8), avec $\dot{\Delta}_0 = 3.2 \times 10^{11} \text{ mm/s}$ pour le monocristal de zircon et $\dot{\Delta}_0 = 1.28 \times 10^{14} \text{ mm/s}$ pour le saphir. Pour un chargement donné (K_I ou σ_n donné), la cinétique d'ouverture des surfaces cohésives est directement proportionnelle à $\dot{\Delta}_0$ différent d'un facteur 1000. Ceci conduit à une rupture plus rapide du saphir en comparaison à celle de la zircon, ce qui n'apparaît pas dans la représentation de la fissuration lente avec un diagramme $V-K_I$. Par ailleurs, l'énergie nécessaire à la création de deux surfaces libres correspond à la valeur de l'intégrale de contour J à l'amorçage de la propagation, lorsque la condition (2.10) est satisfaite. Dans la littérature, la fissuration lente est représentée indistinctement dans des diagrammes $V-K_I$ ou $V-G$. Dans le cas d'un comportement élastique linéaire, le calcul de J à l'amorçage de la propagation correspond au taux de restitution d'énergie G .

Dès lors, nous proposons de comparer le comportement de fissuration lente des deux monocristaux en reportant la vitesse de fissuration V en fonction du niveau de chargement exprimé avec le taux de restitution d'énergie G (équivalent à une mesure du chargement avec l'intégral J), $G = \frac{K_I^2}{E'}$ (avec $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$ en déformation plane). Les prédictions dans le diagramme $V-G$ sont présentées en figure II.11. Dans le graphe en figure II.11 représentant les calibrations de fissuration lente du saphir et de la zircon, les deux courbes apparaissent bien séparées. Le module d'Young calculé pour la zircon étant inférieur à celui du saphir, la vitesse de fissuration lente de la zircon est inférieure à celle du saphir pour un niveau de chargement à G donné. Ce graphe $V-G$ représente bien les différences des cinétiques de fissuration lente lorsque nous comparons deux matériaux distincts.

Pour mieux comprendre ces dernières observations, l'influence des modules élastiques sur la prédiction de la fissuration lente est étudiée dans le paragraphe suivant.

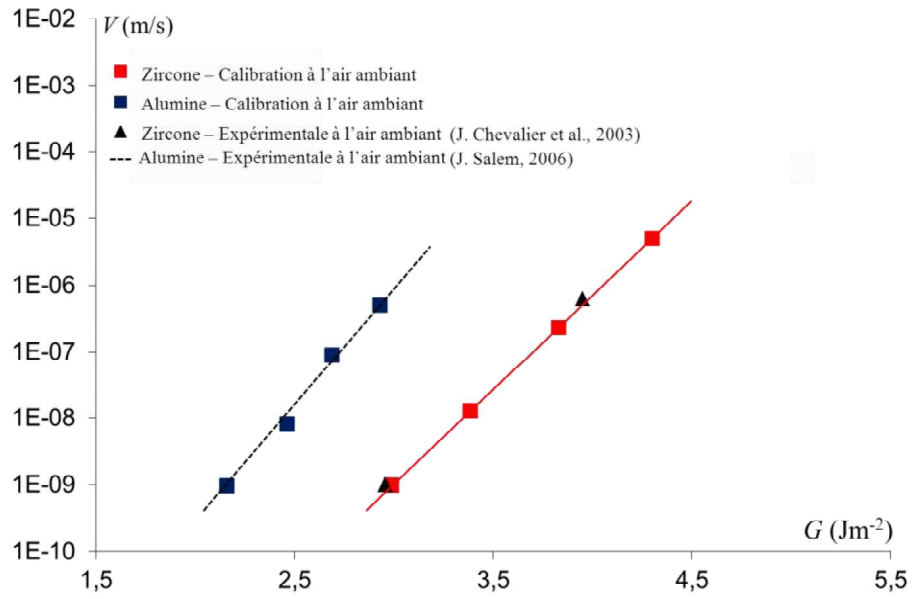


Figure II.11 Vitesse de fissuration V en fonction de taux de restitution G pour les monocristaux de zirconium et de saphir à l'air ambiant.

II.4.2. Influence de module d'Young E du monocristal sur la fissuration lente

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l'influence du module d'Young E sur la fissuration lente dans un monocristal supposé élastique et isotrope. Nous prenons le modèle de Small Scale Damage décrit en figure II.5, en gardant les paramètres du modèle cohésif correspondant à ceux identifiés pour l'énergie d'activation $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ (cf. Tableau II.3) pour la zircone. Nous présentons en figure II.12 les courbes $V-K_I$ de fissuration lente prédites en faisant varier le module d'Young E du milieu continu dans lequel les zones cohésives sont insérées le long du plan de symétrie de l'entaille. Nous prenons comme valeur de référence $E = 315\text{GPa}$ et nous en faisons varier cette valeur de $\pm 25\%$. Dans un diagramme $V-K_I$, nous observons qu'à mesure que E diminue, la vitesse de fissuration lente augmente pour un niveau de chargement donné K_I (cf. Figure II.12). Par contre, lorsque nous reportons la vitesse de fissuration lente V en fonction du niveau de chargement exprimé avec le taux de restitution d'énergie G (équivalent à une mesure du chargement par l'intégrale J , cf. Figure II.13), les courbes prédites pour les trois valeurs du module d'Young apparaissent confondues.

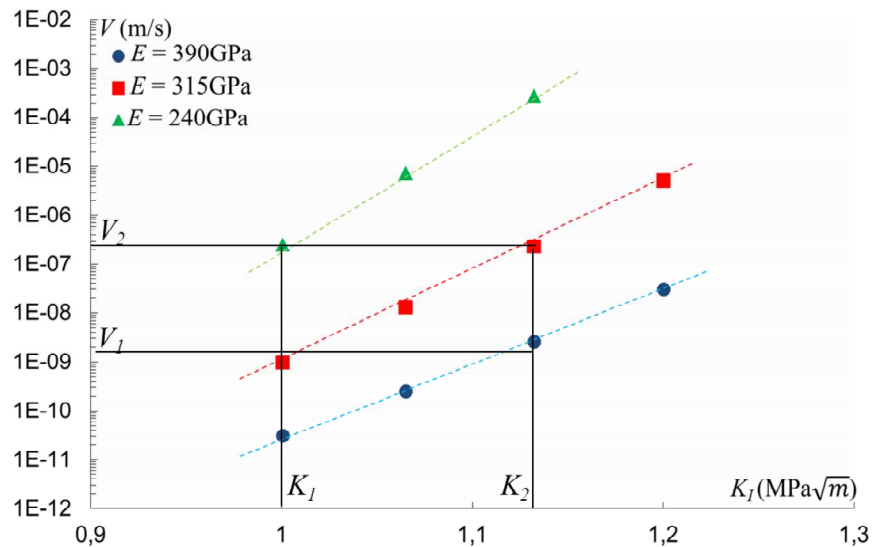


Figure II.12 Courbes $V-K_I$ représentant de l'influence de module d'Young E sur la vitesse de fissuration dans un monocristal isotrope.

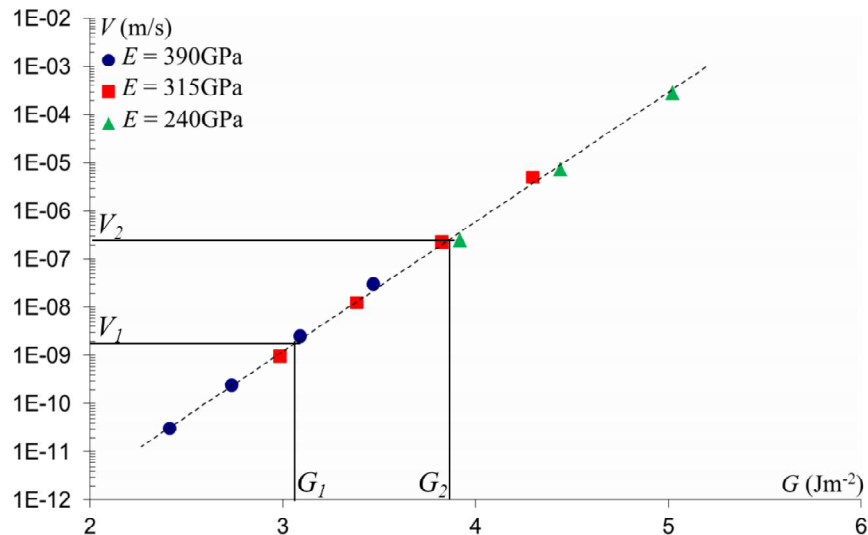


Figure II.13 Courbes V - G représentant de l'influence de module d'Young E sur la vitesse de fissuration dans un monocristal isotrope.

La dépendance des courbes V - K_I avec la valeur du module d'Young E du matériau est liée à la formulation viscoplastique adoptée pour le modèle cohésif ainsi qu'à la formulation du problème. Ceci est illustré avec le cas 1D présenté ci-dessous.

- **Cas 1D illustrant l'influence de module d'Young du matériau sur la cinétique de fissuration lente**

La figure II.14(a) représente le cas 1D considéré consistant en deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre. Deux types de chargements sont étudiés : (i) à force imposée et (ii) à déplacement imposé.

(i) Chargement à force imposée

La structure est soumise à une contrainte initiale Σ_0 , appliquée instantanément correspondant au déplacement $U_0^{(i)}$. Le bord inférieur est fixe et ne peut pas se déplacer suivant la direction verticale. Sur la figure II.14(b), nous présentons schématiquement les courbes force-déplacement associées pour deux valeurs du module d'Young E du matériau. Nous observons que pour un même niveau de charge en contrainte, l'énergie élastique emmagasinée par le matériau est plus grande avec E diminuant. Par conséquent, l'énergie disponible pour le processus de fissuration est plus grande et conduit à une vitesse de fissuration lente plus grande. Pour le même exemple, nous montrons sur la figure II.15(a) les courbes Traction-ouverture de la surface cohésive pour différentes valeurs du module d'Young E variant de $\pm 25\%$. Nous observons que l'aire sous la courbe représentant l'énergie nécessaire à la

création de deux surfaces libres et donc au taux de restitution d'énergie associé diminue avec E augmentant. Sur la figure II.15(b), nous reportons la traction moyenne $\langle \sigma_n \rangle$ nécessaire pour créer une fissure en fonction de Δ_n , ce qui correspond au profil traction-ouverture du modèle de Dugdale [19] pour les différentes valeurs de E considérées. Nous observons que la valeur de la traction moyenne $\langle \sigma_n \rangle$ nécessaire pour créer une fissure diminue en augmentant la valeur de E . Ceci implique une diminution de la cinétique d'ouverture $\dot{\delta}_n^c$ et par conséquent un temps de rupture $t_R = \Delta_n^{cr} / \dot{\delta}_n^c$ qui augmente lorsque le module d'Young augmente. La vitesse de propagation étant inversement proportionnelle au temps t_R nécessaire pour créer une fissure localement, celle-ci diminue avec E augmentant comme nous l'observons en figure II.12. Cette augmentation de la cinétique de fissuration avec E décroissant est observée lorsque la contrainte initiale appliquée est identique pour les différentes valeurs du module d'Young E .

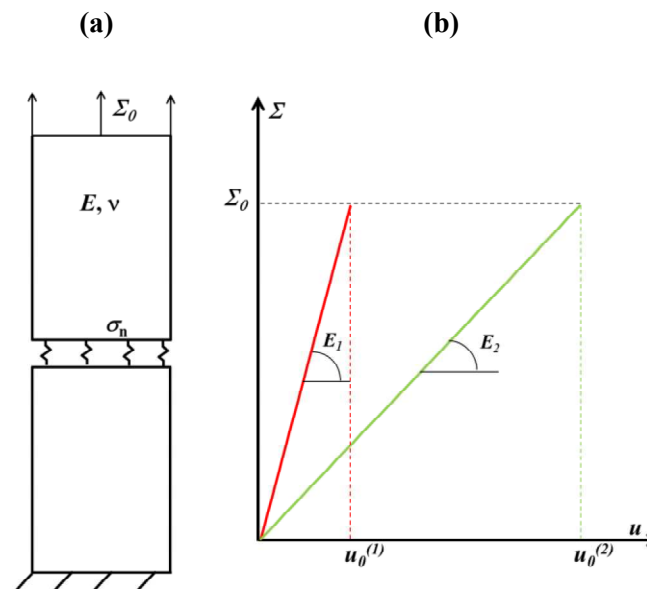


Figure II.14 (a) Description schématique du cas simple de deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre, soumise à un chargement de relaxation en appliquant une contrainte initiale, (b) courbe de la contrainte appliquée Σ en fonction du déplacement u pour deux valeurs de module d'Young du matériau.

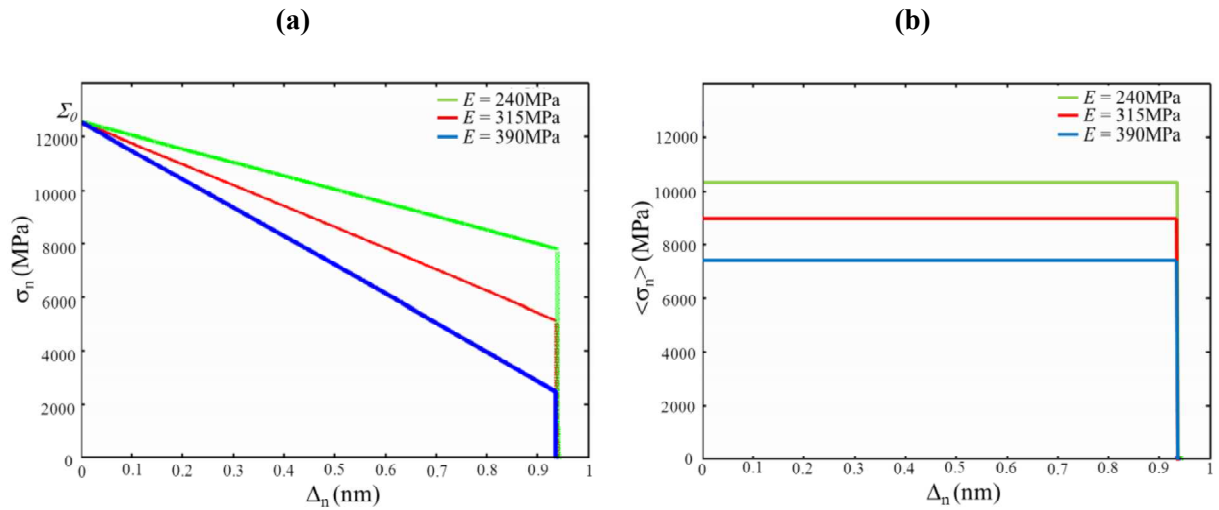


Figure II.15 (a) Courbes de la contrainte normale σ_n en fonction de l'ouverture normale Δ_n de la surface cohésive insérée entre les deux blocs élastiques isotropes soumis à un chargement de relaxation avec une contrainte initiale Σ identique pour les différentes valeurs de module d'Young E considérées, (b) Courbes de contrainte moyenne $\langle \sigma_n \rangle$ en fonction de déplacement Δ_n au niveau de la surface cohésive.

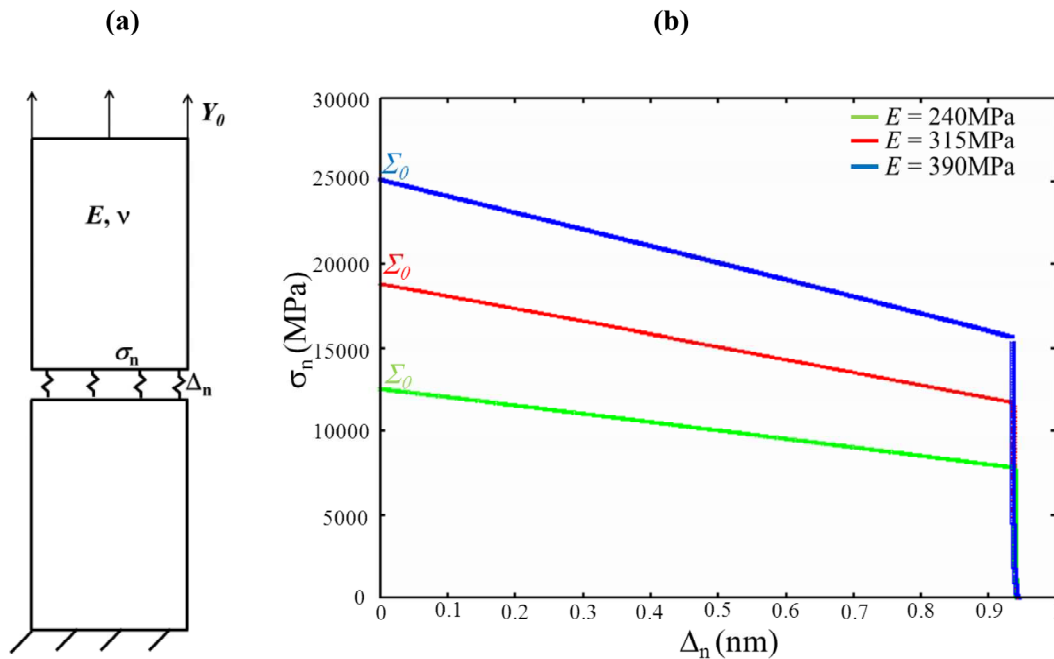


Figure II.16 (a) Description schématique du cas simple de deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre, soumise à un chargement de relaxation en appliquant un déplacement initial maintenu constant dans le temps, (b) Courbes de la contrainte normale σ_n en fonction de l'ouverture normale Δ_n de la surface cohésive pour les différentes valeurs de module d'Young E considérées.

(ii) Chargement à déplacement imposé

Sur la figure II.16(a), nous présentons le cas 1D étudié pour des conditions de relaxation consistant en l'application d'un même niveau du déplacement instantané Y_0 , maintenu constant dans le temps pour les différentes valeurs du module d'Young E considérées. Il en résulte un niveau de contrainte initiale Σ_0 augmentant avec E . Pour les différentes valeurs de E , la réponse de la zone cohésive est donnée par la courbe traction-ouverture présentée sur la figure II.16(b). Nous observons que la contrainte initiale appliquée σ_n et l'aire sous la courbe traction-ouverture correspondant au taux de restitution d'énergie G augmentent avec le module d'Young E . Par conséquent, la contrainte moyenne nécessaire pour créer une fissure augmente. Ceci implique une augmentation de la cinétique d'ouverture $\dot{\delta}_n^c$ et par conséquent diminution du temps de rupture t_R . Ainsi, une augmentation de la vitesse de fissuration avec le module d'Young E sera observée. Ces prédictions sont opposées à celles correspondant au cas (i) à force imposée.

- **Bilan et conclusion sur l'influence de module d'Young**

Dans la formulation du problème de small scale damage (cf. Figure II.5) et pour une valeur K_I du facteur d'intensité des contraintes donnée, le niveau de contrainte appliquée est indépendant de la valeur du module d'Young E . Ainsi, l'étude sera similaire à celle du cas 1D (i) consistant en l'application d'une force imposée et ainsi à un niveau de contrainte indépendant du module d'Young du matériau. Ceci implique une augmentation de la vitesse de fissuration pour une même valeur de chargement K_I . Or, le niveau du chargement autour de l'entaille est caractérisée par l'intégrale J et ici le taux de restitution d'énergie $G = \frac{K_I^2}{E'}$. Ce dernier augmente avec le module d'Young diminuant et conduit à une traction moyenne $\langle \sigma_n \rangle$ plus grande au niveau de la zone cohésive. Ce cas est illustré en figure II.15b. A mesure que le module d'Young diminue, le temps $t_R = \Delta_n^{cr} / \dot{\delta}_n^c$ pour créer une fissure localement diminue également. Dès lors, une accélération de la vitesse de fissuration lente pour K_I donné est observée. En d'autres termes, si nous considérons deux cristaux de module d'Young $E_1 < E_2$, l'avancement de la fissure pour une vitesse de fissuration V donnée nécessite respectivement un niveau de chargement $K_1 < K_2$ (cf. figure II.12). Or, ces niveaux de chargement correspondent à un même niveau de taux de restitution d'énergie $G = K_1^2/E_1' = K_2^2/E_2'$.

Par conséquent, bien que dans la littérature (par exemple dans l'ouvrage de B. Lawn [20]) la fissuration lente soit représentée avec des diagrammes $V-K_I$ ou $V-G$ sans justification précise, nous suggérons que la représentation $V-G$ est celle qui permet de rendre compte du comportement intrinsèque de fissuration lente. Le diagramme $V-G$ est préférable lorsque l'on souhaite comparer les caractéristiques de fissuration lente entre des matériaux distincts. En comparant les mesures et prédictions de fissuration lente du saphir et du monocristal de zircon en figure II.11, il apparaît

clairement que le saphir est davantage sensible à la fissuration lente que le monocristal de zircon. Cette observation est corroborée par la calibration du paramètre $\dot{\Delta}_0$ (cf. Tableau II.3 et II.4) qui est 1000 fois plus grand pour le saphir que pour le monocristal de zircon.

II.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons proposé un modèle cohésif capable de rendre compte du régime I de fissuration lente des céramiques, notamment de l'influence du niveau de chargement et du taux d'humidité. Le modèle cohésif que nous avons formulé ici est fondé sur les observations expérimentales et des analyses physiques et atomistiques disponibles dans la littérature. La formulation du mécanisme de réaction-rupture thermiquement activée reprend en partie l'analyse de Fett [3] mais ici, nous présentons un modèle cohésif représentant le mécanisme de fissuration lente. La vitesse de fissuration est calculée à partir d'une analyse de la propagation de fissure par éléments finis. La description du processus de réaction-rupture sous-jacent la fissuration lente est motivée par ces observations et analyses. D'autre part, l'utilisation d'une analyse locale basée sur une méthodologie de zones cohésives permet d'incorporer une longueur caractéristique intrinsèque Δ_n^{cf} dans l'analyse mécanique. Une telle description permettra d'analyser des effets d'échelle liés à la microstructure et notamment celui de la taille de grains dans un polycristal.

Par la suite, une calibration des paramètres du modèle cohésif pour la fissuration lente des monocristaux de zircon et de saphir est présentée à partir de simulations de fissuration lente dans des monocristaux de céramiques « isotropisés » et soumis à des essais « de fatigue statique » à partir de données expérimentales disponibles dans la littérature. Les résultats expérimentaux de fissuration lente reportés sur des diagrammes $V-K_I$ montrent un comportement analogue pour les deux monocristaux. Par contre, les résultats d'identification des paramètres cohésifs ne sont pas identiques, et la cinétique intrinsèque du saphir est supérieure à celle du monocristal de zircon (même K_I et environnement, température et concentration en eau) : la valeur de la vitesse d'ouverture caractéristique $\dot{\Delta}_0$ du modèle cohésif (2.8) du saphir est plus élevée que celle de la zircon. Cette différence est illustrée en reportant les résultats expérimentaux de fissuration lente des deux monocristaux dans des diagrammes $V-G$ (vitesse de fissuration V en fonction de taux de restitution d'énergie G). Nous observons des vitesses de fissurations plus élevées de saphir pour un niveau de taux de restitution d'énergie G donné.

Pour clarifier cette dernière observation, nous avons étudié l'influence de module d'Young E du matériau contenant la fissure sur la prédiction de la fissuration lente dans un monocristal de céramique en faisant varier sa valeur à propriétés cohésives identiques. Les prédictions de fissuration lente montrent qu'à mesure que E diminue, la vitesse de fissuration lente augmente pour un niveau de chargement donné K_I . Par contre, en reportant la vitesse de fissuration V en fonction du niveau de chargement exprimé avec le taux de restitution d'énergie G , les courbes $V-G$ des différentes valeurs de E apparaissent confondu. La dépendance apparente des courbes $V-K_I$ avec le module d'Young E a été illustrée par un cas 1D consistant en deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre, soumis à un chargement de relaxation. La variation du module d'Young E des

blocs continus montre une augmentation du temps de rupture t_R nécessaire pour créer une fissure localement et ainsi une diminution de la vitesse de fissuration avec le module d'Young E augmentant.

Bien que dans la littérature, la caractérisation de la fissuration lente soit représentée par des diagrammes $V-K_I$ ou $V-G$ [20], il semble préférable d'adopter une représentation $V-G$ lorsque nous souhaitons comparer deux matériaux distincts. Une telle représentation permet de montrer que le saphir résiste moins à la fissuration lente que la zircone. L'implication de cette observation sur la réponse des polycristaux de zircone ou d'alumine par projection plasma sera étudiée dans les chapitres 3 et 4 suivants.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] T.A. Michalske. and S.W. Freiman, «A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica,» *J. AM. Ceram. Soc.*, 66(4):284-288, 1983.
- [2] T. Zhu, J. Li, X. Lin and S. Yip «Stress dependent molecular pathway of silica-water reaction,» *J. Mech. Phys. Solids*, 53 :1957-1623, 2005.
- [3] T.Fett, «A fracture-mechanical theory of subcritical crack growth in ceramics,» *International Journal of fracture*, 54: 177-130, 1992
- [4] Romero de la Osa M., Estevez R., Chevalier J., Olagnon C., Charles Y., Vognoud L., Tallaron C. «Modelling of Environmentally Assisted Crack Growth in Ceramics,» *J. Mech. Adv. Mat. Struct.*, 16 :623-631, 2009.
- [5] Romero de la Osa M., Estevez R., Chevalier J., Olagnon C., Charles Y., Vognoud L., Tallaron C., «Cohesive zone model and slow crack growth in ceramic polycrystals,» *Int. J. Fract.*, pp. 158(2) :157-167, 2009.
- [6] Romero de la Osa M., Estevez R., Chevalier J., Olagnon C., Charles Y., Vognoud L., Tallaron C., «Cohesive zone model for intergranular slow crack growth in ceramics : influence of the process and the microstructure,» *Modell. Simul. Mat. Sci. Engng*, p. 10 :074009, 2011.
- [7] J.L Chaboche, F. Feyel and Y. Monerie, «Interface debonding models : a viscous regularization with a limited rate dependency,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 38, n°118, p. 3127-3160, 2001.
- [8] Y.F. Gao and A.F Bower, «A simple technique for avoiding convergence problems in finite element simulation of crack nucleation and growth on cohesive surfaces,» *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng*, p. 12 453, 2004.
- [9] Romero de la Osa M., «Modélisation de la fissuration lente d'une céramique technique de type ferrite,» thèse en sciences des matériaux, Lyon, 2009.

- [10] S.N. Zhurkov, «kinetic concept of the strength of solids,» *J. Fract. Mech.*, 1: 311-323, 1965.
- [11] J. F. Besseling and E. Van der Giessen. "Mathematical Modelling of Inelastic Deformation," London : Chapman & Hall, 1994.
- [12] R. Estevez, M.G.T. Tijssens, and E. Van der Giessen "Modelling the competition between shear yielding and crazing in glassy polymers," *J. Mech. Phys. Solids*, 48(12) :2585-2617, 2000.
- [13] M.G.A. Tijssens, E. Van der Giessen "Modelling crazing using a cohesive zone surface methodology," *Mech. Mater.*, 32 :19-35, 2000.
- [14] J.C. Nagtegaal, D.M. Parks and J.R. Rice "On numerically accurate finite element solutions in the fully plastic range," *Comp. Methods Appl. Mech. Eng.*, 4(2) :154-177, 1974
- [15] P P. Onck and E. Van der Giessen. "Microstructurally-based modelling of intergranular creep fracture using grain elements.," *Mech. Mater.*, 26 :109-126, 1997.
- [16] J. Chevalier and G. Fantozzi, «Slow Crack Propagation in Ceramics at the Nano- and Micro-scale : Effect of the Microstructure,» *Fracture Mechanics of Ceramics*, 14:173-190, 2005.
- [17] J. Salem, «Slow crack growth and fracture toughness of sapphire for the international space station and combustion facility,» *Technical report, Cleveland :NASA*, 2006.
- [18] R. P. Ingel and D Lewis., "Elastic Anisotropy in Zirconia Single Crystals," *J. Am. Soc.*, 74(4) 265-71, 1988.
- [19] D. Dugdale, "Yielding of steel sheets containing slits," *J. Mech. Phys. Sol.*, 8 :100-108, 1960.
- [20] B. Lawn, Fracture of brittle solids, 2nd Edition, *Cambridge Solid State Science Series*, 1993.

CHAPITRE III

FISSURATION LENTE, INTERGRANULAIRE, DU POLYCRISTAL DE CERAMIQUE

CHAPITRE III : FISSURATION LENTE, INTERGRANULAIRE, DU POLYCRISTAL DE CERAMIQUE

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté un modèle cohésif thermiquement activé, viscoplastique, capable de rendre compte de la fissuration lente de monocristaux de céramiques valide également pour la silice amorphe en « fatigue statique » pour un cas d'étude simple en mode I , avec un matériau élastique linéaire isotrope dont la fissure se propage le long du plan de symétrie de l'entaille.

Dans ce chapitre, nous exposons la description retenue pour simuler la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de céramique, correspondant également à la fissuration lente intergranulaire le long des joints de grains colonnaires à l'intérieur d'un splat dans un matériau élaboré par projection plasma. Nous débutons avec une description de la zone granulaire et du maillage utilisé pour modéliser la fissuration dans un polycristal en 2D. La fissuration intergranulaire est autorisée entre les grains du polycristal où des zones cohésives sont insérées. Les paramètres cohésifs identifiés pour le saphir et le monocristal de zirconium au chapitre 2 sont utilisés pour la fissuration intergranulaire. A défaut de données disponibles pour la fissuration dans un bicristal de céramiques, nous faisons l'hypothèse que les cinétiques de réaction-rupture identifiées pour les monocristaux sont comparables à celles observées lors de la rupture intergranulaire.

Dans la première partie, nous considérons des polycristaux constitués de grains élastiques linéaires isotropes, vierges de contraintes initiales afin d'évaluer l'influence de la tortuosité de la fissure et celui de la microstructure (taille de grain). Par la suite, nous étudions l'influence du module d'Young E effectif du matériau sur la vitesse de fissuration. Dans les résultats de fissuration lente relevés dans la littérature, les résultats sont présentés dans des graphes de vitesse de fissuration lente V vis-à-vis du

facteur d'intensité de contrainte K_I calculé à partir de la mesure de la charge ou bien vis-à-vis du taux de restitution d'énergie G mesuré à partir de la variation de complaisance au cours de la propagation. Comme dans le chapitre 2, nous verrons que ces deux représentations ne sont pas équivalentes pour caractériser la fissuration lente pour un mécanisme de rupture dépendant du temps et donc du niveau de chargement local. Une discussion des représentations appropriées sera présentée, selon que l'on compare le comportement en fissuration lente entre deux matériaux, ou pour un matériau donné lorsque ces modules effectifs varient.

Dans un second temps, l'influence de l'anisotropie des grains du polycristal de céramique sur la fissuration intergranulaire est étudiée en détails. Nous considérons alors des grains élastiques anisotropes et nous étudions la réponse en fatigue statique pour un polycristal de céramique sans contrainte initiale. Nous discutons l'influence de la contrainte seuil d'activation σ_n^0 sur la prédiction de chargement seuil de fissuration lente K_0 . Nous évaluons l'influence des contraintes résiduelles d'origine thermique issues de l'élaboration pour un polycristal de céramique frittée avec des coefficients de dilatation thermique anisotropes. Nous étudions, ensuite, l'influence de ces contraintes thermiques initiales sur la vitesse de propagation intergranulaire et sur le niveau de chargement seuil K_0 ainsi que l'influence de la taille de grains.

Enfin, nous prédisons la résistance à la fissuration lente sous chargement statique du polycristal d'alumine qui sera comparée au cas du polycristal du zircon.

Table des matières

III.1.	Modélisation en 2D de la fissuration lente d'un polycristal céramique	4
III.1.1.	Description du chargement, du maillage et des conditions limites	4
III.1.2.	Fissuration lente dans un polycristal isotrope à grains isotropes.....	6
III.1.3.	Influence des caractéristiques mécaniques (module d'Young E) du milieu continu homogène équivalent sur la fissuration lente	12
III.2.	Fissuration lente dans un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes.....	16
III.2.1.	Influence de la contrainte seuil de réaction-rupture sur la prédiction de la fissuration lente et du niveau de chargement seuil K_{ρ}	23
III.2.2.	Influence de la taille des grains sans contrainte thermique initiale	26
III.3.	Fissuration lente dans un polycristal de zircon anisotrope : prise en compte et influence des contraintes initiales d'origine thermique sur la fissuration lente	29
III.3.1.	Contraintes initiales d'origine thermique issues de l'élaboration.....	30
III.3.2.	Influence des contraintes initiales d'origine thermique sur la prédiction de la fissuration lente	32
III.3.3.	Influence de la taille des grains sur la fissuration lente	36
III.4.	Fissuration lente dans un polycristal d'alumine	40
III.5.	Résistance à la fissuration lente des polycristaux d'alumine et de zircon	44
III.6.	Conclusion.....	47
	Bibliographie.....	50

III.1. Modélisation en 2D de la fissuration lente d'un polycristal céramique

Dans cette partie, nous décrivons la méthodologie retenue afin de modéliser la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de céramique obtenue, par exemple, par frittage. Nous montrons que notre modèle de zone cohésive est capable de prédire le phénomène de fissuration lente intergranulaire reportée expérimentalement [1, 2].

III.1.1. Description du chargement, du maillage et des conditions limites

La fissuration intergranulaire dans un polycristal de céramique est représentée sous la forme d'un polycristal 2D composé des grains élastiques isotropes ou anisotropes d'orientations aléatoires et de diamètre d'environ un micron, sollicités sous l'hypothèse de déformation plane. Des zones cohésives autorisant la fissuration lente sont insérées le long des joints des grains pour simuler la fissuration intergranulaire. Une zone granulaire est insérée dans un matériau continu homogène équivalent. Un matériau contenant une pré-entaille débouchant dans la zone granulaire est considéré (cf. Figure III.1). Les lèvres de la fissure sont libres de contrainte. Le champ de déplacement correspondant à la zone dominée par la singularité en K est appliqué le long du contour, autorisant un endommagement confiné dans la zone granulaire. La zone granulaire est 1/100 la taille du volume du matériau équivalent. Nous qualifions un tel chargement de « Small Scale Damage ».

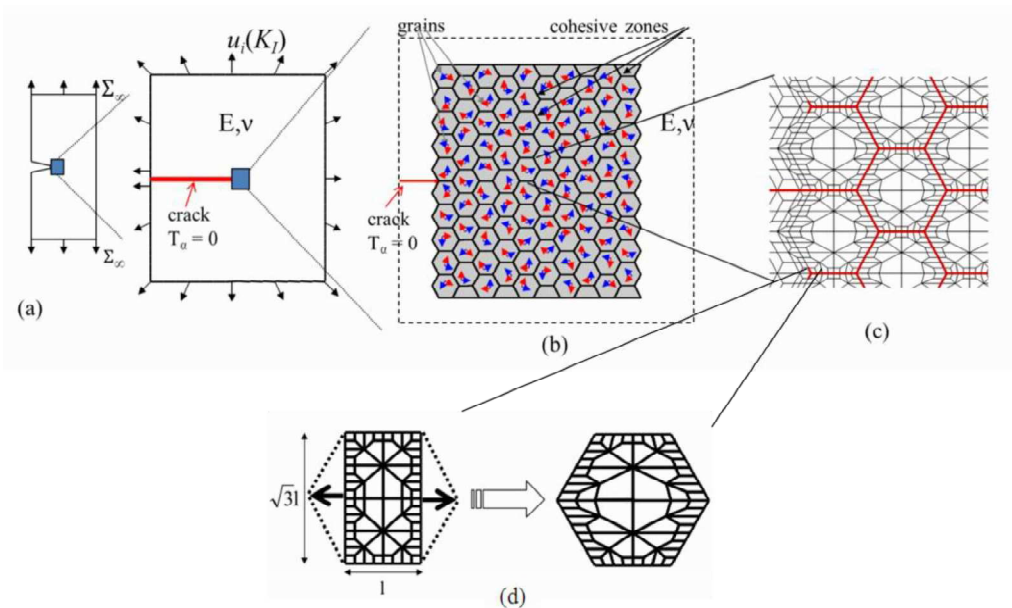


Figure III.1 (a), (b) Représentation schématique de la configuration utilisée pour modéliser la fissuration au sein d'un polycristal, (c) Maillage utilisé pour la zone granulaire, (d) processus de génération du grain hexagonal résultant après la déformation du rectangle initial.

Les grains sont représentés par des hexagones permettant de générer de manière simple un polycristal 2D et la zone granulaire correspondante. Dans le cas de polycristal anisotrope, une désorientation aléatoire de grain à grain est considérée avec un angle de désorientation θ vis-à-vis de l'horizontale distribué aléatoirement entre 0 et 2π . Des éléments cohésifs de 50nm de longueur sont insérés le long des joints de grains. La longueur des éléments cohésifs le long des joints de grains est identique pour tous les cas étudiés. La zone granulaire est insérée dans un milieu continu, homogène et équivalent à la réponse mécanique du polycristal. Ses propriétés effectives sont élastiques, linéaires et isotropes. Le long du contour extérieur (cf. Figure III.1), le champ de déplacement issu de la mécanique élastique linéaire de la rupture correspondant au champ de déplacement sous l'hypothèse de déformation plane est appliqué :

$$u_x = 2(1 + \nu) \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta}{2} \right)^2 \right] \quad , \quad (3.1)$$

$$u_y = 2(1 + \nu) \frac{K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta}{2} \right)^2 \right] \quad , \quad (3.2)$$

avec K_I le facteur d'intensité des contraintes, u_x et u_y les composantes de déplacement imposées dans un repère cartésien. La pointe de la fissure débouchant sur la zone granulaire est prise comme origine, r définit la distance entre un point et le fond de cette entaille initiale, θ est l'angle par rapport à l'horizontale.

Avec la loi de comportement du matériau élastique linéaire et la relation traction-ouverture, la forme incrémentale du principe des travaux virtuels gouvernant le problème s'écrit :

$$\int_V \overset{\nabla}{\boldsymbol{\tau}} \cdot \delta \dot{\boldsymbol{\eta}} dV + \int_{Scz} \sigma_\alpha \cdot \delta \dot{\Delta}_\alpha dS = \int_{\partial V} \mathbf{T} \delta \dot{\mathbf{u}} dS \quad , \quad (3.3)$$

où V est le volume considéré et ∂V son pourtour, Scz l'ensemble des zones cohésives considérées. L'indice $\alpha=n$ ou t correspond aux composantes normales et tangentiels dans la formulation cohésive.

L'expression $\overset{\nabla}{\boldsymbol{\tau}} = \tau^{ij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$ correspond au deuxième tenseur de contraintes de Piola-Kirchhoff, \mathbf{T} est le vecteur des forces externes appliquées, $\dot{\boldsymbol{\eta}} = \eta_{i,j} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$ et $\dot{\mathbf{u}}$ sont le tenseur de déformation et le champ de déplacement dans la configuration Lagrangienne initiale.

III.1.2. Fissuration lente dans un polycristal à grains isotropes

Dans cette partie, le comportement des grains dans la zone granulaire entourant le polycristal discrétisé est considéré élastique linéaire isotrope, leurs propriétés élastiques sont identiques au continuum homogène équivalent. Les paramètres du modèle cohésif identifiés au chapitre 2, pour le cas du monocristal de zircon isotrope sont considérés pour le polycristal. Ces paramètres sont rappelés en tableau Tableau III.1 pour l'énergie d'activation $U_0 = 160\text{kJ/mol}$.

Dans le travail de Zhu et al. [3], la contrainte de rupture d'une liaison iono-covalente σ^{cr} indique un niveau de chargement minimum d'environ 30% de σ^{cr} pour que le mécanisme de fissuration lente étudié soit énergétiquement favorable. Nous assimilons la contrainte à rupture σ^{cr} à la contrainte athermique $\sigma_c = U_0/\beta$ (cf. Eq. 2.8) et nous considérons plus généralement une contrainte normale seuil σ_n^0 variant entre 0 et 30% de σ_c , correspondant à un niveau de chargement minimum pour lequel le mécanisme de réaction-rupture (2.8) soit activé. Dans un premier temps, nous fixons $\sigma_n^0 = 4\%\sigma_c$, puis nous étudions l'influence de ce choix.

Nous commençons par une étude de la fissuration lente dans le polycristal de céramique constitué de grains dont le comportement est élastique isotrope et vierge de toute contrainte initiale. La microstructure analysée possède une taille de grains $\phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et une zone granulaire de (8×8) grains.

Nous appliquons un chargement instantané en imposant une vitesse de chargement \dot{K}_I très grande jusqu'à la valeur cible K_I pour un temps suffisamment faible, en pratique $\dot{K}_I = 10^{300}\text{MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ pendant le temps $t = K_I/\dot{K}_I$, pour que l'ouverture dans cette phase soit inférieure à 1% de la valeur critique Δ_n^{cr} . Dès que la valeur cible de K_I est atteinte, ce niveau de chargement est maintenu constant dans le temps de telle sorte que l'accommodation du chargement par fissuration intergranulaire et la relaxation sont permis. Sur la figure III.2, nous avons reporté la répartition de la composante de contrainte σ_{yy} à différents instants au cours de propagation de la fissure pour un niveau de chargement $K_I = 1.26\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La pointe de la fissure correspond à l'endroit où la concentration de la contrainte est observée.

Sur la figure III.3, nous présentons la trajectoire de fissuration (X - Y) des éléments rompus au cours de relaxation. Nous observons que la fissure se propage d'abord sur une face horizontale. Un chargement symétrique est imposé au point triple où la bifurcation de la fissure est forcée. La rupture sur les faces obliques au-dessus et en dessous du plan de symétrie de l'entaille ne sont pas simultanées ce qui conduit à préférer une trajectoire, aléatoirement vers le haut ou vers le bas (vers le haut en Figure III.3). Dès lors, la propagation de la fissure se poursuit dans cette direction.

Zone cohésive	$\dot{\Delta}_0$ (mm/s)	A^c (K/MPa)	σ_c (MPa)	Δ_n^{cr} (mm)
$U_0 = 160\text{kJ/mol}$	3.2×10^{11}	2	9615	1×10^{-6}

Tableau III.1 Paramètres du modèle cohésif pour la fissuration lente utilisé pour le polycristal de céramique (zircone).

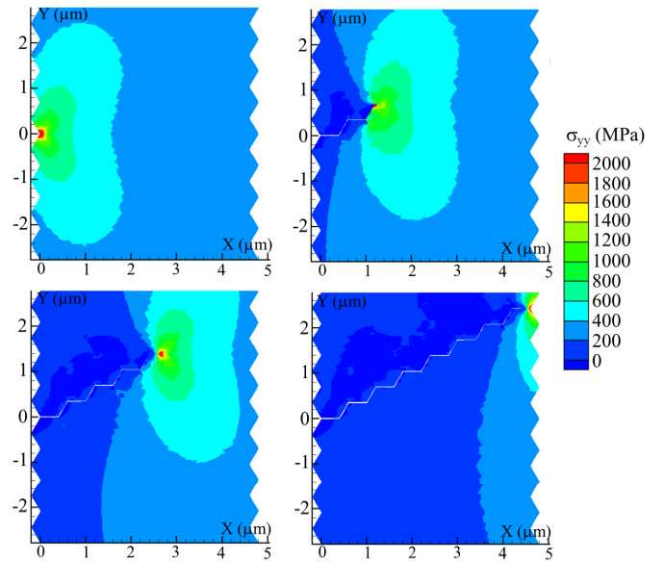


Figure III.2 Répartition de la composante de contrainte σ_{yy} (MPa) au cours de la propagation de la fissure au sein d'un polycristal de céramique isotrope pour un niveau de chargement $K_I = 1.26\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

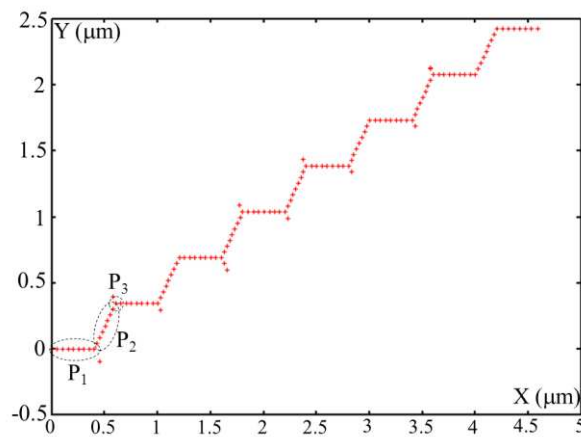


Figure III.3 Chemin de fissuration pour le polycristal de céramique isotrope avec $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. L'avancée de la fissure se fait en trois phases. P1 se correspond à l'avancée de la fissure le long du joint de grain horizontal, P2 le long du joint de grain oblique et P3 est le point triple où la vitesse de propagation se ralentit notablement.

La figure III.4 montre la propagation de la fissure au cours de temps (graphe $X-t$), où nous reportons la variation de l'abscisse de la fissure au cours du temps pour différents niveaux de chargement. À partir de la pente moyenne des graphes $X-t$, nous calculons la vitesse de fissuration V associée à un chargement appliqué K_I . Les simulations pour différents niveaux de chargement permettent d'estimer les vitesses de fissuration associées et d'évaluer la courbe caractéristique de fissuration lente $V-K_I$ pour le polycristal. Les vitesses de fissuration prédites sont présentées sur la figure III.5 où elles sont comparées aux vitesses de propagation correspondantes du monocristal.

Sur la figure III.5, nous observons que la résistance à la fissuration lente du polycristal isotrope est meilleure que celle du monocristal. La tortuosité seule ne permet pas d'expliquer le décalage de la courbe $V-K_I$ d'un facteur de deux. Après analyse, il s'avère que l'avancée de la fissure (l'abscisse X de la pointe de la fissure) est discontinue dans le temps t (cf. Figure III.4). Nous pouvons distinguer alors trois phases correspondant à la propagation de la fissure. La phase P1 où la fissure se propage le long de faces horizontales des joints de grains, c'est la phase la plus rapide du fait du positionnement du joint perpendiculairement à la direction de chargement. Ensuite la vitesse d'avancée de la fissure est plus lente en phase P2 lorsque la fissure se propage le long de faces inclinées. Lors du changement du plan de fissuration entre les phases P1 et P2, la contrainte normale σ_n sur les joints de grains diminue avec une répartition de la charge sur les trois faces du point triple. Il en résulte une diminution de la cinétique d'endommagement δ_n^c (σ_n) et une augmentation du temps de rupture $t_R = \frac{\Delta \sigma^R}{\delta_n^c}$ qui conduit à un ralentissement de la vitesse de propagation. Finalement, lorsque la fissure atteint le point triple situé entre la face oblique vers la face horizontale, un « temps d'incubation » notable apparaît avant la poursuite de la propagation. Cette phase de propagation est notée P3. L'apparition de la phase P3 est associée à une différence entre les cinétiques d'endommagement δ_n^c observées le long des joints inclinés et celles des zones cohésives situées sur les joints de grain horizontaux à proximité du point triple. La fissure se propage le long de la face inclinée en régime P2 jusqu'au voisinage du point triple où la contrainte normale sur la face inclinée diminue. A cet instant, la contrainte normale sur la face horizontale voisine est suffisante pour engendrer une rupture locale, en avant du fond de fissure positionné encore sur la face inclinée. Il en résulte une relaxation de la contrainte σ_n et donc une diminution notable de la cinétique d'endommagement. Ce processus de fissuration intergranulaire et en particulier le ralentissement observé lors de la transition entre fissuration sur une face oblique vers une face horizontale est responsable de l'accroissement dans la résistance à la fissuration du polycristal vis-à-vis du monocristal. Ce n'est pas la tortuosité de la fissure se propageant qui est responsable de la différence entre les courbes $V-K_I$ du monocristal et du polycristal mais la cinétique de fissuration gouvernée par la variation de la contrainte normale σ_n au cours du trajet de propagation.

En diminuant le niveau de chargement à des valeurs aussi petites que $K_I = 0.79 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, la fissure se propage le long de la zone granulaire avec une vitesse de propagation de l'ordre $4 \times 10^{-16} \text{m/s}$. En

continuant à diminuer le niveau de chargement, pour $K_I = 0.63\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, nous observons un arrêt prématuré de fissuration lente après l'amorçage de sa propagation le long de P1-P2 pour le polycristal constitué de grains isotropes. Ainsi, nous pourrions approximer le niveau du seuil de chargement seuil K_0 ($0.63\text{MPa}\sqrt{\text{m}} \leq K_0 < 0.79\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) au-dessous duquel il n'y a plus propagation de fissure. La trajectoire de la fissure bloquée est présentée sur la figure III.6. C'est lors de la phase P3 au niveau du point triple que la fissure a été arrêtée. Au cours de la relaxation des contraintes dues au chargement mécanique appliqué, tous les éléments cohésifs ont un niveau de contrainte σ_n inférieure à σ_n^0 et le processus de réaction-rupture n'est plus actif, stoppant l'avancée de la fissure. Ceci souligne au moins que, pour un polycristal isotrope, l'état du matériau au niveau du point triple joue un rôle important dans la résistance à la propagation par la diminution de sa cinétique de réaction-rupture, mais également l'arrêt de la fissure pour des petites valeurs de chargement après l'amorçage de la propagation. Nous évaluerons par la suite l'influence de la contrainte seuil σ_n^0 dans les prédictions de fissuration lente et notamment sur le niveau de chargement seuil K_0 . Dans le paragraphe suivant nous examinons l'influence de modules élastiques du milieu homogène équivalent sur la prédiction de fissuration lente.

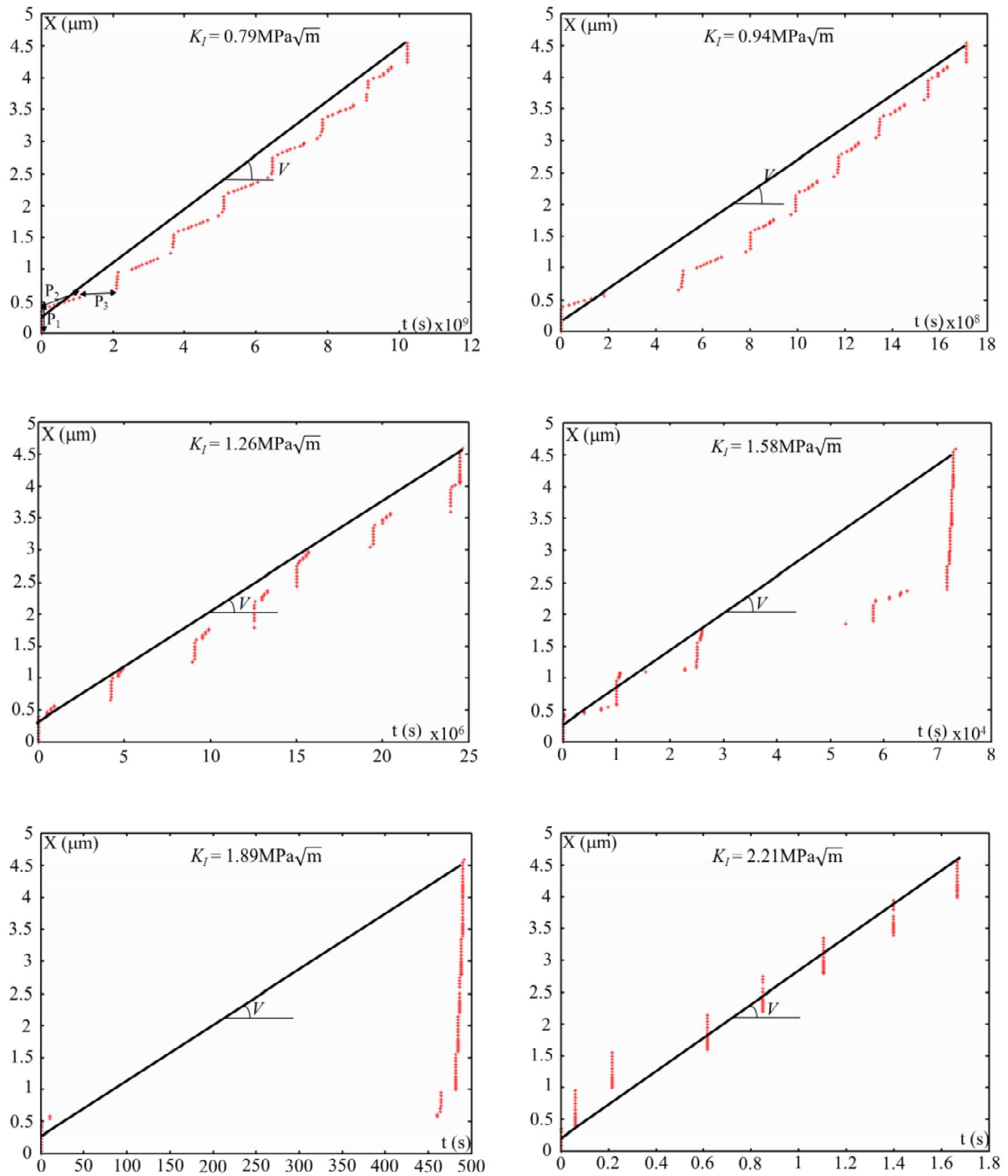


Figure III.4 Propagation de la fissure au cours du temps pour le polycristal constitué de grains isotropes avec $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ pour différentes valeurs de K_I .

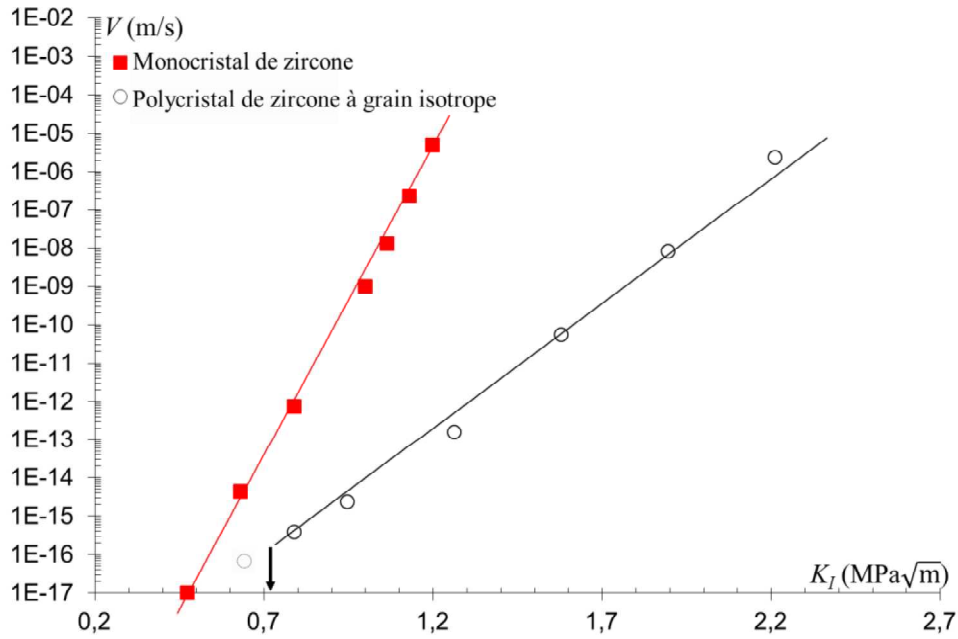


Figure III.5 Courbes V - K_I pour un polycristal avec des grains élastiques isotropes et un monocristal. L'origine du renforcement du polycristal est lié à l'existence des points triples qui constituent de barrières microstructurales à la propagation de la fissure.

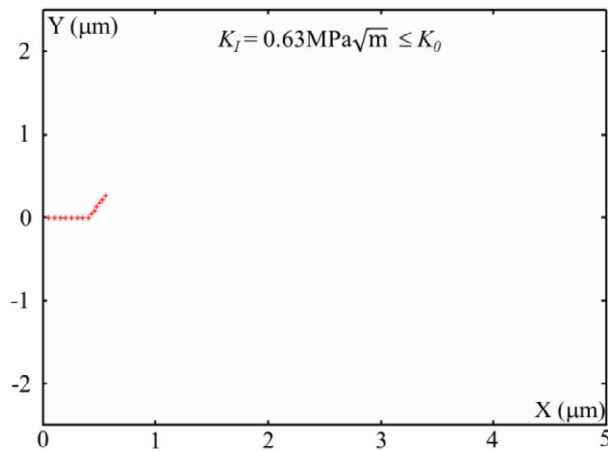


Figure III.6 Chemin de fissure et arrêt dès que la phase P3 est atteint pour un polycristal constitué de grains isotropes avec $\Phi_G = 0,8\mu m$. La fissure s'arrête après amorçage de sa propagation au niveau du point triple pour un chargement seuil $K_I = 0,63 MPa\sqrt{m} \leq K_0$, K_0 étant le chargement seuil au-dessous duquel il n'y a plus propagation de la fissure.

III.1.3. Influence des caractéristiques mécaniques (module d'Young E) du milieu continu homogène équivalent sur la fissuration lente

Dans cette partie, nous étudions l'influence des propriétés élastiques (en fait le module d'Young) du milieu homogène équivalent au polycristal sur les prédictions de fissuration lente. La zone granulaire est constituée de grains élastiques linéaires isotropes. La fissuration intergranulaire est autorisée. Les paramètres cohésifs du tableau III.1 sont utilisés. Ici, il s'agit d'évaluer comment une variation des propriétés mécaniques du milieu homogène équivalent, due à la présence des pores ou de fissuration diffuse peut influencer la fissuration lente.

Dès lors, nous considérons la configuration de référence avec un module du milieu homogène équivalent $E^{iso} = 315\text{GPa}$ considérée dans le paragraphe précédent III.1.2, comparée à la configuration avec un module du milieu équivalent $E^{iso} = 240\text{GPa}$. Les maillages utilisés, le nombre de grains de la cellule granulaire, la taille des grains $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$, ainsi que les paramètres de la zone cohésive sont identiques pour les deux configurations étudiées. Nous appliquons les mêmes niveaux de chargement en termes de K_I correspondant à un essai de fatigue statique et nous analysons l'accommodation du chargement par fissuration intergranulaire.

Le chemin de fissuration obtenu avec un module du milieu homogène équivalent pour $E^{iso} = 240\text{GPa}$ est présenté sur la figure III.7a. Les profils d'avancée de la fissure observés avec le milieu homogène équivalent $E^{iso} = 315\text{GPa}$ et $E^{iso} = 240\text{GPa}$ sont analogues. Également, les valeurs de chargement seuil K_0 prédites sont comparables avec un arrêt après amorçage au niveau de la transition entre P2 et P3 (cf. Figure III.7(b) et III.6).

Pour chaque cellule granulaire entourée d'un milieu homogène équivalent dont le module d'Young vaut 315GPa ou 240GPa, nous reportons les vitesses de propagation en fonction des chargements appliqués en termes de K_I sur la figure III.8. Pour un même niveau de chargement en terme de facteur d'intensité de contrainte K_I , nous observons un accroissement de la vitesse de propagation dans le polycristal avec le module d'Young diminuant. Nous observons également que la pente des courbes $V-K_I$ est affectée par le choix du module d'Young. Autrement dit, nous constatons un accroissement de la résistance à la fissuration lente avec l'augmentation du module d'Young E du milieu homogène équivalent. Cette observation est analogue à celle observée dans le cas du monocristal présentée au paragraphe II.4.2.

Avec l'exemple présenté en figure III.9, nous pouvons illustrer l'influence du module d'Young global, correspondant au milieu homogénéisé à la fissuration en se ramenant à un cas 1D. Ceci consiste en deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre. La structure est soumise à un chargement de relaxation. A force donnée (K_I donné), l'énergie élastique emmagasinée par le matériau est plus grande avec E diminuant (cf. Figure III.9). Dès lors, l'énergie disponible pour

le processus de fissuration est plus grande. Pour un même niveau du chargement K_I , le chargement autour de l'entaille représenté par J et le taux de restitution d'énergie G augmente avec le module d'Young diminuant. Dès lors, les surfaces cohésives subissent un chargement plus important ce qui conduit à un accroissement de la vitesse de fissuration lente, comme observé en figure III.8.

Le facteur d'intensité de contrainte est estimé à partir d'une mesure de la force, pour une longueur d'entaille et géométrie données. En changeant le module élastique du matériau, nous changeons implicitement l'énergie disponible pour la fissuration, ce qui est pris en compte en caractérisant le chargement avec le taux de restitution d'énergie. En traçant l'évolution de la fissuration lente non pas en $V-K_I$ mais en $V-G$ (cf. Figure III.10), les prédictions de fissuration lente sont gouvernées par les paramètres de la zone cohésive, ceux-ci étant identiques, les deux prédictions de fissuration lente sont confondues. Dès lors, si nous devons tenir compte des propriétés élastiques du milieu homogène équivalent ou bien si nous comparons la réponse en fissuration lente de deux matériaux distincts, il est préférable de tracer les courbes $V-G$ et non $V-K_I$.

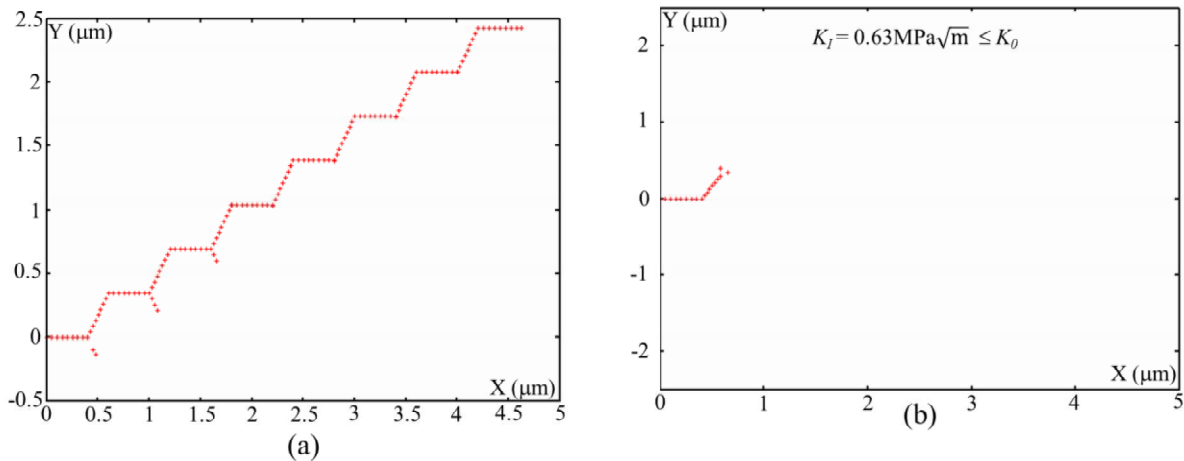


Figure III.7 (a) Chemin de fissuration pour la cellule granulaire constituée de grains élastiques immergées dans un milieu homogène équivalent dont le module d'Young $E^{iso} = 240 \text{ MPa}$ et $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$, (b) Chemin de fissure bloquée pour le niveau de chargement $K_I = 0.64 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \leq K_0$ dans un polycristal isotrope avec un module d'Young $E = 240 \text{ MPa}$.

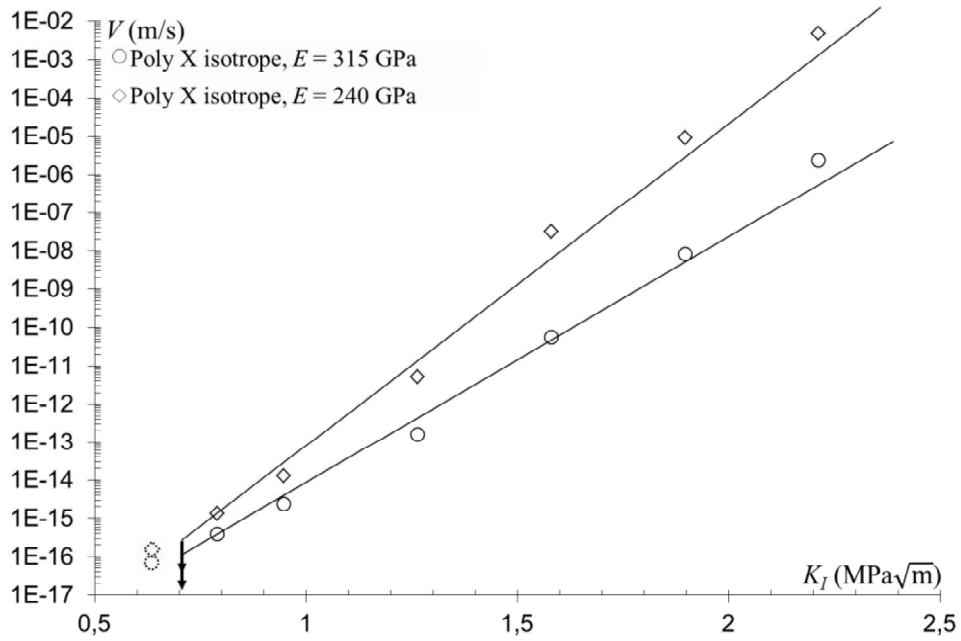


Figure III.8 Courbes V - K_I et influence du module d'Young E du milieu homogène entourant la zone granulaire sur la vitesse de fissuration dans un polycristal isotrope.

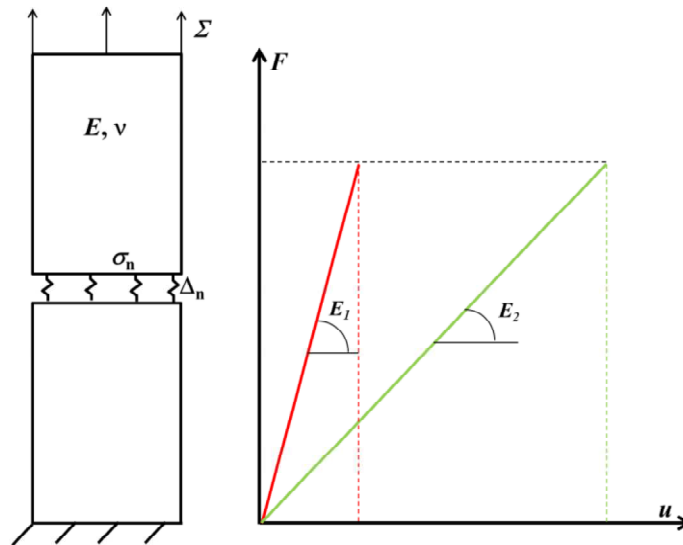


Figure III.9 Description schématique du cas simple de deux blocs élastiques linéaires isotropes contenant une zone cohésive au centre, soumise à un chargement de relaxation en imposant une force constante. L'énergie emmagasinée par le matériau est plus grande avec E diminuant.

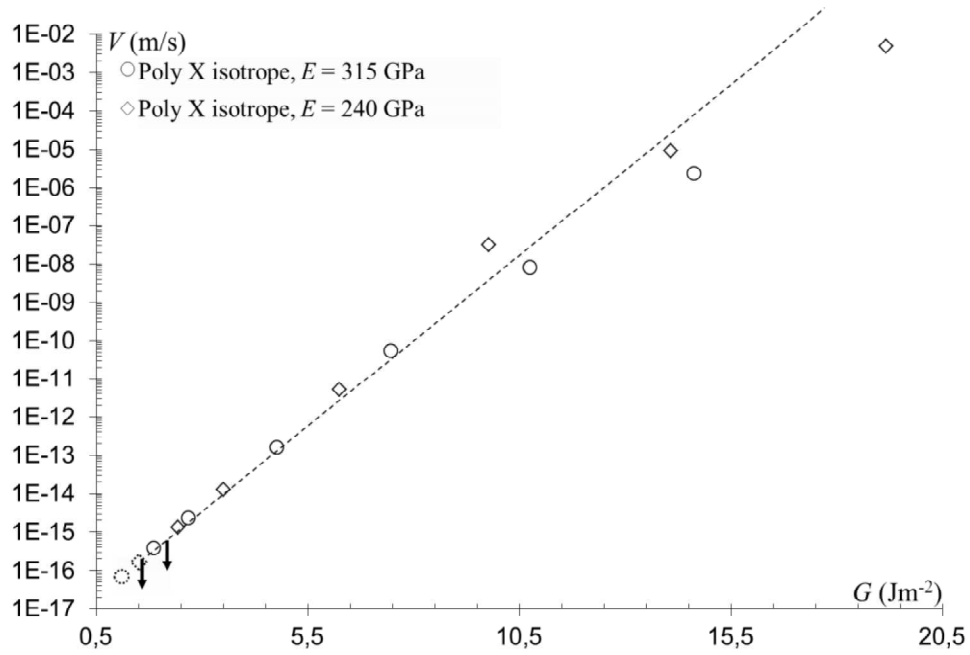


Figure III.10 Courbes V - G et influence du module d'Young E du milieu homogène entourant la zone granulaire sur la vitesse de fissuration dans un polycristal à grains isotropes.

III.2. Fissuration lente dans un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de l'anisotropie des modules élastiques des grains sur le comportement en fissuration lente des polycristaux de céramique à grains anisotropes. Dans un premier temps, le polycristal est considéré vierge de contraintes initiales. Nous considérons la configuration de la cellule granulaire constituée de grains anisotropes entourée d'un milieu homogène équivalent et les conditions de chargement pour la fissuration lente présentés au paragraphe III.1.1. La zone granulaire est constituée de grains élastiques anisotropes avec une symétrie cubique (propriétés identiques dans les trois directions orthogonales aux plans de symétrie, qui réduit le nombre de composantes indépendantes du tenseur des modules élastiques à trois) représentatif d'un polycristal de zircon. Les propriétés mécaniques des grains sont celles décrites au paragraphe II.3.1 du chapitre 2 et reportées dans le tableau II.2 ($E = 396\text{GPa}$, $\nu = 0.18$ et $G = 64\text{GPa}$). Nous définissons le facteur d'anisotropie $a_c = \frac{L_{11}-L_{22}}{2L_{44}}$; $a_c = 1$ si les modules élastiques du matériau sont isotropes, dans le cas de la zircon $a_c = 2.62$. La désorientation aléatoire de grain à grain est considérée par un angle de désorientation θ vis-à-vis de l'horizontale distribué entre 0 et 2π .

Pour le milieu homogène équivalent élastique isotrope dans lequel la zone granulaire est insérée, nous lui attribuons des propriétés isotropisées en prenant les parties sphériques et déviatoriques du tenseur des modules élastiques des grains anisotropes (Doghri et Ouair [4]). Les détails du calcul des modules élastiques sont donnés au paragraphe II.3.1 du chapitre 2. Pour la zircon, nous obtenons $E^{iso} = 315\text{GPa}$ et $\nu^{iso} = 0.24$ pour le continuum continu homogène élastique isotrope entourant la zone granulaire. Les propriétés des éléments cohésifs sont celles identifiées pour le monocristal de zircon avec $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ (cf. Tableau III.1). Nous considérons, tout d'abord, un seuil d'endommagement $\sigma_n^0 \approx 4\% \times \sigma_c$ avec $\sigma_c = U_0/\beta = 9615\text{MPa}$, qui conduit à $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$. La microstructure considérée ici est constituée de 64 grains (8×8) dont la taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Par la suite, nous étudierons l'influence de la taille de grain dans la résistance à la fissuration lente.

Nous imposons un chargement de fatigue statique avec l'application «instantanée» d'un niveau de chargement K_I . Sur la figure III.11, nous reportons la répartition de la composante σ_{yy} de contrainte à différents instants au cours de propagation de la fissure pour un niveau de chargement $K_I = 1.89\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. A chaque instant, la pointe de la fissure est identifiable comme étant l'endroit où le gradient des contraintes est le plus important. Le chemin suivi par la fissure dépend de la désorientation locale de grain à grain. C'est la répartition locale de la contrainte normale le long des surfaces cohésives détermine la direction de la fissure. La figure III.11 montre une trajectoire tortueuse

de la fissure. La fissure est d'abord descendante le long de cinq grains puis ascendante, mais l'orientation moyenne de propagation est horizontale, comme attendue pour un chargement en mode I .

Sur la figure III.12, nous présentons les chemins de fissuration (X - Y) pour différents niveaux de chargement. Pour un niveau de chargement donné, l'avancée de la fissure (l'abscisse de la pointe de la fissure) est discontinue au cours du temps t . Les avancées de la fissure au cours du temps (X - t) pour les niveaux de chargements considérés sont présentées dans la figure III.13. Le processus d'avancée de la fissure X au cours du temps t est similaire à celui observé pour le polycristal isotrope où les phases P1, P2 et P3 sont observées. De même, nous observons un arrêt de fissuration pour un niveau de chargement $K_0 = 0.63\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ dont la trajectoire de fissuration bloquée dès la première phase P3 rencontrée après son amorçage est présentée sur la figure III.15a.

Afin d'étudier l'influence de distributions d'orientation des grains dans la zone granulaire dans la prédiction de fissuration lente, nous réalisons des simulations pour un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes avec une seconde distribution d'orientation. Les vitesses de fissuration prédites pour les deux distributions d'orientation considérées sont présentées dans un graphe V - K_I sur la figure III.16. Nous avons également reporté la courbe V - K_I correspondant au monocristal et celle du polycristal constitué de grain élastique isotrope considéré au paragraphe III.1.2. Nous observons des vitesses comparables pour les deux distributions d'orientation de polycristal de zircon anisotrope. Egalement, nous prédisons une valeur identique du seuil de fissuration lente K_0 pour les deux distributions où la fissure s'arrête après son amorçage en phase P3. Les chemins de fissurations arrêtés sont présentés sur la figure III.15.

Bien qu'une certaine variation de la vitesse de fissuration V soit observée pour un même niveau de chargement en fonction de la distribution d'orientation des grains utilisée dans nos calculs, les courbes V - K_I du polycristal anisotrope apparaissent proches de celle obtenue pour le polycristal isotrope. En effet, la vitesse de fissuration moyenne sera directement liée au temps d'incubation pour passer les points triples et dépend notablement de la désorientation de grain à grain dans la zone granulaire. De ce fait, l'anisotropie mécanique seule détermine le chemin de fissuration sans trop affecter les vitesses de propagation, la direction de propagation moyenne est horizontale dans le cas des polycristaux anisotropes alors que ce n'est pas le cas pour les polycristaux isotropes.

Les résultats de simulation sont comparés à des résultats expérimentaux publiés par Chevalier et Fantozzi (2005) [5], correspondantes à des zircons stabilisés à l'Yttrium et élaborées par frittage (cf. Figure III.16). Même si la pente de la courbe V - K_I estimée pour le polycristal est comparable aux résultats expérimentaux, nous estimons des cinétiques de fissuration plus grande que celles reportées par Chevalier et Fantozzi [5], pour des tailles de grains comparables. L'origine de cet écart peut provenir de notre simulation 2D qui a priori force la fissuration lente d'avantage que dans une

configuration 3D. Il faut noter également que les contraintes initiales d'origine thermique ne sont pas prises en compte à ce stade. Dans le paragraphe suivant, nous étudions l'influence de seuil d'activation du mécanisme de réaction rupture σ_n^0 sur les prédictions de fissuration lente.

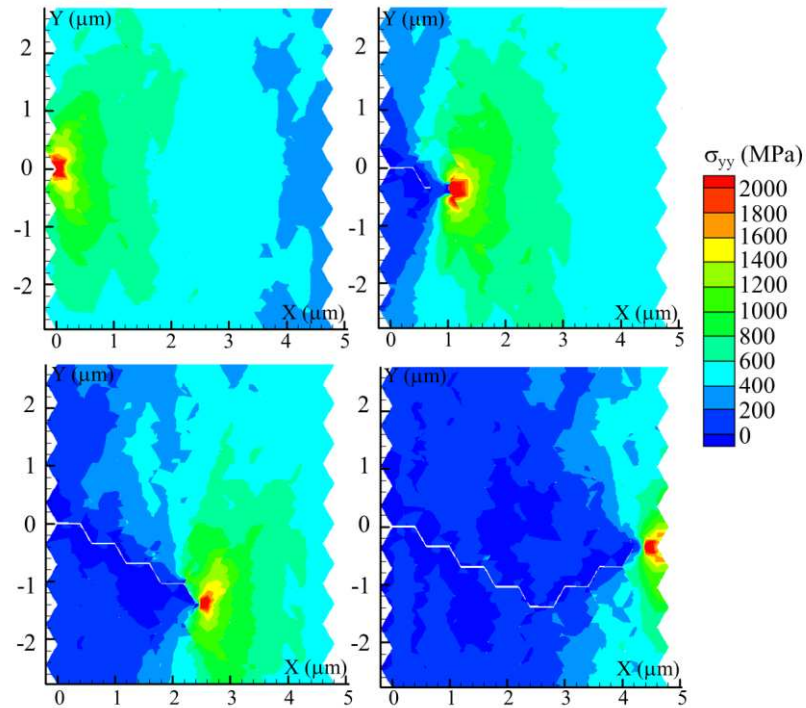


Figure III.11 Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) de contrainte au cours de la propagation de la fissure au sein d'un polycristal constitué de grains élastiques anisotrope et vierge de contrainte initiale pour un chargement

$$K_I = 1.89 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}.$$

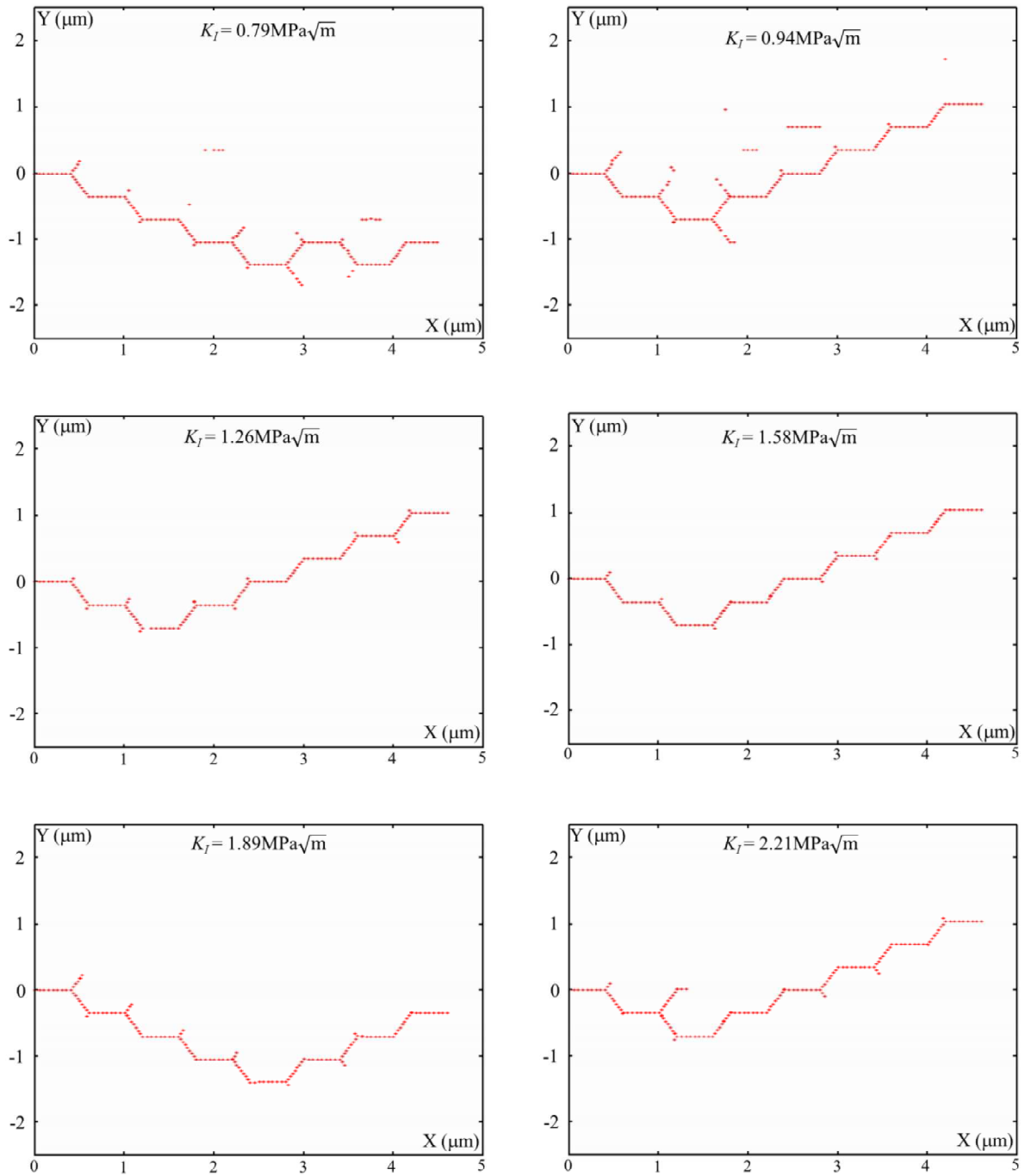


Figure III.12 Chemins de fissurations obtenus pour un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes sans contrainte initiale avec $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ pour différentes valeurs de K_I .

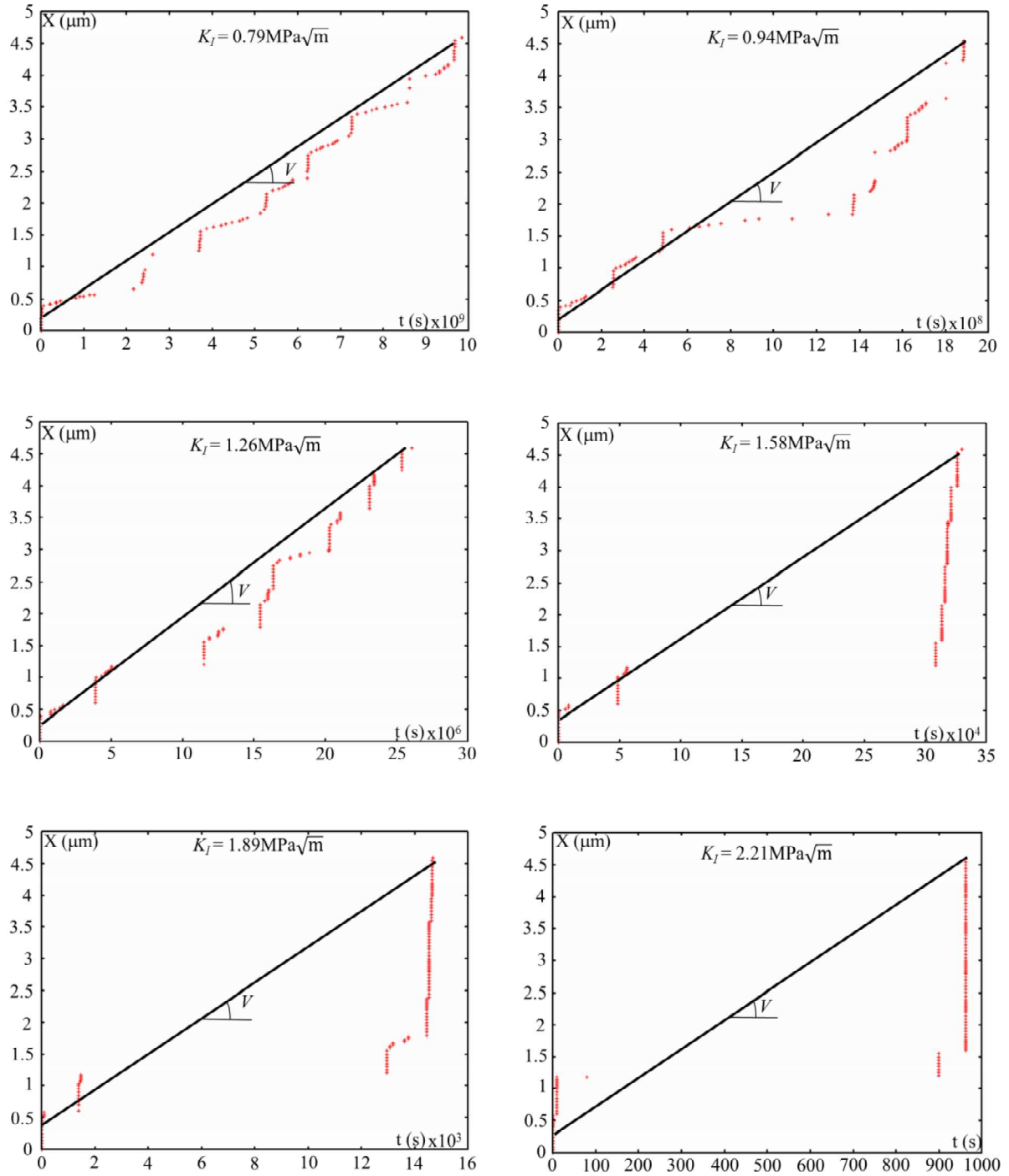


Figure III.13 Propagation de la fissure au cours du temps pour un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes sans contrainte initiale avec $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ pour différentes valeurs de K_I , pour la distribution d'orientation (distr1).

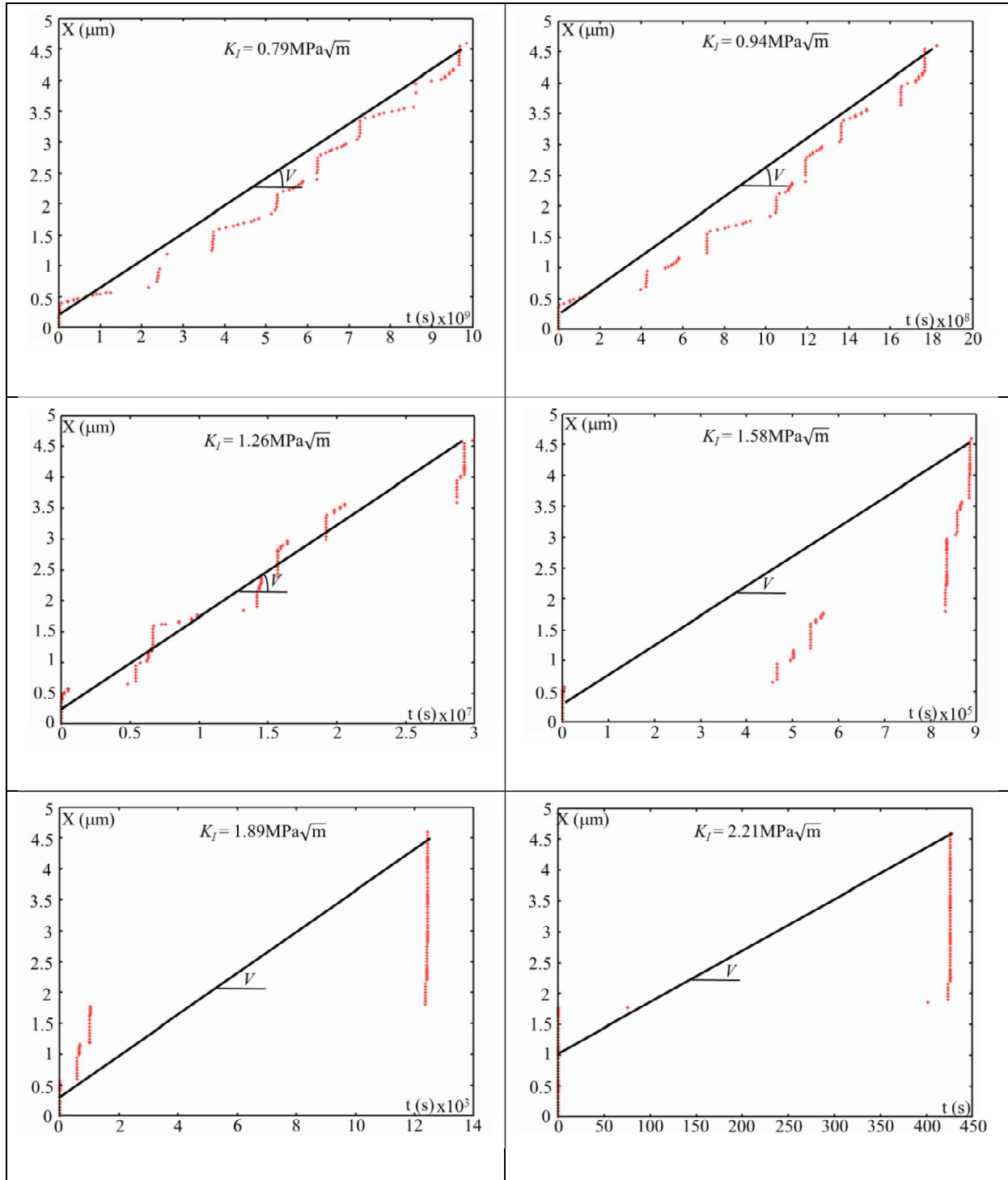


Figure III.14 Propagation de la fissure au cours du temps pour un polycristal constitué de grains élastiques anisotropes sans contrainte initiale avec $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ pour différentes valeurs de K_I pour la distribution d'orientation (distr2).

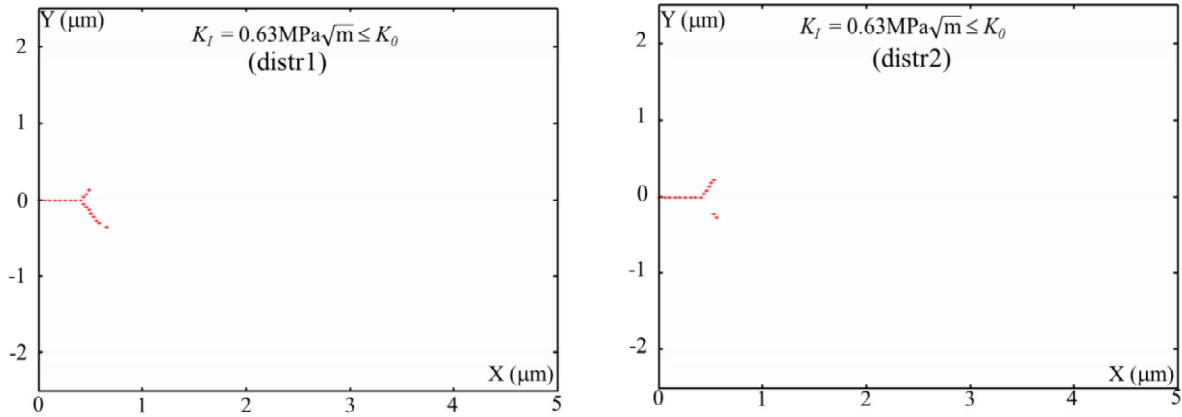


Figure III.15 Chemins de fissure et arrêt dès que la phase P3 est atteinte dans les polycristaux constitués de grains élastiques anisotropes vierges de contrainte initiale avec $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ au niveau de chargement $K_I = 0.63\text{MPa}\sqrt{\text{m}} \leq K_0$ pour les deux distributions d'orientation considérées.

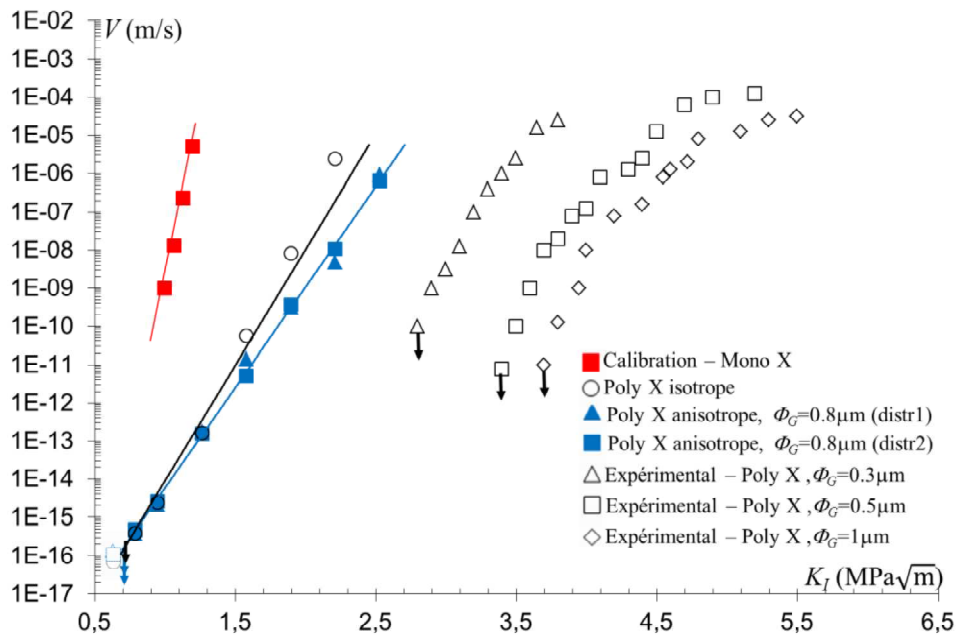


Figure III.16 Courbes V - K_I de fissuration lente avec la calibration des paramètres cohésifs de la zirconie, le polycristal de zirconie isotrope, le polycristal constitué de grains élastiques anisotropes vierge de contrainte initiale avec $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ avec deux distributions d'orientation de grains différentes et les résultats expérimentaux de propagation pour différentes tailles de grains [5].

III.2.1. Influence de la contrainte seuil du réaction-rupture sur la prédiction de la fissuration lente et du niveau de chargement seuil K_0

Les résultats présentés dans ce paragraphe examinent l'influence de la contrainte seuil σ_n^0 correspondant à l'amorçage de mécanisme de réaction-rupture de fissuration lente. Selon Zhu et al. [3], la valeur de la contrainte seuil de réaction-rupture σ_n^0 varie entre 0 et 30% de la contrainte à rupture σ^{cf} observée lors d'une sollicitation monotone, que nous assimilons à la contrainte athermique $\sigma_c = U_0/\beta$ (cf. Eq. 2.8). Afin de pouvoir comparer les simulations pour différentes valeurs de σ_n^0 , nous comparons les prédictions de fissuration lente en faisant varier la valeur de la contrainte seuil, $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$, 900MPa , 1150MPa et 1900MPa , ces valeurs correspondant à 4%, 9%, 12% et 20% de la contrainte athermique σ_c dont la valeur est 9615MPa .

Nous considérons des zones granulaires identiques de (8×8) grains avec une désorientation de grain à grain identique, seule la valeur de σ_n^0 est changée. Pour tous ces cas, nous avons calculé les vitesses de propagation pour chaque niveau de chargement K_I appliqué. Les résultats sont reportés dans des graphes $V-K_I$ pour deux distributions d'orientation différentes (cf. Figure III.17). Nous observons pour les deux distributions d'orientation de grains que les comportements à fissuration lente sont proches, la pente du régime I des courbes $V-K_I$ est indépendante du choix de σ_n^0 . Cependant, σ_n^0 influence la prédiction du seuil de chargement K_0 au-dessous duquel il n'y a pas propagation de la fissure. Dans tous les cas, l'arrêt prématuré de la fissure est observé dès que le premier obstacle microstructural P3 est atteint.

Pour le cas avec $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$, nous estimons un seuil de fissuration lente $0.63\text{MPa}\sqrt{\text{m}} \leq K_0 < 0.79\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. En augmentant la valeur de seuil d'amorçage de mécanisme de réaction rupture σ_n^0 , un arrêt de la fissure est observé au niveau de chargement $K_I = 0.9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $1.1\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ et 1150MPa respectivement. En continuant d'augmenter la valeur de σ_n^0 , K_0 augmente aussi pour atteindre un niveau entre $1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $1.73\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$ (cf. Figure III.17).

Pour les différentes valeurs de σ_n^0 , nous observons un arrêt de fissuration lente après l'amorçage de sa propagation (cf. Figure III.18). C'est lors de la phase P3 au niveau du point triple que la fissure a été stoppée. Ceci est associé à la désorientation cristallographique de grain à grain qui conduit à une réduction de la contrainte normale le long des joints de grains suffisante pour avoir σ_n inférieur à σ_n^0 et l'arrêt de la fissure. Au cours de la relaxation des contraintes dues au chargement mécanique appliqué, si tous les éléments cohésifs ont un niveau de contrainte σ_n inférieur à σ_n^0 le processus de réaction-rupture n'est plus actif. Ces résultats montrent qu'en augmentant la contrainte seuil σ_n^0 , un seuil de fissuration lente peut apparaître pour des vitesses de propagation de l'ordre 10^{-14} à 10^{-11}m/s . Avec ces

seuls ingrédients, le seuil de fissuration lente prédit K_0 est voisin de $1.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 \approx 20\% \times \sigma_c$, σ_c étant la contrainte athermique issue de la calibration de la zone cohésive.

Les seuils K_0 observés ici sont directement proportionnels à la valeur adoptée pour le seuil σ_n^0 déclenchant le mécanisme de réaction rupture.

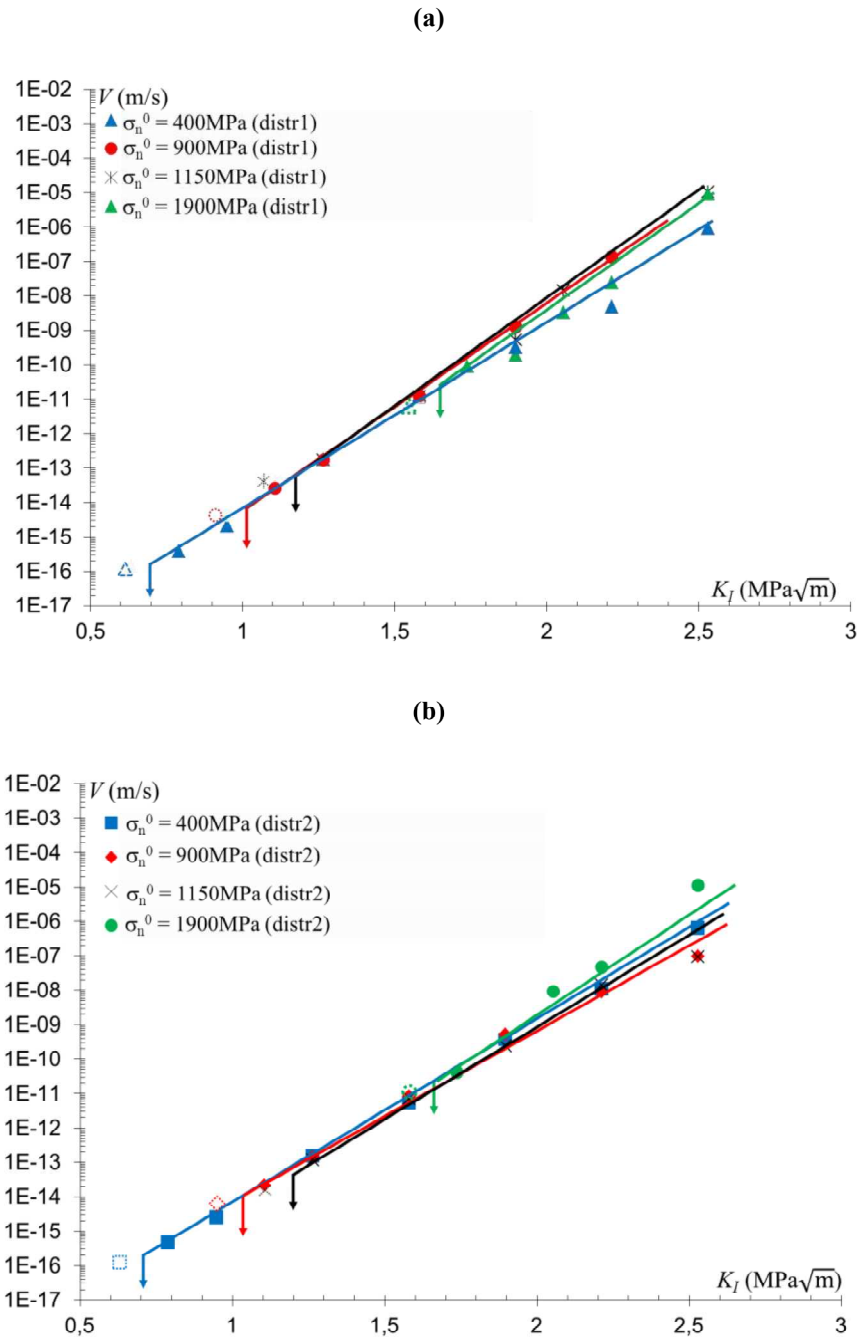


Figure III.17 Influence de la contrainte seuil σ_n^0 sur la prédiction de fissuration lente dans un polycristal de zircon pour deux distributions de contraintes différentes. Les flèches verticales indiquent le seuil de fissuration lente K_0 pour les différentes valeurs de σ_n^0 . Le seuil de fissuration lente K_0 augmente avec le seuil d'endommagement σ_n^0 .

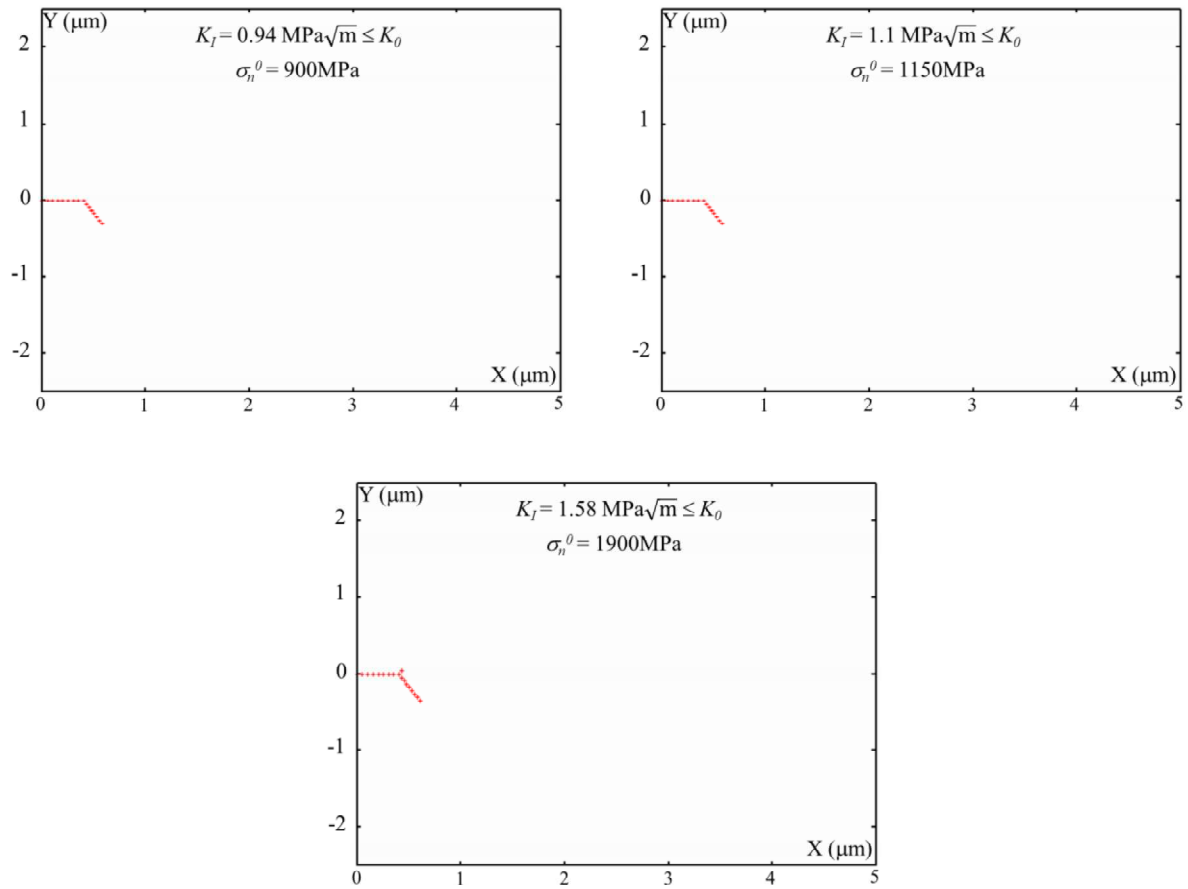


Figure III.18 Propagation et arrêt de la fissure pour un polycristal de zirconium avec $\phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ et pour $\sigma_n^0 = 900 \text{ MPa}$, 1150 MPa et 1900 MPa correspondant à 4%, 9%, 12% et 20% de la contrainte athermique σ_c .

III.2.2. Influence de la taille des grains sans contrainte thermique initiale

Dans le paragraphe précédent, nous avons étudié l'influence de l'anisotropie mécanique des grains de la cellule granulaire sur la prédiction de la fissuration lente. Une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ a été considérée. Afin d'estimer l'influence de la taille des grains, nous considérons dans ce paragraphe une cellule granulaire avec une taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ qui sera comparée aux cas de la zone granulaire avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ ayant le même nombre de grains et dont la distribution de grain à grain est identique. Egalement, nous gardons la même longueur des éléments cohésifs. Dans un premier temps, nous considérons une contrainte d'activation de la réaction-rupture $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ correspondant à 9%, de la contrainte athermique σ_c .

Sur la figure III.19, nous présentons les graphes représentant la trajectoire de la fissure $X-Y$ et d'avancée de la fissure au cours du temps $X-t$, pour les deux cellules granulaires considérées et pour un niveau de chargement $K_I = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Nous observons un chemin de propagation de la fissure identique pour les deux tailles de grain considérées, avec une direction de propagation moyenne horizontale. De plus, nous observons que l'avancée de la fissure au cours du temps a le même profil pour les deux tailles de grains. La phase P3 est le mécanisme de résistance à la fissuration pour les deux cas où les temps d'incubation les plus longs apparaissent pour les mêmes points triples. Une légère augmentation de temps d'incubation avec la taille de grain peut être signalée, par contre les vitesses de fissuration moyennes sont comparables pour les deux cas. Pour différents niveaux de chargements K_I appliqués, nous reportons les résultats de simulations obtenus pour les deux tailles de grain considérées dans un graphe $V-K_I$ (cf. Figure III.20) où nous insérons également les résultats de simulations obtenus pour une contrainte seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$ correspondant à 20% de la contrainte athermique σ_c .

Pour les deux tailles de grains considérées $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$, les courbes $V-K_I$ obtenues apparaissent confondues et les seuils de chargement K_0 sont identiques (double flèche en figure III.20). Un arrêt de la fissure après l'amorçage de sa propagation est observé pour un chargement seuil de fissuration $K_I = 0.94\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $K_I = 1.73\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ et 1900MPa respectivement. Sur la figure III.21, nous présentons les trajectoires des fissures lorsqu'un arrêt est observé pour le cas de la zone granulaire de taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ où la fissure s'arrête après son amorçage au niveau de la phase P3.

Sans contrainte initiale d'origine thermique, il ne peut pas y avoir d'influence de la microstructure dans la mesure où la répartition des contraintes, dépend de l'anisotropie et de la désorientation de grain à grain mais pas de leur taille. Par contre, ceci n'est pas en accord avec les observations expérimentales reportées dans la littérature (cf. Figure I.10) qui montrent une meilleure résistance à la fissuration lente avec l'augmentation de la taille de grain. Ainsi, l'anisotropie mécanique seule ne

suffit pas afin de rendre compte de l'influence de la taille de grain observée expérimentalement. Dans le paragraphe suivant, nous évaluons l'influence des contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration sur le comportement à la fissuration lente des polycristaux de céramiques.

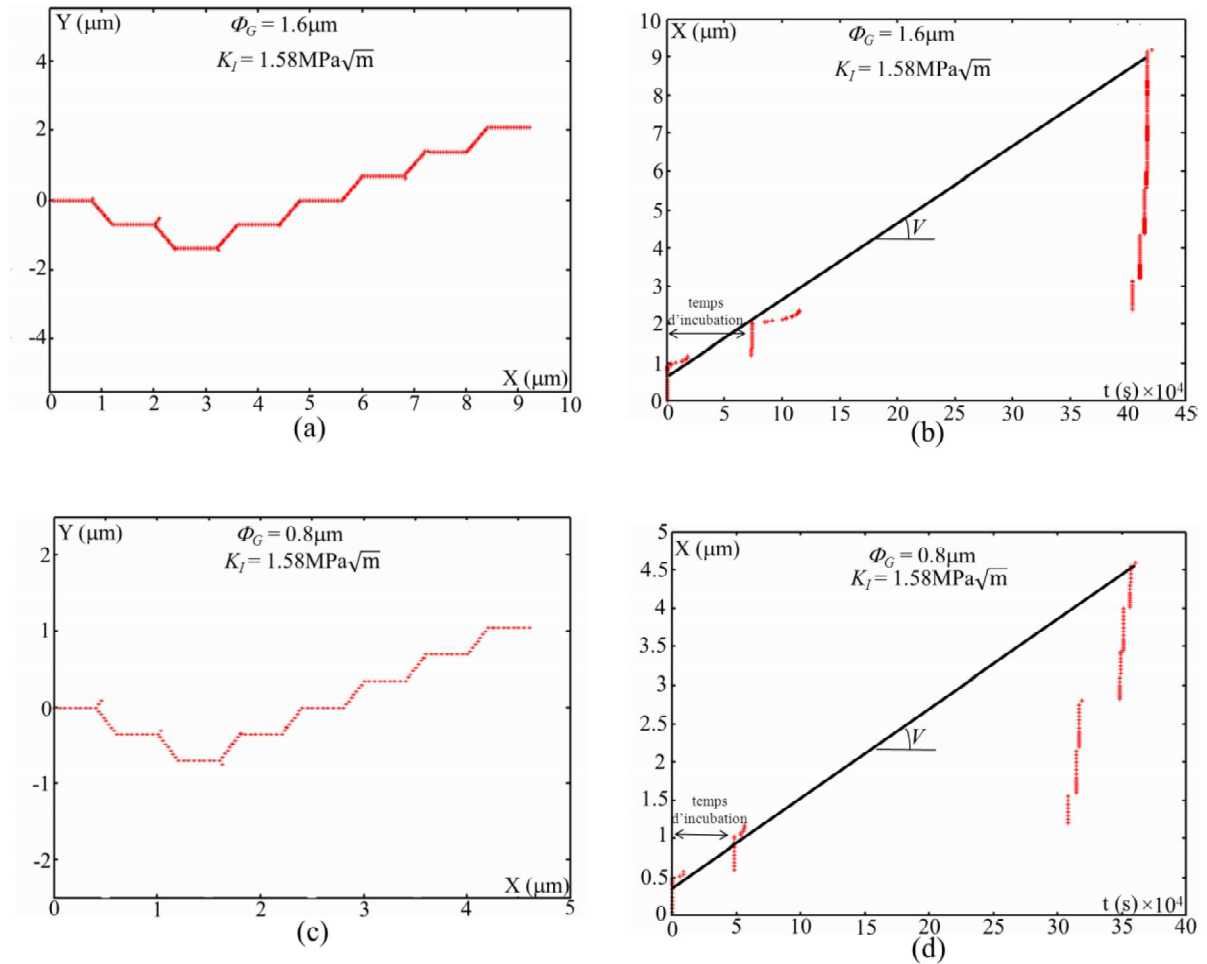


Figure III.19 Graphes $X-t$ et $X-Y$ pour une zone granulaire composée de (8×8) grains de taille variable sous un niveau de chargement $K_I = 1.58 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. (a), (b) pour une taille de grain $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ et (c), (d) pour une taille de grain $\Phi_G = 1.6 \mu\text{m}$. Le chemin de fissuration et l'avancée de la fissure au cours de temps sont identiques pour les deux tailles de grain considérées.

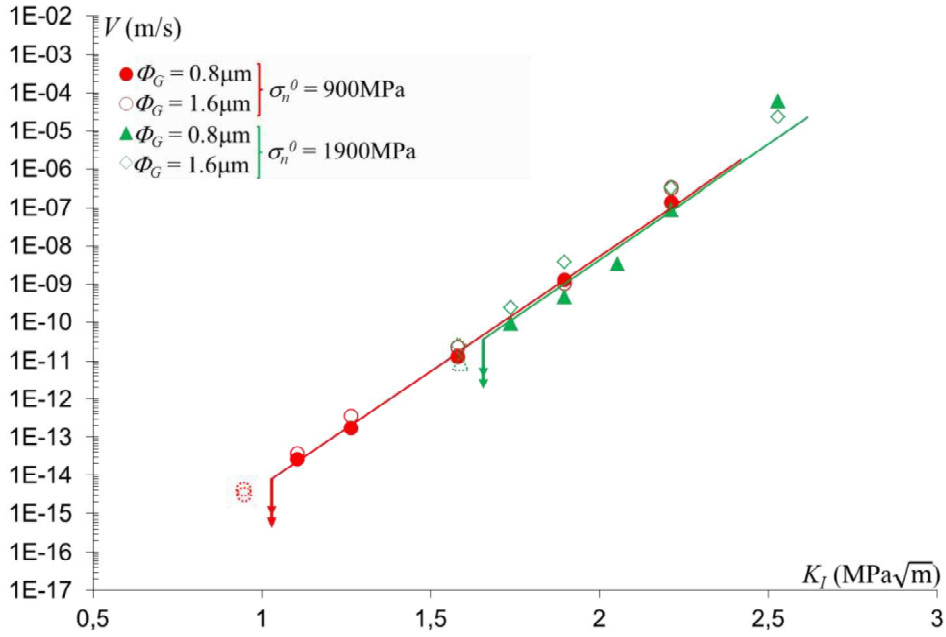


Figure III.20 Influence de la taille des grains sur la prédiction de la fissuration lente dans un polycristal de céramique composé de grains anisotropes sans contraintes thermiques initiales. Les courbes V - K_I prédites pour les deux tailles de grain considérées 0.8 μm et 1.6 μm sont similaires.

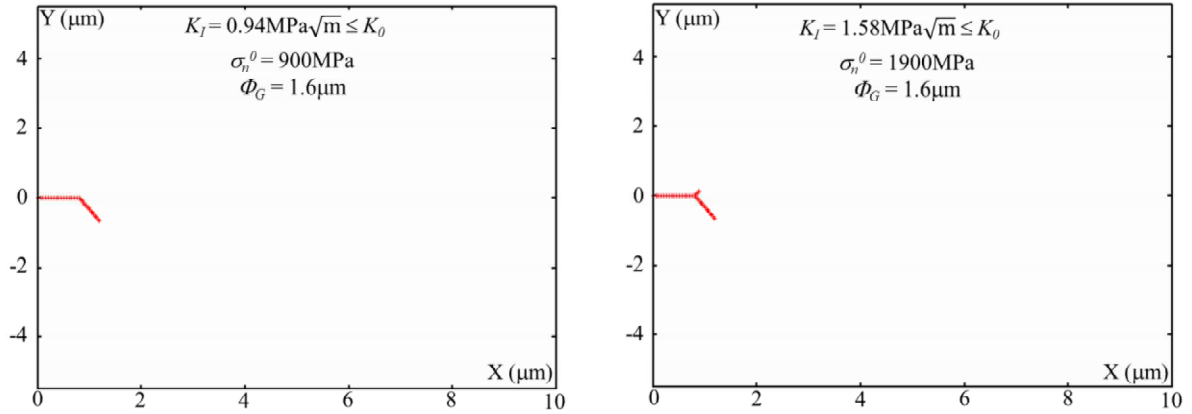


Figure III.21 Chemins de fissures jusqu'à l'arrêt lorsque l'obstacle P3 est atteint pour un polycristal de zircon avec $\Phi_G = 1.6$ μm et pour $\sigma_n^0 = 900$ MPa et 1900 MPa.

III.3. Fissuration lente dans un polycristal de zirconie anisotrope : prise en compte et influence des contraintes initiales d'origine thermique sur la fissuration lente

Dans les paragraphes précédents nous avons prédit le comportement en fissuration lente d'un polycristal de zirconie vierge de toute contrainte initiale d'origine thermique. Ainsi, les paragraphes suivants présentent les prédictions de fissuration lente lorsque les contraintes initiales d'origine thermique sont prises en compte. De plus, nous évaluons l'influence de ces contraintes thermiques sur la résistance à la fissuration des polycristaux de zirconie, notamment sur la vitesse de propagation ainsi que sur le chargement seuil de fissuration lente K_{I0} .

α_1 (K ⁻¹)	α_2 (K ⁻¹)
10×10^{-6}	11×10^{-6}

Tableau III.2 Coefficients de dilatation thermique linéaires de la zirconie utilisés dans nos calculs.

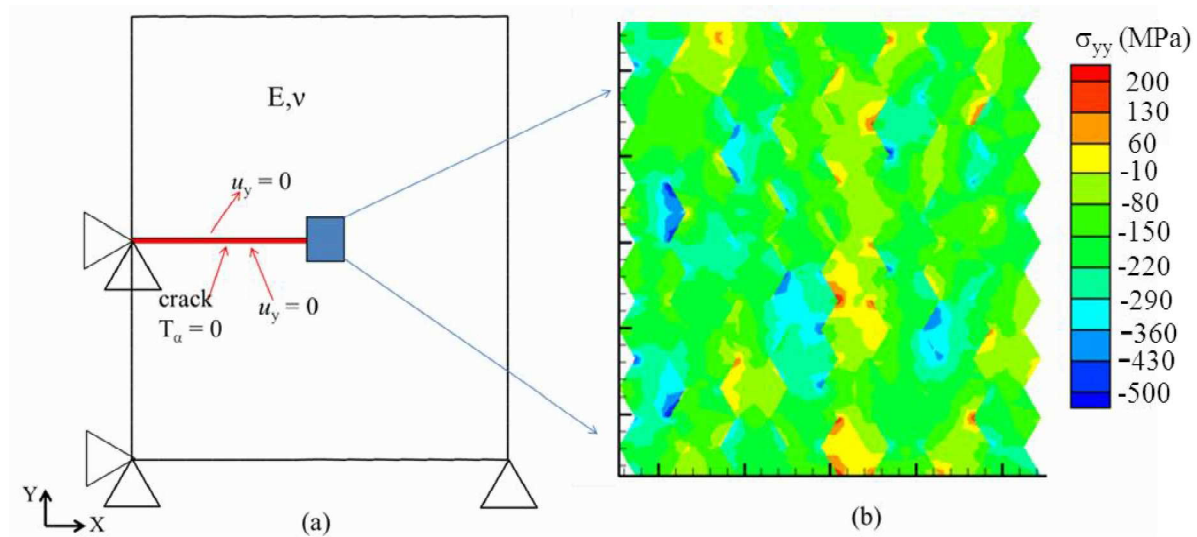


Figure III.22 (a) Description schématique des conditions aux limites appliquées pour le chargement thermique ΔT uniforme, (b) Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) issues de l'élaboration. Nous observons des zones en traction et en compression.

$$\underline{\underline{I}}^{vol} :: \underline{\underline{L}}^{ani} = 3k_t = \frac{3E^{iso}}{1-2\nu^{iso}} \quad , \quad (3.7)$$

$$\underline{\underline{I}}^{dev} :: \underline{\underline{L}}^{ani} = 10\mu_t = \frac{10E^{iso}}{2(1+\nu^{iso})} \quad , \quad (3.8)$$

avec k_t et μ_t sont les modules de compressibilité et de cisaillement du solide isotropisé.

Afin d'étudier l'influence des contraintes initiales thermiques sur le comportement du polycristal de zirconium en fissuration lente, nous considérons maintenant un polycristal de zirconium anisotrope composé des grains avec les propriétés mécaniques reportées au tableau II.2 et les propriétés thermiques indiquées au tableau III.2. Sur la figure III.22a nous présentons les conditions aux limites adaptées : nous fixons la position initiale de la fissure et autorisons la contraction de matière due au champ de température uniforme appliqué sur tout le volume, d'amplitude égale à -1500K. Compte-tenu de l'anisotropie de grain à grain, le comportement thermo-élastique conduit à une fluctuation des contraintes locales autour de leur valeur moyenne.

Sur la figure III.22b, nous observons la répartition de la composante σ_{yy} après un chargement thermique uniforme de -1500K pour une zone granulaire de zirconium avec des grains de taille $0.8\mu\text{m}$ et une distribution (8×8) grains. Nous observons que la désorientation locale aboutit à une répartition entre des zones en traction et des zones en compression du fait de l'anisotropie mécanique et thermique.

Si dans les zones en tension, la traction σ_n sur les surfaces cohésives est supérieure au seuil σ_n^0 déclenchant le mécanisme de réaction-rupture, une relaxation de contrainte peut avoir lieu. Compte-tenu de la taille de grain considérée dans ce chapitre ($\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$), leur taille n'est pas suffisante pour déclencher une fissuration initiale notable. Ceci a été vérifié et est conforme aux résultats de M. Ortiz et al. [6] qui ont identifié une taille de grain d'environ $12\mu\text{m}$ pour observer une fissuration induite au cours d'un refroidissement thermique. Ce point sera repris au chapitre suivant dans lequel nous nous intéressons à la fissuration intra-splat (analogue à celle d'un matériau fritté) et inter-splat.

Ici, à partir de la répartition des contraintes thermiques associées à $\Delta T = -1500\text{K}$, nous étudions dans le paragraphe suivant l'influence de ces contraintes initiales thermiques non relaxées sur la fissuration lente. Nous supposons, dans ce cas, que notre matériau va être soumis à un essai de fissuration lente après son élaboration.

III.3.2. Influence des contraintes initiales d'origine thermique sur la prédiction de la fissuration lente

Afin d'étudier l'influence des contraintes thermiques d'élaboration, nous considérons dans un premier temps le polycristal de zircon anisotrope dont la zone granulaire constituée de (8×8) grains avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$. Nous débutons alors par un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$, ensuite nous appliquons un chargement mécanique de fatigue statique avec une charge K_I constante et nous analysons l'accommodation du chargement par fissuration lente intergranulaire. A titre d'exemple, nous reportons dans la figure III.23 la répartition de la composante σ_{yy} à l'état initial après le chargement thermique et pour différents instants au cours de propagation de la fissure sous un chargement constant $K_I = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et pour un seuil de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$. Nous observons un chemin de fissuration d'abord au-dessus du plan de symétrie de l'entaille puis un changement de direction vers le bas, avec une direction de propagation moyenne horizontale. C'est l'anisotropie mécanique et la répartition des contraintes thermiques initiales qui déterminent la direction de la fissure qui sera favorisée. Ceci est illustré en figure III.24(a) et figure III.24(b) où nous reportons pour ce cas, le chemin de fissuration sur la répartition de la contrainte σ_{yy} initiale et l'avancée de la fissure en fonction du temps respectivement. Nous observons que la fissure ralentit aux endroits où la contrainte est initialement en compression.

Pour différents niveaux de chargement appliqués, nous reportons les vitesses de propagation correspondantes dans un diagramme $V-K_I$. Ces calculs sont menés pour deux distributions d'orientations de grains différentes et à différents niveaux de seuil d'endommagement σ_n^0 . Les résultats correspondant à $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$, 900MPa , 1150MPa et 1900MPa sont reportés dans les figures III.25, III.26, III.27 et III.28 respectivement.

Nous observons une diminution de la cinétique de fissuration lente pour un niveau de chargement donné lorsque nous considérons les contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration en comparaison aux calculs sans prise en compte de celles-ci : à vitesse de fissuration lente donnée les courbes $V-K_I$ sont translatées vers les valeurs supérieures de K_I . La pente de la courbe $V-K_I$ n'est pas influencée par les contraintes initiales thermiques. Pour toutes les valeurs du seuil de réaction rupture σ_n^0 considérées, le niveau du seuil de fissuration lente K_0 augmente lorsque les contraintes thermiques sont prises en compte.

Pour le polycristal de zircon dont la distribution de contraintes à l'état initial est illustrée sur la figure III.22, nous reportons sur la figure III.29 les trajectoires des fissures arrêtées correspondant au niveau de chargement seuil K_0 . Dans le cas où les contraintes initiales sont prises en compte, l'arrêt de la fissure ne correspond pas à la rencontre du premier point triple P3. En figure III.29, nous observons que la fissuration a eu lieu le long de plusieurs grains. Sa propagation est stoppée pour un chargement

extérieur K_0 supérieur à celui sans contrainte initiale et a toujours lieu dans une zone qui était initialement en compression. Dès lors, produire des zones de compression à l'intérieur de la microstructure conduit à améliorer la résistance à la fissuration lente.

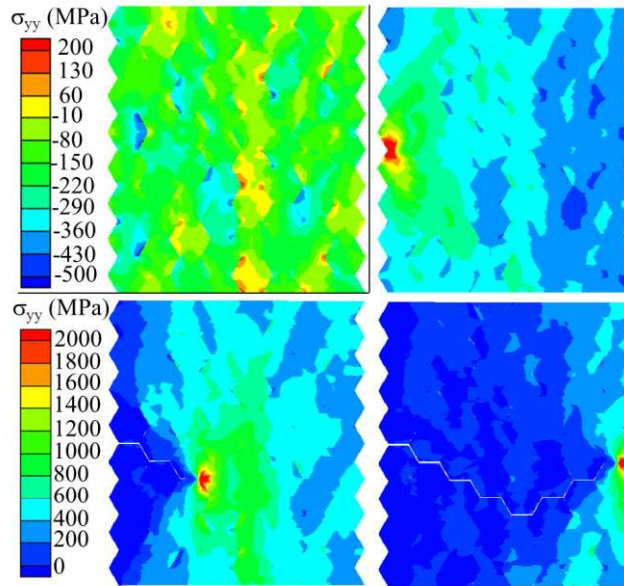


Figure III.23 Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) dans un polycristal de zircon après un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$ et au cours de fissuration lente pour un niveau de chargement $K_I = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et un seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$.

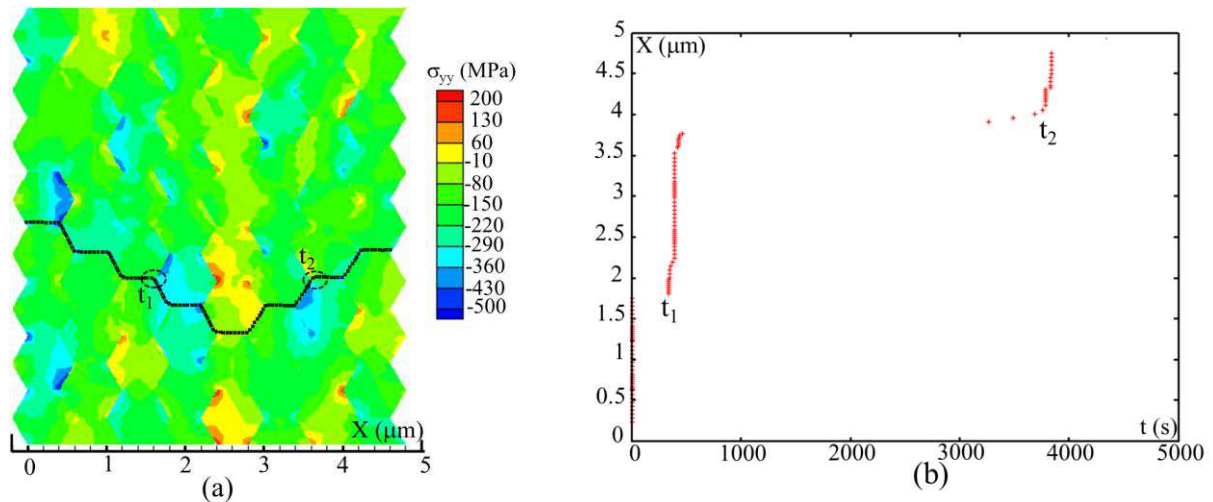


Figure III.24 Chemin de fissuration pour $K_I = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ superposé au champ de contrainte initiale d'origine thermique. La fissure marque un temps d'arrêt marqué sur les points triples initialement en compression.

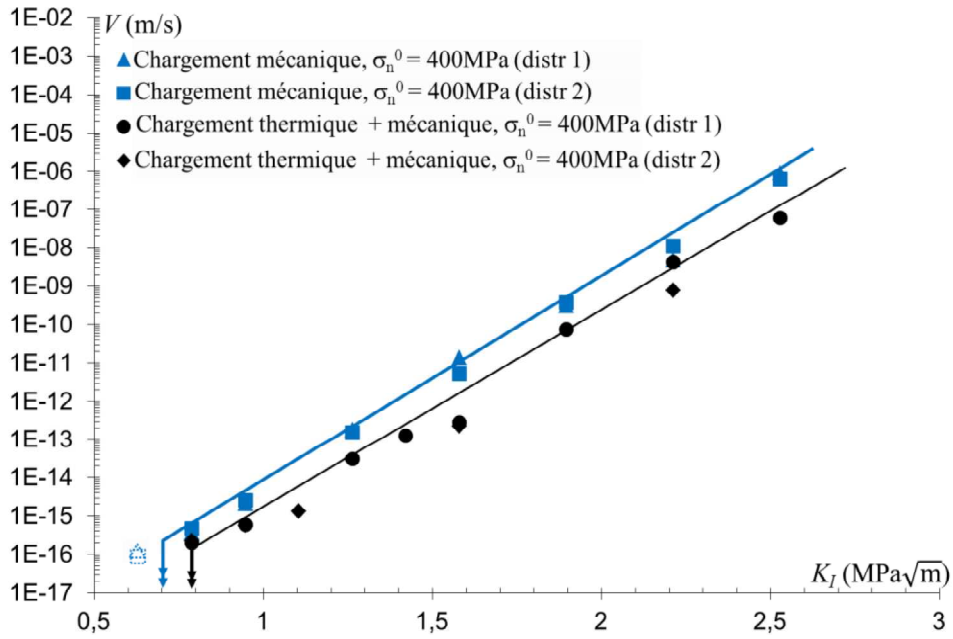


Figure III.25 Influence des contraintes initiales thermiques sur la prédiction de la fissuration lente à $\sigma_n^0 = 400$ MPa pour deux distributions d'orientations de grains du polycristal de zircon anisotrope.

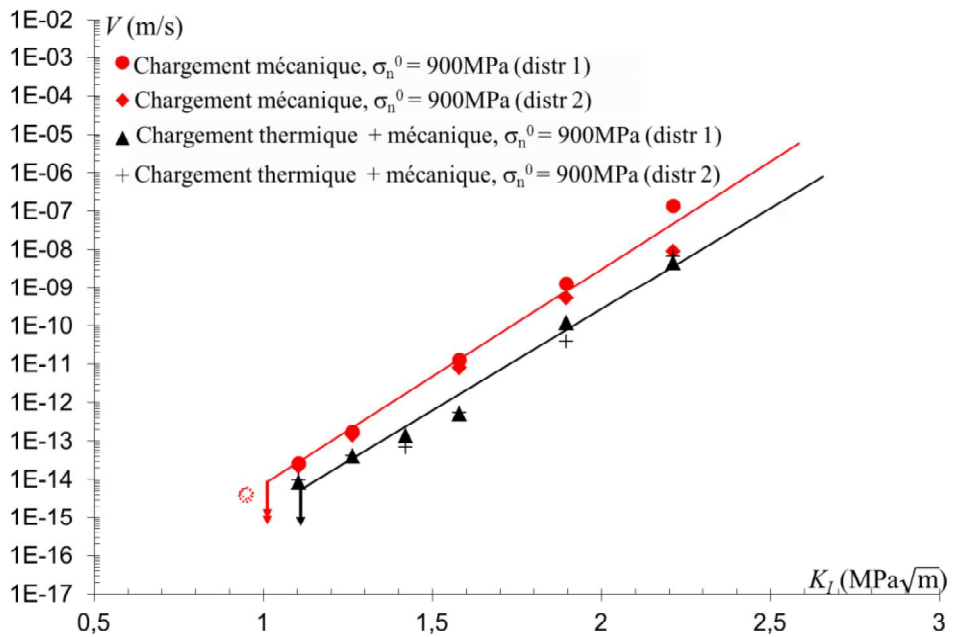


Figure III.26 Influence des contraintes initiales thermiques sur la prédiction de la fissuration lente à $\sigma_n^0 = 900$ MPa pour deux distributions d'orientations de grains du polycristal de zircon anisotrope.

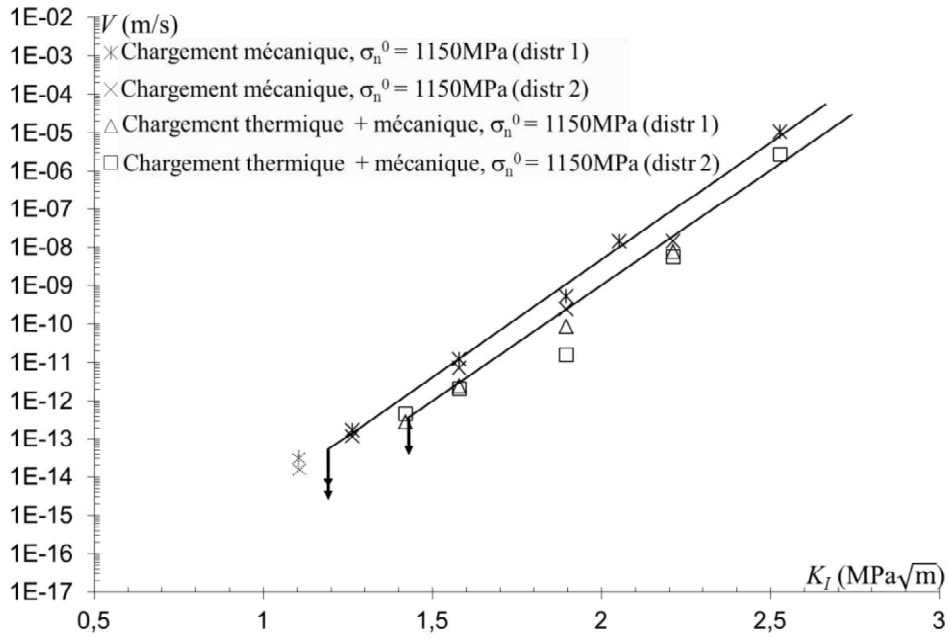


Figure III.27 Influence des contraintes initiales thermiques sur la prédiction de la fissuration lente à $\sigma_n^0 = 1150\text{MPa}$ pour deux distributions d'orientations de grains du polycristal de zircon anisotrope.

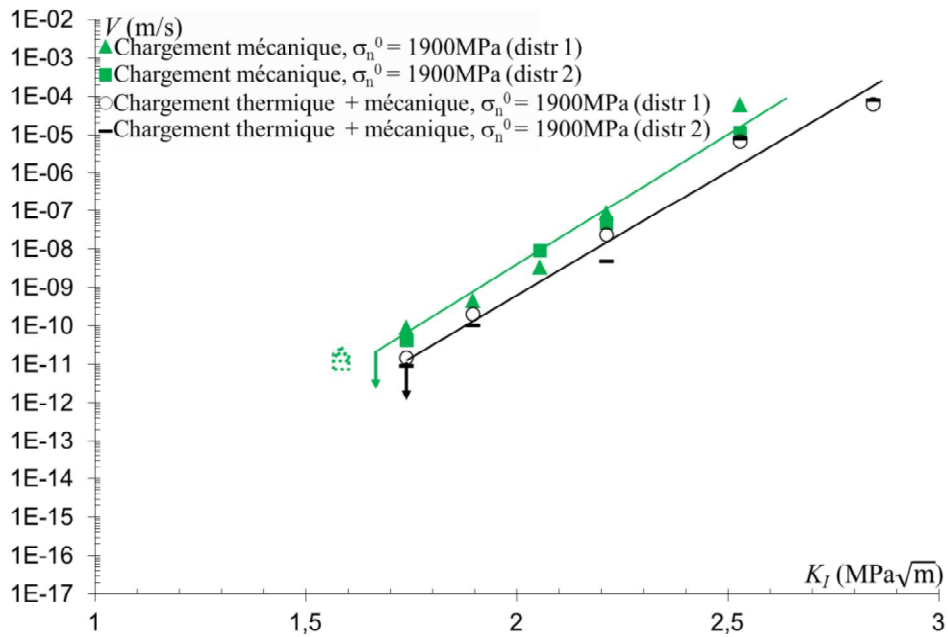


Figure III.28 Influence des contraintes initiales thermiques sur la prédiction de la fissuration lente à $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$ pour deux distributions d'orientations de grains du polycristal de zircon anisotrope.

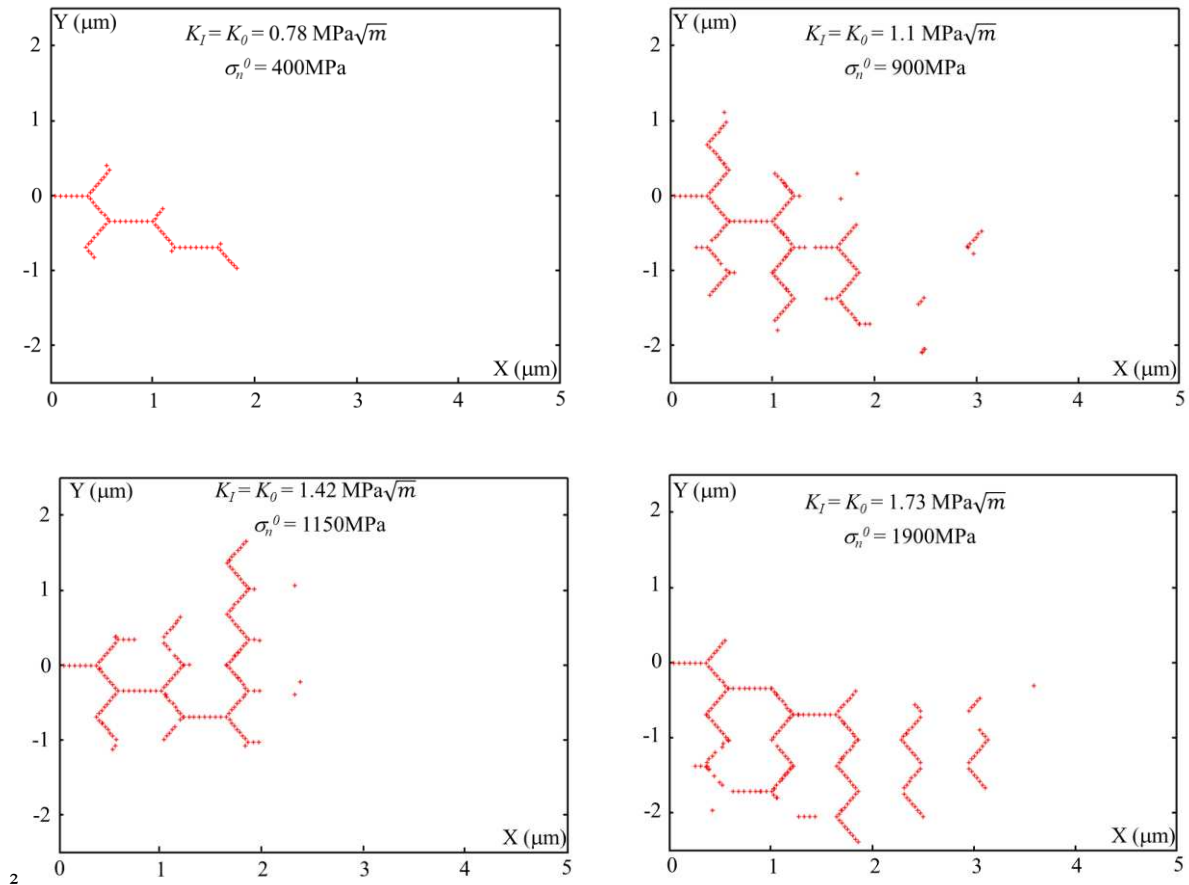


Figure III.29 Chemins des fissures jusqu'à l'arrêt de la propagation dans un polycristal de zirconium en tenant compte de contraintes initiales thermiques pour différentes valeurs de $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$, 900MPa , 1150MPa et 1900MPa .

III.3.3. Influence de la taille des grains sur la fissuration lente

Dans le paragraphe III.2.2, nous avons étudié l'influence de la taille des grains sur des polycristaux de céramique vierge de toute contrainte initiale, les résultats de simulation pour deux tailles de grain ($\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$) ont montré que le comportement à la fissuration lente de ces polycristaux est indépendant de la taille de grain. Or, les résultats expérimentaux sur des polycristaux de céramique reportés dans la littérature (cf. Figure.I.10) montrent une plus grande résistance à la fissuration lente avec une taille de grain augmentant. Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la taille de grains sur la fissuration lente en prenant en compte les contraintes initiales thermiques.

Nous considérons une cellule granulaire constituée de (8×8) grains dont la taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ qui sera comparée au cas de la cellule granulaire constituée de (8×8) grains avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Pour les deux cellules granulaires, nous considérons une anisotropie mécanique des grains, et les coefficients de dilatation thermiques associés, avec une même répartition de la désorientation de

grain à grain. Les contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration sont prises en compte en appliquant un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$ similaire à celui présenté dans la figure.III.22. Nous obtenons un champ de contrainte initiale identique pour les deux cellules granulaires après le chargement thermique car celles-ci ne dépendent que de la désorientation locale de grain à grain. A partir de cet état initial, nous appliquons un chargement mécanique de fatigue statique. Pour différents niveaux de chargement appliqués, nous reportons l'avancement de la fissure en fonction du temps, et nous dérivons les vitesses associées. Ces calculs sont menés pour différents niveaux du seuil de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ et 1900MPa .

Les résultats obtenus pour les deux tailles de grains sont reportés dans un graphe $V-K_I$ (cf. Figure III.31) où ils sont comparés aux cas des cellules granulaires vierges de contrainte initiale thermique. Nous observons pour les deux tailles des grains que la prise en compte des contraintes initiales thermiques engendre une plus grande résistance à la fissuration lente, la cinétique de fissuration diminuant pour un niveau de chargement donné. Le seuil de fissuration lente augmente lorsque les contraintes initiales thermiques sont prises en compte. Cette résistance à la fissuration lente avec ces contraintes initiales thermiques est plus grande en augmentant la taille de grain de 0.8 à $1.6\mu\text{m}$. En comparant les courbes $V-K_I$ correspondant aux zones granulaires avec contraintes initiales thermiques, nous observons que les courbes $V-K_I$ correspondant à une taille de grain $1.6\mu\text{m}$ se traduisent vers des valeurs supérieures du chargement en comparaison avec celle correspondant à une taille de grain $0.8\mu\text{m}$. Le niveau du seuil de fissuration lente K_0 augmente également avec la taille de grain. Pour $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$, un seuil $K_0 = 1.1\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ est prédit pour la cellule granulaire dont la taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ alors qu'un arrêt de la fissure est observé dans la cellule granulaire de taille de grain $1.6\mu\text{m}$ pour un niveau de chargement seuil de $1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (cf. Figure III.31(a)). Pour $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$, une augmentation du seuil de fissuration est aussi observée avec la taille de grain, $K_0 = 1.73\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et $K_0 = 2.38\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ (cf. Figure III.31(b)). Sur la figure III.30, nous reportons le chemin de la fissure ($X-Y$) correspondant à l'arrêt de la fissure et la répartition de la contrainte σ_{yy} initiale pour la zone granulaire dont la taille de grain $1.6\mu\text{m}$ pour les deux valeurs de σ_n^0 considérées. Nous observons que la fissure s'arrête au niveau d'un point triple suffisamment en compression initialement.

Ces résultats montrent une meilleure résistance à la fissuration lente pour les polycristaux de céramique en augmentant la taille de grains en considérant les contraintes initiales thermiques, conformément aux observations expérimentales [1].

En effet, la zone granulaire de céramique présente un état initial avec des zones en compression et en traction dues à l'anisotropie mécanique et thermique des grains. A partir de cet état, le polycristal est soumis à un chargement mécanique instantané et par la suite la relaxation du chargement est permise

par fissuration intergranulaire. Une relaxation le long des joints de grain avec une ouverture δ est possible. En considérant une accommodation Δ^{cr} identique le long des joints de grains pour les surfaces cohésives et indépendamment de la taille de grain Φ_G , la relaxation des contraintes associée est $\varepsilon = \ln(\delta/\Phi_G)$. Cette dernière diminue avec la taille de grain augmentant. Dès lors, le niveau des contraintes diminue avec la taille de grain diminuant, ce qui implique que l'amplitude des zones initialement en compression diminue également. Ceci a pour conséquence de réduire la capacité du matériau à résister à la fissuration lente et ainsi réduit le seuil de chargement K_{θ} .

Ainsi, il est nécessaire de tenir compte des contraintes initiales d'origine thermique pour rendre compte de l'influence de la microstructure et plus précisément de la taille des grains dans les prédictions de fissuration lente.

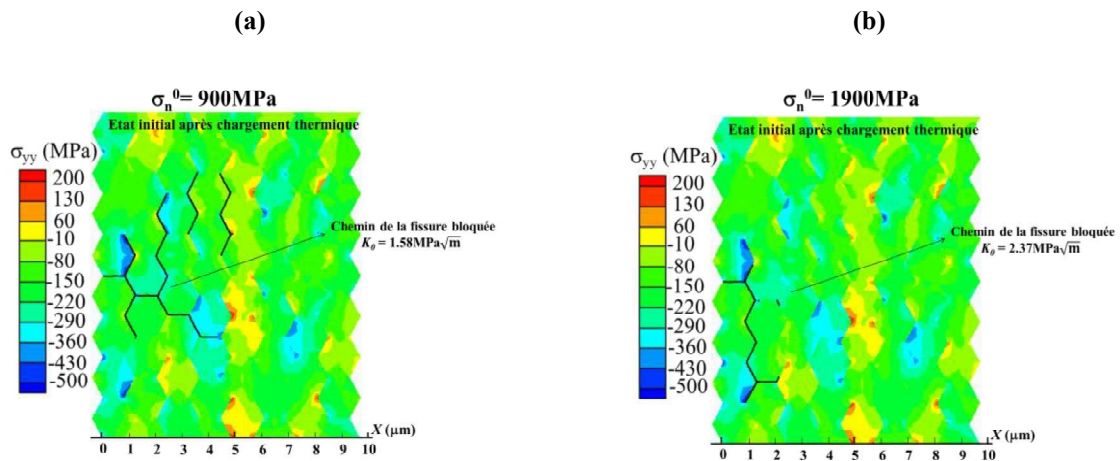


Figure III.30 Contrainte initiale thermique et répartition de la composante σ_{yy} (MPa) après un refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$ issue de l'élaboration d'un polycristal de zircon dont la taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ et chemin de la fissure jusqu'à l'arrêt de la propagation correspondant à un chargement seuil de fissuration lente. (a) $K_{\theta} = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour un niveau de contrainte seuil de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ et (b) $K_{\theta} = 2.37\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$.

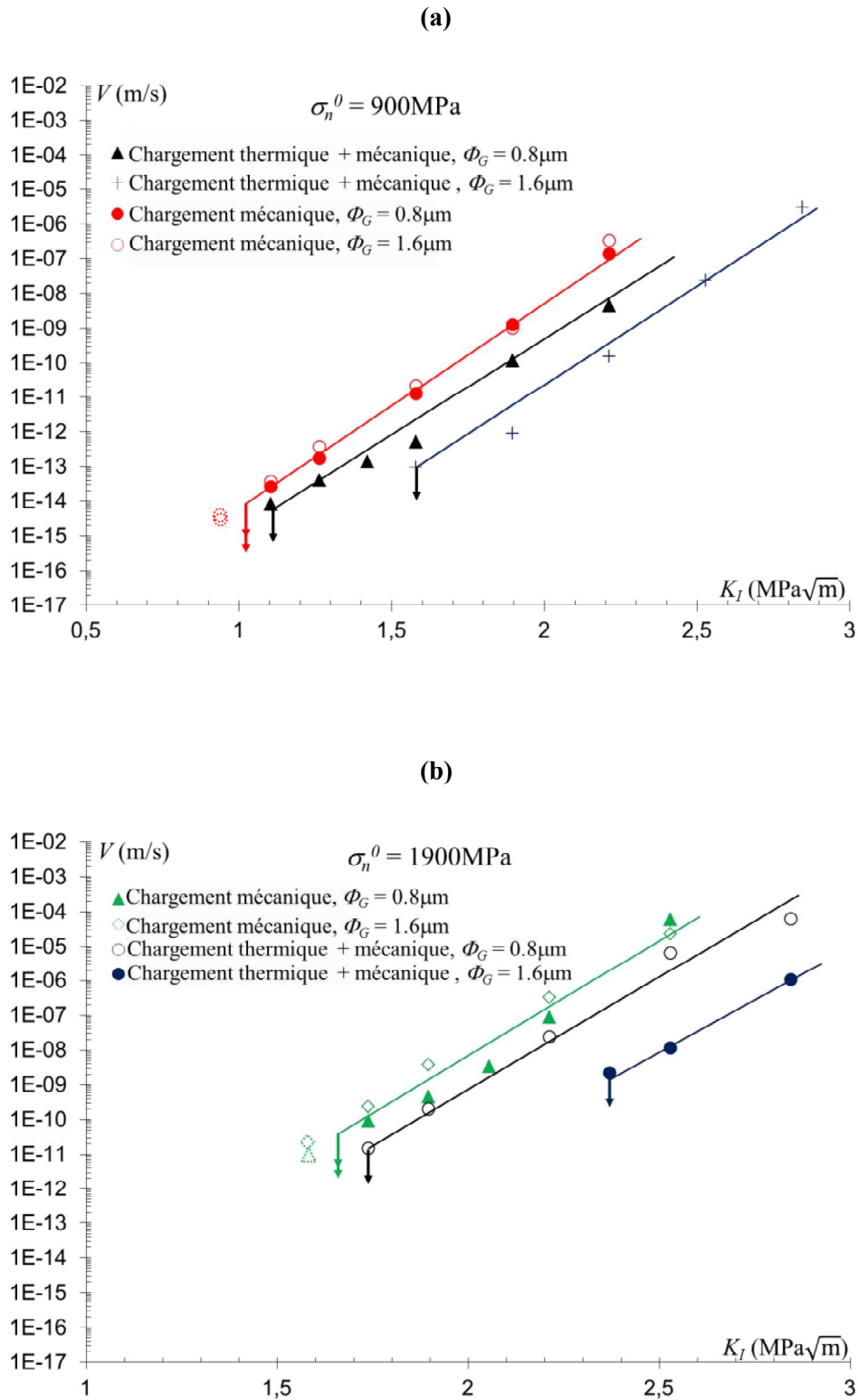


Figure III.31 Courbes $V-K_I$ pour deux polycristaux de zircon de taille de grains 0.8 et 1.6 μm et soumis à un chargement thermique et mécanique. (a) un seuil d'activation de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$ et (b) un seuil d'activation de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$. Nous observons une résistance à la fissuration qui augmente avec la taille de grains, lorsque les contraintes initiales thermiques sont prises en compte.

III.4. Fissuration lente dans un polycristal d'alumine

Dans ce paragraphe nous nous intéressons à l'étude du comportement en fissuration lente intergranulaire d'un polycristal d'alumine à grains anisotropes sous chargement de fatigue statique. Ainsi, nous allons considérer un polycristal 2D dont la réponse élastique des grains est isotrope transverse. Les propriétés élastiques des grains sont présentées dans le tableau II.4. L'anisotropie mécanique n'est pas la seule considérée. Nous tenons compte également de l'anisotropie thermique des grains. En considérant 1 et 2 les directions du cristal, les coefficients de dilatation thermique α_1 et α_2 pour l'alumine sont reportés dans le tableau III.3 (M. Romero de la Osa [7]). Une désorientation aléatoire de grain à grain est considérée par un angle de désorientation θ vis-à-vis de l'horizontale distribué uniformément entre 0 et 2π .

A partir des modules élastiques des grains, nous calculons les modules élastiques isotropisés du continuum isotrope élastique qui entoure la zone granulaire. Nous obtenons $E^{iso} = 430\text{GPa}$ et $\nu^{iso} = 0.33$ pour le continuum isotrope, les détails de ce calcul sont donnés dans le chapitre 2. Afin d'obtenir une réponse thermique isotrope du continuum, son coefficient de dilatation thermique α^{iso} est calculé selon $\alpha^{iso} = (2\alpha_1 + \alpha_2)/3 = 8.54 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$. Comme dans les cas précédents, une fissure débouchant à la zone granulaire est incorporée dans le milieu homogène équivalent isotrope (cf. Figure III.1).

Nous considérons une énergie d'activation $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ identique à celle de zircon. Dès lors, nous considérons les paramètres de zone cohésive du saphir à l'air non inerte ajustés dans le paragraphe II.3.1 (cf. Tableau II.5). Ainsi, nous étudions la fissuration lente en fatigue statique du polycristal d'alumine à partir de son état initial après son élaboration. En effet, le procédé d'élaboration d'alumine implique un refroidissement de l'ordre de $\Delta T = -1500\text{K}$. Pour cela, nous appliquons un chargement thermique équivalent dont les conditions limites sont présentées en figure III.22(a). La zone granulaire considérée est constituée de (8×8) grains. Dans un premier temps nous considérons une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$.

A partir de l'état initial du polycristal à l'issue de refroidissement thermique uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$, nous étudions sa réponse en fatigue statique. Dès lors, nous appliquons un chargement instantané en termes de facteur d'intensité de contrainte K_I , ensuite nous permettons la relaxation du chargement appliqué. Nous reportons sur la figure III.32 la répartition de la composante σ_{yy} contrainte après le chargement thermique issue de refroidissement et pour différents instants durant la propagation de la fissure induit sous un chargement constant $K_I = 1.89\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. A nouveau, nous observons que la désorientation de grain à grain aboutit à une répartition de contraintes initiales entre zones en traction et zones en compression du fait de l'anisotropie mécanique et thermique. L'amorçage de la propagation débute le long du joint grain où la fissure débouche. A chaque instant, la pointe de la

fissure coïncide avec l'endroit où la concentration de contrainte est la plus grande. Le chemin suivi par la fissure dépend de l'anisotropie mécanique et de la répartition des contraintes initiales thermiques.

Pour chacun des niveaux de chargement appliqué, nous calculons la vitesse de fissuration associée et nous reportons les résultats dans un diagramme $V-K_I$. Afin d'évaluer l'influence du seuil d'endommagement σ_n^0 , ces calculs sont menés pour différents niveaux de σ_n^0 sachant que la valeur de ce dernier varie de 0 à 30% de la contrainte athermique σ_c . Dès lors, nous réalisons des simulations pour $\sigma_n^0 = 1150\text{MPa}$ et 1900MPa qui correspondent à 12% et 20% de la contrainte athermique σ_c . Les vitesses de fissuration prédites reportées dans la figure III.33 dans un graphe $V-K_I$ où elles sont comparées à celles du monocristal de saphir. Comme attendu, nous observons que les courbes $V-K_I$ obtenues sont translatées par rapport à celle du saphir. Nous remarquons que les vitesses de propagation en fissuration lente sont analogues pour les différentes valeurs de seuil d'endommagement σ_n^0 considérées. Par contre, nous observons un arrêt de la fissure lorsqu'elle rencontre une région qui est suffisamment en compression correspondant au niveau de chargement seuil K_θ . La valeur du chargement seuil dépend du niveau de contrainte seuil de réaction-rupture σ_n^0 . En effet, une augmentation du niveau du seuil d'endommagement σ_n^0 engendre une augmentation du chargement seuil K_θ . La valeur de $K_\theta = 1.26 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ est observée pour $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$. En augmentant la valeur de σ_n^0 , la valeur de K_θ augmente aussi pour atteindre $1.73 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$. Les chemins de fissures arrêtés sont reportés dans la figure III.34.

Afin d'étudier l'influence de la taille de grains sur la prédiction de la fissuration lente dans les polycristaux d'alumine, nous considérons une cellule granulaire constituée de (8×8) grain dont la taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ qui sera comparée au cas de la cellule granulaire constituée de (8×8) grain avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Les résultats de simulations pour les deux valeurs du seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 1150\text{MPa}$ et 1900MPa sont reportés sur la figure III.33. Une plus grande résistance à la fissuration lente avec l'augmentation de la taille de grain est observée. La cinétique de fissuration lente diminue et le seuil de chargement augmente avec la taille de grain. Un arrêt de la fissure est observée pour $K_\theta = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $K_\theta = 1.89\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ correspondant à $\sigma_n^0 = 1150\text{MPa}$ et 1900MPa respectivement dont les chemins de fissurations bloqués sont présentés sur la figure III.34. En comparant les prédictions de simulations aux résultats expérimentaux publiés par A.H. de Aza et al. (2002) [8] pour des polycristaux d'alumine frittées de taille grain $\Phi_G = 1.7\mu\text{m}$, nous pouvons noter que la pente des courbes estimées est la même que celles mesurées. Cependant, les vitesses de propagation prédites dans nos simulations sont plus grandes que celles des résultats expérimentaux. De plus, les valeurs de seuil de fissuration lente prédites par nos simulations sont inférieures à celles des résultats expérimentaux. L'origine de cet écart provient vraisemblablement de la configuration 2D considérée dans notre étude qui favorise la fissuration lente en comparaison avec la microstructure réelle 3D.

α_1 (K ⁻¹)	α_2 (K ⁻¹)
8.3×10^{-6}	9.03×10^{-6}

Tableau III.3 Coefficients de dilatation thermique linéaires des grains d'alumine utilisés dans nos calculs [7].

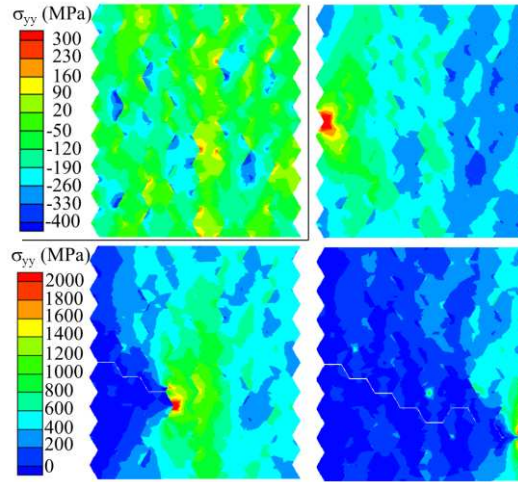


Figure III.32 Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) dans un polycristal d'alumine après un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$ et au cours de fissuration lente pour un niveau de chargement $K_I = 1.58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

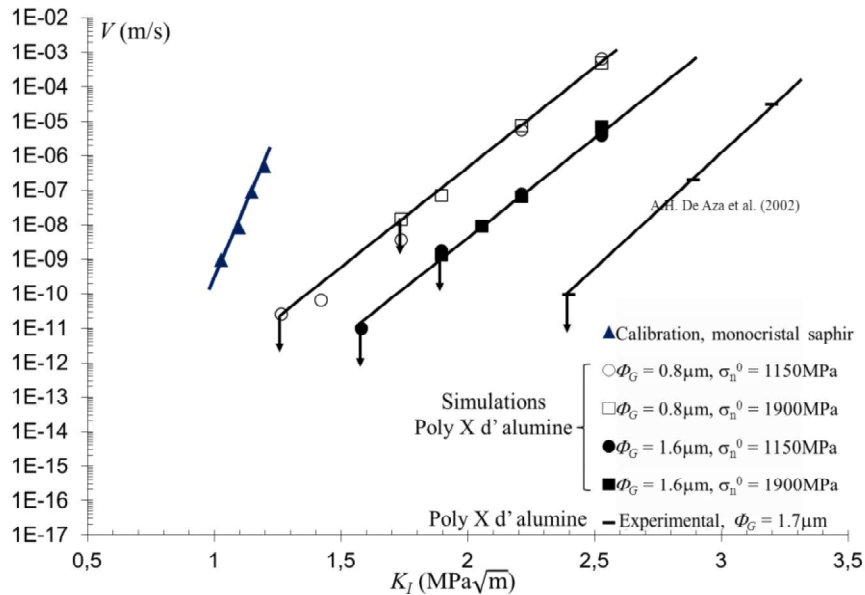


Figure III.33 Courbes V - K_I de fissuration lente pour la calibration des paramètres cohésifs de saphir, le polycristal d'alumine avec $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$ et $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ pour différentes valeurs de σ_n^0 et les résultats expérimentaux de propagation dans les polycristaux d'alumine frittée avec une taille de grain $\Phi_G = 1.7\mu\text{m}$ [8].

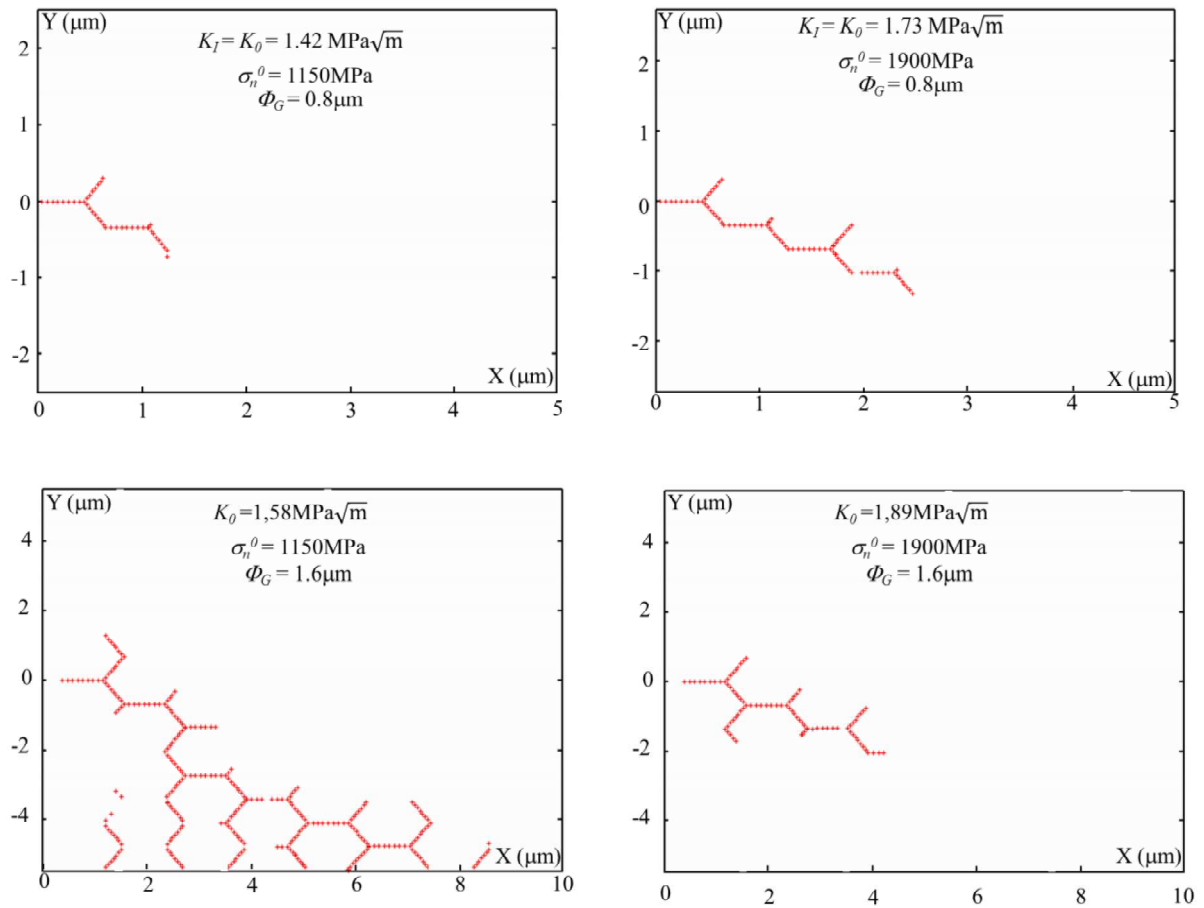


Figure III.34 Chemins des fissures bloquées dans un polycristal d'alumine en tenant compte de contraintes initiales thermiques pour $\sigma_n^0 = 1150 \text{ MPa}$ et 1900 MPa . (a), (b) taille de grain $\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$ et (c), (d) taille de grain $\Phi_G = 1.6 \mu\text{m}$.

III.5. Résistance à la fissuration lente des polycristaux d'alumine et de zircon

Dans ce paragraphe, nous présentons une comparaison de la résistance à la fissuration lente des polycristaux d'alumine et de zircon. Dans l'étude de la fissuration lente des monocristaux de saphir et de zircon, la calibration des modèles cohésifs a montré que le saphir était plus sensible au mécanisme de réaction-rupture que la zircon. Ces paramètres (Tableau II.3 et II.5) sont utilisés pour simuler la fissuration lente dans les polycristaux.

Pour cela, nous considérons deux cellules granulaires possédant le même nombre de grain et la même distribution d'orientation des grains et une taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$. Les deux matériaux possèdent la même valeur de contrainte athermique $\sigma_c = 9615\text{MPa}$. Nous considérons le cas avec un seuil de réaction-rupture $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$ correspondant à 20% de la contrainte athermique σ_c . Un refroidissement uniforme associé à l'élaboration $\Delta T = -1500\text{K}$ est appliqué, pour tenir compte des contraintes initiales d'origine thermique. Les propriétés anisotropes de l'alumine et de la zircon sont données dans les tableaux II.1 et II.4. Nous présentons sur la figure III.35 la répartition de la composante de contrainte σ_{yy} à l'issue du chargement thermique pour les deux cellules granulaires de grains d'alumine et de zircon. Nous observons que la cellule granulaire des grains de zircon présente une fluctuation des contraintes entre traction et compression plus grande que celle de l'alumine. En particulier, le niveau de contrainte en compression est plus grand dans le polycristal de zircon que celui d'alumine. Ceci est associé aux coefficients de dilatation thermique qui sont plus importants dans la zircon que dans l'alumine engendrant des déformations élastiques plus grande.

A partir de cet état initial, nous appliquons pour les deux polycristaux un chargement mécanique de fatigue statique avec une charge K_I constante et nous analysons l'accommodation du chargement par fissuration lente intergranulaire. Pour différents niveaux de chargements appliqués, nous reportons sur la figure III.36 les vitesses de fissuration en fonction des niveaux de chargement correspondant en termes de facteur d'intensité de contrainte K_I . Ainsi, nous observons une plus grande résistance à la fissuration lente pour les polycristaux de zircon avec une diminution de la cinétique de fissuration de l'ordre de trois décades et une augmentation du seuil de chargement K_0 de l'ordre de $1\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ en comparaison avec les polycristaux d'alumine. Cette tendance est accentuée en reportant les résultats dans des courbes $V-G$. Ces résultats sont en accord avec les observations expérimentales A.H. De Aza et al. [8].

En effet, la vitesse de fissuration lente dépend des paramètres cohésifs utilisés. Or, nous avons utilisé les paramètres cohésifs de saphir pour simuler la fissuration intergranulaire dans le polycristal d'alumine et les paramètres cohésifs du polycristal de zircon sont ceux calibrés pour le monocristal

de zirconium dont les cinétiques intrinsèques sont trois décades différentes. Ces différences sont amplifiées dans les prédictions de fissuration lente dans les polycristaux. Dans le diagramme $V-K_I$ (cf. Figure III.36), une différence importante apparaît entre la résistance à la fissuration lente du polycristal d'alumine et de zirconium alors que les réponses des monocristaux correspondant sont quasiment confondues (cf. Figure II.6).

Dans le polycristal anisotrope, en prenant en compte les contraintes initiales thermiques, les prédictions $V-K_I$ conduisent à des différences importantes de vitesse de fissuration lente *et* de prédiction du seuil de chargement K_{I0} notablement distinct. Ce dernier est gouverné par les zones initialement en compression dont l'amplitude est plus grande dans la zirconium que dans l'alumine. La vitesse de propagation dépend, elle, des propriétés élastiques et de la désorientation locale de grain à grain. De telles prédictions ne sont accessibles qu'à partir de simulations telles que celles présentées ici. Il est donc nécessaire de mener une étude locale de fissuration lente pour rendre compte des différences entre les matériaux considérés.

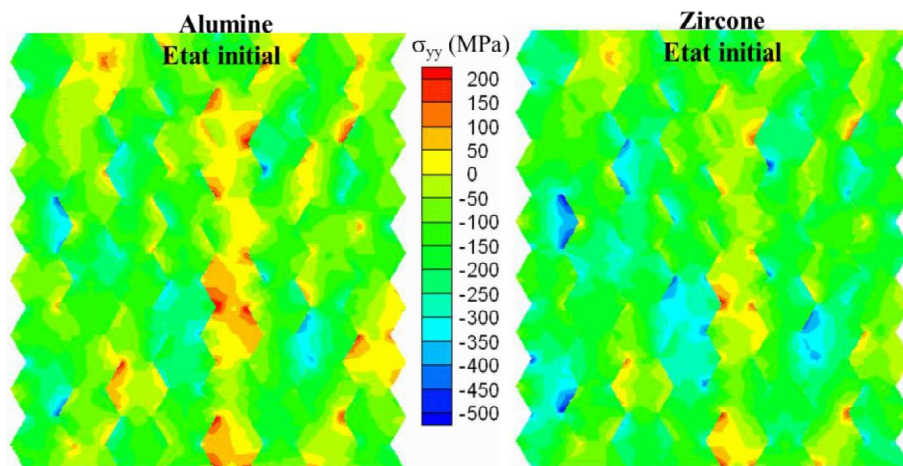


Figure III.35 Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) dans les cellules granulaires des grains d'alumine et de zirconium après un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$. La cellule granulaire des grains de zirconium présentent plus de zones en compression et moins de zone en traction en comparaison avec celle des grains d'alumine.

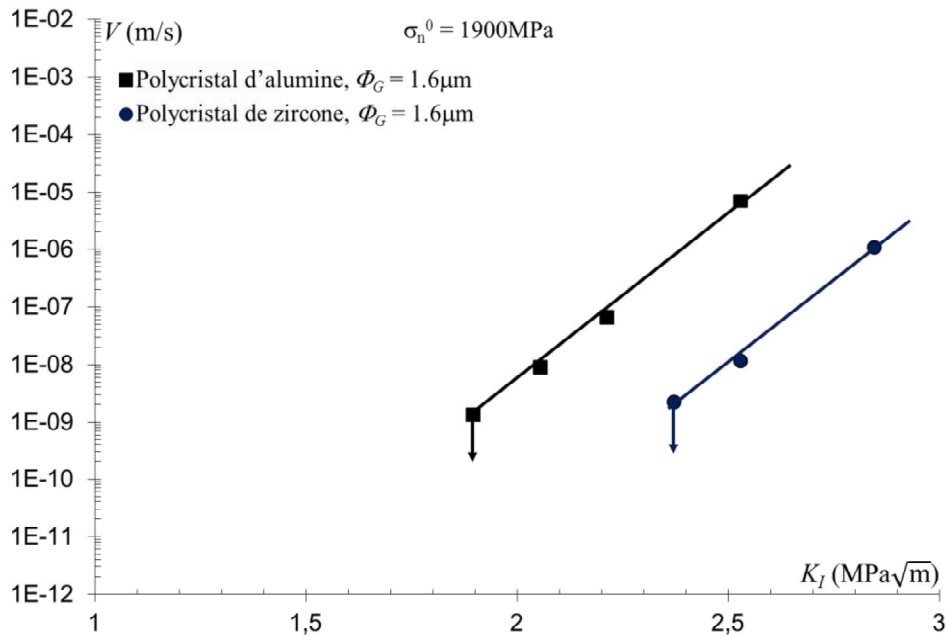


Figure III.36 Comparaison de la résistance à la fissuration lente du polycristal d'alumine à celle du polycristal de zirconie dans un graphe $V-K_I$.

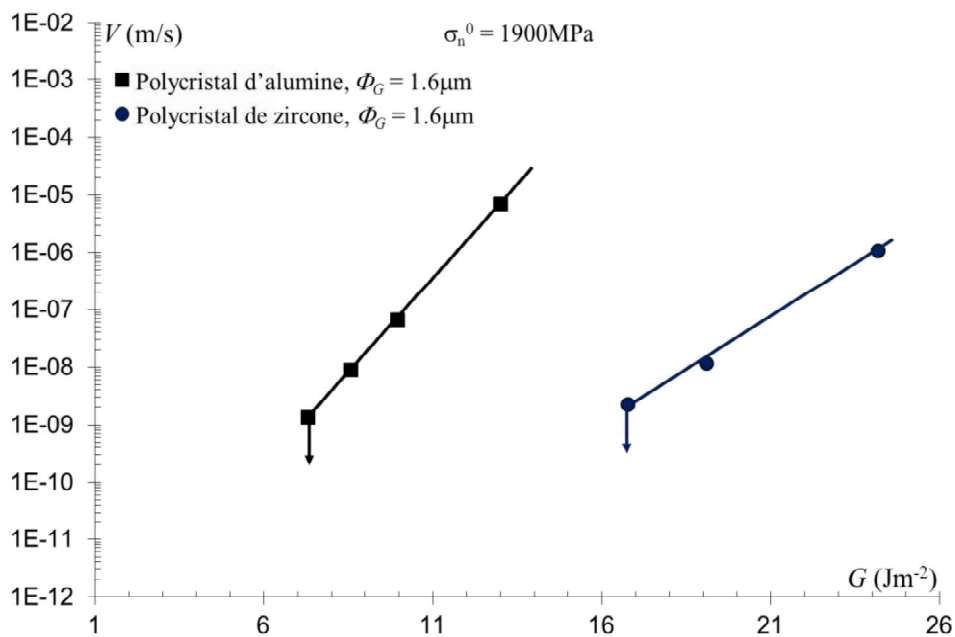


Figure III.37 Comparaison de la résistance à la fissuration lente du polycristal d'alumine à celle du polycristal de zirconie dans un graphe $V-G$. Pour une même valeur de taux de restitution d'énergie G , la cinétique de fissuration dans le polycristal d'alumine est supérieure à celle de zirconie.

III.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons effectué une étude détaillée de la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de céramique pour une configuration en 2D soumis à un chargement mécanique de fatigue statique. Le polycristal est constitué des grains et des zones cohésives sont insérées autorisant la fissuration intergranulaire. Cette zone est entourée d'un continuum élastique isotrope représentant le milieu homogène équivalent dans lequel une pré-fissure est incorporée. Dans un premier temps, nous avons testé notre modèle dans un polycristal de céramique isotrope soumis à un chargement de fatigue statique. Nous avons montré que l'influence de la tortuosité du chemin de fissuration seule ne permet pas d'expliquer la différence entre les courbes $V-K_I$ prédites pour le monocristal et le polycristal avec un niveau de chargement plus grand des polycristaux par rapport aux monocristaux à une vitesse donnée. Nous avons souligné l'avancée discontinue de la fissure au cours de la propagation, la transition entre une propagation le long des joints obliques vers horizontale constitue la barrière microstructurale la plus grande. La vitesse de fissuration lente est estimée à partir de l'avancée moyenne de la fissure au cours du temps, dans la zone granulaire.

Les résultats sont présentés dans des graphes caractéristiques de la fissuration lente, où les vitesses de propagation sont reportées en fonction de facteur d'intensité de contrainte appliqué dans un diagramme de type $V-K_I$, pour comparer nos prédictions avec les données expérimentales disponibles dans la littérature. Cependant et comme nous l'avons indiqué au chapitre 2, une description dans un diagramme $V-G$ est plus appropriée pour rendre compte des caractéristiques intrinsèques de fissuration lente.

A partir de ces premières simulations, nous avons mis en évidence l'existence d'un seuil de fissuration lente K_0 au-dessous duquel aucune fissure ne pourra se propager qui dépend du seuil de réaction-rupture σ_n^0 . La fissure s'arrête après l'amorçage de sa propagation au niveau du point triple correspondant à une transition depuis une facette oblique vers une facette horizontale qui joue un rôle important dans la résistance du polycristal à la fissuration lente. Les simulations de fissuration lente dans des polycristaux isotropes nous ont permis aussi de montrer l'influence des modules élastiques du milieu homogène équivalent en terme de module de Young E sur la fissuration lente dans un diagramme $V-K_I$: diminuer le module d'Young effectif (par exemple à cause d'une fissuration du milieu associé à l'élaboration ou au vieillissement) engendre une diminution de la résistance à la fissuration lente. A partir de cette étude, nous avons à nouveau montré une différence entre les courbes caractéristiques de la fissuration lente représentées dans un graphe $V-K_I$ ou $V-G$. Les courbes $V-K_I$ ne rendent pas compte de l'énergie élastique emmagasinée et plus particulièrement du niveau de l'intégral J autour de l'entaille, qui sera disponible pour la fissuration. De fait, avec deux matériaux de propriétés élastiques différentes, l'énergie emmagasinée pour une valeur de K_I donnée, le taux de

restitution d'énergie associé augmente avec E diminuant, ainsi la fissuration locale est accélérée et donc la vitesse de fissuration lente plus grande. Comme pour le monocristal, nous suggérons de présenter la fissuration lente dans un graphe $V-G$ et non $V-K$ quand il s'agit de comparer la réponse entre deux matériaux.

Par la suite, la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de céramique anisotrope constitué des grains anisotropes avec des orientations aléatoires a été étudiée. Les propriétés élastiques des grains et les paramètres cohésifs utilisés sont ceux de la zircon. Dans un premier temps, les polycristaux considérés sont sans contrainte initiale d'origine thermique. Des zones granulaires de 8×8 grains ont été considérées avec une taille de grain de $0.8 \mu\text{m}$. Ces simulations ont été menées pour deux distributions d'orientation des grains différentes. Les prédictions du chemin de fissuration dans les polycristaux à grains anisotropes sont plutôt horizontales comme attendu pour un chargement en mode I , à la différence des configurations avec des grains isotropes dont la direction de propagation est oblique vis-à-vis de l'horizontale. Cependant, les vitesses de fissuration lente prédites dans les deux cas sont comparables. Nous avons observé un arrêt de la fissure après l'amorçage de sa propagation pour un niveau de chargement seuil K_0 . L'influence du seuil de réaction-rupture σ_n^0 sur la prédiction de fissuration lente dans un polycristal de céramique a été mise en évidence en réalisant des simulations pour différentes valeurs de σ_n^0 . Cette étude a montré une corrélation entre la valeur du seuil de fissuration lente K_0 et le niveau σ_n^0 choisi : le niveau du chargement seuil de fissuration lente K_0 au-dessus duquel il n'y a pas de propagation de la fissure augmente avec le seuil d'endommagement σ_n^0 , sans affecter la cinétique de fissuration lente. Une étude de l'influence de la taille de grain montre que prendre en compte l'anisotropie élastique seule ne suffit pas pour prendre en compte l'influence de la taille de grain sur la fissuration lente observée expérimentalement.

L'influence des contraintes initiales thermiques issues du procédé d'élaboration sur la prédiction de la fissuration lente dans un polycristal céramique a été étudiée. Pour cela, le polycristal est soumis un refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$. L'anisotropie des grains et la désorientation de grain à grain engendre des contraintes initiales dans le polycristal avec des régions en traction ou en compression. A partir de cet état initial, nous appliquons un chargement de fatigue statique. La relaxation du chargement par fissuration lente intergranulaire a lieu et la vitesse de propagation moyenne est calculée. Les résultats de simulation de fissuration lente ont montré une diminution de la vitesse de propagation pour un niveau de chargement donné mais surtout une augmentation du niveau de seuil de fissuration lente K_0 lorsque les contraintes initiales sont prises en compte. Lors de sa propagation le long des joints de grains, la fissure s'arrête lorsqu'elle rencontre une région qui est suffisamment en compression initialement. Ces simulations ont été menées pour deux distributions d'orientation de grains et différentes valeurs de σ_n^0 . Deux tailles de grains 0.8 et $1.6 \mu\text{m}$ ont été considérées. Les simulations pour une même distribution d'orientation de grains et de seuil de réaction-rupture σ_n^0 ont

montré une plus grande résistance à la fissuration lente du polycristal de zirconium lorsque la taille de grain augmente. La cinétique de fissuration diminue et la valeur de seuil de fissuration lente K_0 augmente en augmentant la taille de grain.

Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons considéré le cas du polycristal d'alumine afin de prédire son comportement en fissuration lente sous un chargement de fatigue statique et de le comparer à celui de la zirconium. L'anisotropie mécanique et thermique des grains du polycristal d'alumine est prise en compte. Des zones cohésives sont insérées le long des joints de grains dont les paramètres ont été calibrés pour le saphir. Après avoir pris en compte les contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration, le polycristal est soumis à un chargement de fatigue statique similaire à celui du polycristal de zirconium. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux d'un polycristal de zirconium, les deux polycristaux ont le même nombre de grains dans la zone granulaire dont les grains possèdent une même distribution d'orientations

Les résultats de vitesses de propagation prédites pour les deux polycristaux ont été comparés pour une taille de grain $\Phi_G = 1.6\mu\text{m}$ et un seuil d'activation de réaction rupture $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$. Conformément aux observations expérimentales de la littérature [8], ces résultats montrent une plus grande résistance à la fissuration lente pour les polycristaux de zirconium sans que leur transformation de phase ne soit prise en compte. Les cinétiques intrinsèques de fissuration lente de la zirconium sont inférieures à celles de l'alumine et le niveau du seuil de chargement K_0 de la zirconium est plus élevé. De telles prédictions ne sont accessibles qu'à partir de cette analyse locale de la rupture.

Dans le chapitre suivant, nous étudierons l'influence de l'environnement notamment de celui de la concentration locale du polycristal en eau et celui de la température sur le comportement du polycristal en fissuration lente.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Chevalier, C. Olagnon, G. Fantozzi, «Subcritical crack propagation in 3y-tzp ceramics : static and cyclic fatigue,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 82(11) :3129-3138, 1999.
- [2] B. Lawn, Fracture of brittle solids, 2nd Edition: *Cambridge Solid State Science Series*, 1993.
- [3] T. Zhu, J. Li, X. Lin and S. Yip «Stress dependent molecular pathway of silica-water reaction,» *J. Mech. Phys. Solids*, 53 :1957-1623, 2005.
- [4] I. Doghri. and A. Ouair, «Homogénéisation of two-phase elasto-plastic composite materials and structures, study of tangent operators, cyclic plasticity and numerical algorithms.,» *Int. J. Solids Strcut.*, 40:1681–1712, 2003.
- [5] J. Chevalier, G. Fantozzi, «Slow Crack Propagation in Ceramics at the Nano- and Micro-scale : Effect of the Microstructure,» *Fracture Mechanics of Ceramics* , 14:173-190, 2005.
- [6] M. Ortiz and S. Suresh, «Statistical properties of residual stresses and intergranular fracture in ceramic materials,» *J. Appl. Mech.*, 60 :77-84, 1993.
- [7] Romero de la Osa M., Estevez R., Chevalier J., Olagnon C., Charles Y., Vognoud L., Tallaron C., «Cohesive zone model for intergranular slow crack growth in ceramics : influence of the process and the microstructure,» *Modell. Simul. Mat. Sci. Engng*, p. 10 :074009, 2011..
- [8] A.H. De Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi, M. Schehl, R. Torrecillas, «Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses,» *Biomaterials*, 23: 937–945, 2002.

CHAPITRE IV

APPLICATION A LA ZIRCONE : INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT ET DU VIEILLISSEMENT SUR LA FISSURATION LENTE

CHAPITRE IV : APPLICATION A LA ZIRCONE : INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT ET DU VIEILLISSEMENT SUR LA FISSURATION LENTE

Dans le chapitre 3, nous avons prédit le comportement à la fissuration lente intergranulaire de polycristaux céramiques avec un modèle de zone cohésive thermiquement activée. Dans le cadre d'une décomposition multi-échelles de la microstructure d'une céramique élaborée par projection plasma (cf. Chapitre I), nous nous intéressons à la fissuration lente intra-splat qui procède par propagation intergranulaire le long des grains colonnaires. Cette propagation est analogue à celle de polycristaux céramiques élaborés par frittage et dont l'étude est présentée au chapitre 3.

La dépendance de la fissuration lente des polycristaux vis-à-vis du taux d'humidité et de la température a été mise en évidence expérimentalement par Chevalier et al. [1]. Nous montrons que l'influence de l'environnement et précisément celle de la concentration en eau sur la fissuration lente peut être prise en compte en considérant une dépendance à l'énergie d'activation U_0 et au seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture σ_n^0 avec le taux d'humidité. Nous étudions également l'influence de la température sur la vitesse de fissuration et le niveau du seuil de fissuration lente K_0 .

Dans une deuxième partie, nous nous intéressons au problème de vieillissement de zircons élaborés par projection plasma. Le procédé induit un refroidissement rapide qui engendre des contraintes initiales d'origine thermique entre les grains colonnaires et entre les splats. Nous montrons que la relaxation des contraintes initiales peut induire à une fissuration à l'échelle des splats. Dès lors, les propriétés effectives de la microstructure formée par les splats sont diminuées, ce qui se traduit par une

valeur de module d'Young plus petite que celle de la structure sans défaut. La fissuration induite est accrue si l'on procède à un vieillissement accéléré en augmentant le taux d'humidité et/ou la température. Nous montrerons comment le milieu homogène équivalent endommagé par microfissuration, initiale ou après vieillissement, influence le comportement en fissuration lente inter-colonnaire dont la réponse gouverne notamment le niveau du seuil K_0 en dessous duquel aucune fissure ne croît plus.

Table des matières

IV.1.	Influence de l'environnement sur la fissuration lente dans un polycristal de zirconie	4
IV.1.1.	Influence de la concentration d'eau sur la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de zirconie.....	5
IV.1.2.	Influence de la température sur la prédiction de la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de zirconie.....	9
IV.2.	Etude de vieillissement d'une céramique élaborée par projection plasma	12
IV.2.1.	Prise en compte du vieillissement dans un polycristal de zirconie projetée plasma à l'échelle intra-splat	13
IV.2.2.	Etude du vieillissement à l'échelle inter-splats	18
IV.3.	Conclusion.....	26
	Bibliographie.....	28

IV.1. Influence de l'environnement sur la fissuration lente dans un polycristal de zircono

La fissuration lente dans les polycristaux de céramique est influencée par l'environnement. La dépendance de la fissuration lente vis-à-vis du taux d'humidité et de la température a été mise en évidence expérimentalement par Chevalier et al. [1] pour des polycristaux de zircono stabilisée (3% Yttrium) avec une taille de grain $\Phi_G \approx 1\mu\text{m}$ (cf. Figure IV.1). Etant donné la taille de grain considérée ($\Phi_G \approx 1\mu\text{m}$) et leur stabilisation à l'Yttrium, la transformation de phase de type quadratique vers monoclinique n'a pas lieu et n'est pas considérée.

En comparant les variations $V-K_I$ entre les conditions air/25°C et eau/25°C (cf. Figure IV.1), les seuils K_{0I} et le stade I sont également observés, la pente du régime I étant peu affectée par la concentration en eau. En revanche, le niveau de chargement seuil K_{0I} diminue avec la concentration d'eau augmentant. La même tendance est observée lorsque l'on augmente la température (cf. eau/75°C vs eau/25°C) avec une réduction supplémentaire du seuil K_{0I} sans variation notable de la pente du régime I. Ainsi, en augmentant la concentration d'eau et/ou la température, le seuil K_{0I} diminue et la vitesse de fissuration dans le stade I augmente.

Dans ce qui suit, nous proposons de prendre en compte l'influence de l'environnement dans le cadre du modèle cohésif proposé pour décrire le mécanisme de réaction-rupture présenté au chapitre II.

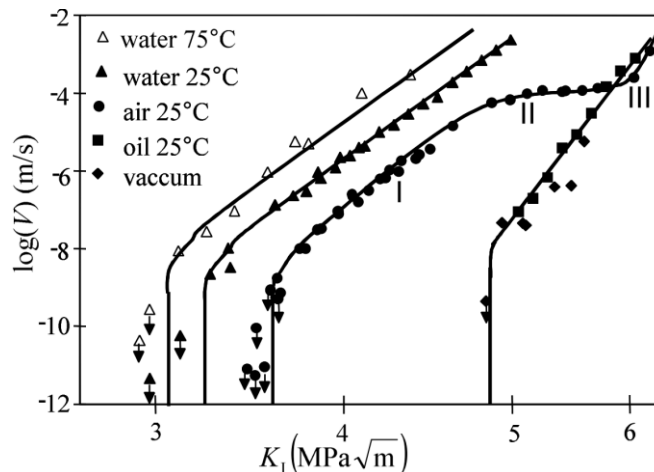


Figure IV.1 Courbes $V-K_I$ d'un polycristal de zircono stabilisée (3% Yttrium) avec une taille de grain $\Phi_G \approx 1\mu\text{m}$ sous différents environnements. La fissuration des céramiques polycristallines est, à l'image des verres et monocristaux, sensible au temps, à la contrainte, à la température et à l'eau (Chevalier et al. [1])

IV.1.1. Influence de la concentration d'eau sur la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de zirconne

A partir d'une analyse atomistique de mécanisme de réaction-rupture d'une liaison iono-covalente d'une silice, Zhu et al. [2] ont montré que la présence de l'eau facilite la réaction-rupture en diminuant la barrière énergétique à franchir pour passer de l'état avec une liaison non cassée vers cassée. Dans une interprétation de mécanisme de réaction-rupture dans le cadre d'une description cohésive, Fett [3] propose une formulation thermiquement activée avec une énergie d'activation U_0 . Fett [3] suggère de tenir en compte du taux d'humidité ($R.H$) en réduisant la valeur de l'énergie d'activation avec $R.H$ augmentant. En s'inspirant de ces approches, nous avons proposé un modèle cohésif fondé sur une description thermiquement activée, ayant une énergie d'activation U_0 de l'ordre de l'énergie de sublimation du matériau ($U_0 = 160\text{kJ/mol}$ à l'air ambiant pour les céramiques selon S.N Zhurkov [4]). Afin de prendre en compte la concentration locale en eau, nous proposons de considérer son influence en faisant l'hypothèse de sa dépendance avec l'énergie d'activation U . La dépendance précise du niveau d'énergie d'activation U avec la concentration locale en eau est à identifier. Afin d'illustrer un tel effet, nous allons considérer une variation de U vis-à-vis de la valeur de référence U_0 correspondant aux conditions ambiantes en prenant $U = 0.9 \times U_0$ pour des conditions pour lesquelles la concentration en eau augmente, et $U = 1.1 \times U_0$ pour un milieu plus sec.

Les simulations sont menées pour le polycristal de zirconne anisotrope dont la zone granulaire est composé de (8×8) grains avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Pour chacune des valeurs du seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 900, 1150$ et 1900MPa , nous considérons les contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration. Nous débutons alors par un chargement thermique uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$ représentatif de la variation de température pour un polycristal après solidification. Après ce chargement thermique, nous appliquons un chargement mécanique de fatigue statique à K_I constant. Les prédictions en termes de courbes $V-K_I$ sont présentées sur les figures IV.2(a), (b) et (c) pour chacune des valeurs de σ_n^0 considérées. Nous observons que la diminution de la valeur de l'énergie d'activation U avec la concentration en eau ($U = 0.9 \times U_0$) engendre une augmentation de la vitesse du régime I de fissuration lente. Ces résultats sont en accord avec les résultats expérimentaux disponibles dans la littérature (cf. Figure IV.1, Chevalier et al. [1]). En revanche, les simulations ne prédisent pas de variation du seuil de fissuration lente K_0 avec l'énergie d'activation. Cette dernière prédiction n'est pas en accord avec les observations de Chevalier et al. [1] qui ont observé une diminution K_0 en augmentant la concentration d'eau par exemple.

Nous examinons à présent l'influence de la concentration d'eau sur la fissuration lente en considérant sa dépendance, non seulement vis à vis de l'énergie d'activation U mais également *une dépendance du seuil d'activation* de réaction-rupture σ_n^0 avec la concentration en eau. Dès lors, nous considérons une diminution de U et du niveau de σ_n^0 avec l'augmentation de la concentration locale en eau. En

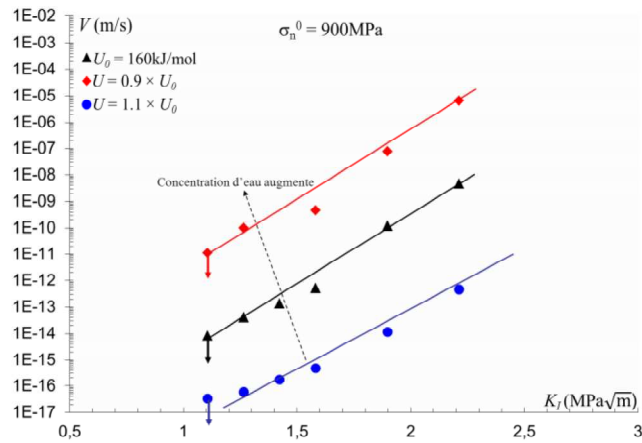
considérant la valeur du seuil d'endommagement $\sigma_n^{0,ref} = 900\text{MPa}$ et de l'énergie d'activation $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ comme valeurs références à l'ambiante, nous prenons le cas d'un milieu avec une concentration d'eau plus élevée pour $U = 0.9 \times U_0$ et $\sigma_n^0 = 0.9 \times \sigma_n^{0,ref}$ ($U = 144\text{kJ/mol}$ et $\sigma_n^0 = 810\text{MPa}$) correspondent à une diminution de 10% des valeurs de référence. Un milieu dont la concentration en eau est plus faible est considéré avec $U = 1.1 \times U_0$ et $\sigma_n^0 = 1.1 \times \sigma_n^{0,ref}$ ($U = 176\text{kJ/mol}$ et $\sigma_n^0 = 990\text{MPa}$), correspondant à une augmentation de 10% vis-à-vis des valeurs de référence à l'ambiante. Les résultats des courbes $V-K_I$ de fissuration lente associés sont reportés sur la Figure IV.3(a). Nous évaluons également l'influence de la valeur du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture $\sigma_n^{0,ref}$ sur ces prédictions en prenant $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ et $\sigma_n^{0,ref} = 1150$ et 1900MPa dont les courbes $V-K_I$ présentées sur les figures IV.3(b) et IV.3(c) respectivement. Nous considérons également une diminution de ces valeurs de 10% pour un milieu avec une concentration en eau plus élevée et une augmentation de ces valeurs de 10% pour un milieu avec une concentration en eau plus faible. Ainsi, nous observons que la réduction de la concentration d'eau engendre une augmentation de la cinétique de fissuration *et* une diminution du seuil de fissuration lente K_0 .

Ces résultats sont qualitativement en accord avec les observations expérimentales de l'influence de la concentration en eau sur la fissuration lente qui se traduit par une accélération de la cinétique de fissuration lente *et* une diminution du seuil de chargement K_0 avec la concentration d'eau augmentant. Pour prendre en compte le premier effet, nous montrons qu'une dépendance de l'énergie d'activation U avec sa valeur diminuant avec la concentration d'eau augmentant, rend en compte d'une accélération de la vitesse de fissuration lente. Cependant, il est nécessaire de tenir compte d'une dépendance similaire du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture σ_n^0 avec la concentration en eau pour rendre compte de la dépendance de K_0 avec la concentration d'eau.

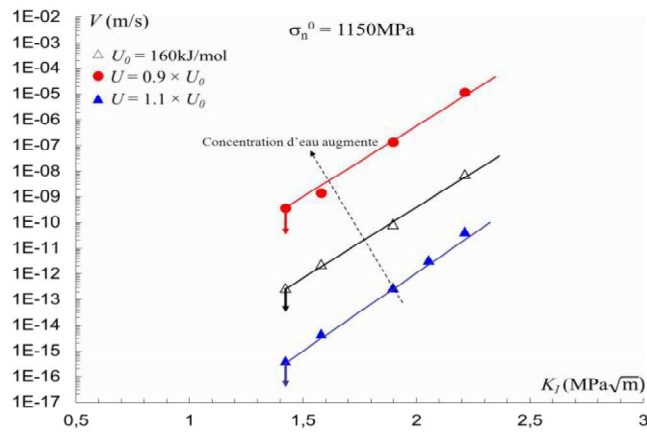
Dès lors, nous retenons que pour étudier l'influence de la concentration d'eau sur la fissuration lente dans les polycristaux de céramiques, deux paramètres sont à considérer : l'énergie d'activation U *et* la contrainte seuil d'endommagement σ_n^0 dépendant de la concentration locale en eau. L'énergie d'activation U influe sur la vitesse de fissuration qui augmente avec la concentration d'eau. La variation du seuil de fissuration lente K_0 avec la concentration d'eau est prédite si l'on considère une dépendance de la contrainte seuil σ_n^0 avec la concentration d'eau.

Dans le paragraphe suivant, nous évaluons l'influence de la température du milieu sur la fissuration lente dans un polycristal de zirconne.

(a)



(b)



(c)

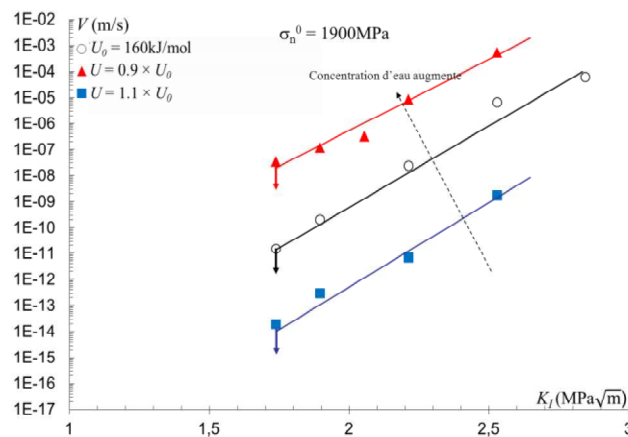
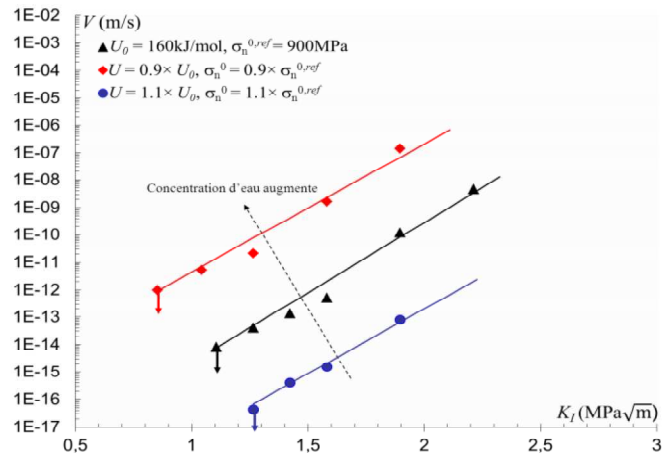
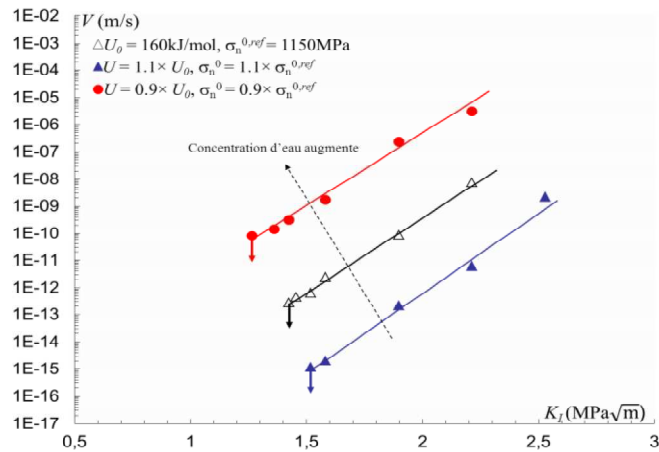


Figure IV.2 Influence de l'humidité avec une dépendance à l'énergie d'activation U sur la prédiction de la courbe V - K_I et le seuil K_0 dans un polycristal de zircon de $\Phi_G = 0,8\mu\text{m}$ et une énergie d'activation référence $U_0 = 160$ kJ/mol à l'air ambiant, (a) $\sigma_n^0 = 900$ MPa, (b) $\sigma_n^0 = 1150$ MPa, (c) $\sigma_n^0 = 1900$ MPa. La vitesse de fissuration augmente avec la concentration d'eau sans affecter le niveau de chargement seuil K_0 .

(a)



(b)



(c)

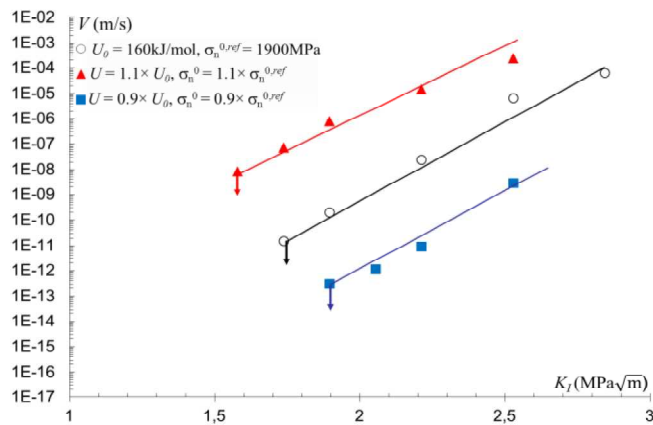


Figure IV.3 Influence de l'humidité avec une dépendance à l'énergie d'activation U et du seuil de réaction-rupture σ_n^0 sur la prédiction de la courbe $V-K_I$ et le seuil K_0 dans un polycristal de zircone de $\Phi_G = 0,8\mu\text{m}$. La vitesse de fissuration augmente et le seuil K_0 diminue lorsque la concentration d'eau locale augmente.

IV.1.2. Influence de la température sur la prédiction de la fissuration lente intergranulaire dans un polycristal de zirconne

La fissuration lente se caractérise par une dépendance du comportement vis-à-vis de l'environnement (concentration d'eau et température). Dans le paragraphe précédent, nous avons étudié l'influence de la concentration en eau locale sur la prédiction de fissuration lente dans un polycristal de zirconne, en montrant qu'il est nécessaire de prendre en compte une dépendance de l'énergie d'activation U et du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture σ_n^0 avec la concentration locale en eau pour rendre compte des observations présentées en figure IV.1 [1]

Dans ce paragraphe, nous examinons l'influence de la température sur la cinétique de fissuration et sur le niveau du chargement seuil K_θ . Chevalier et al [1] ont mis en évidence expérimentalement que l'influence de la température sur la fissuration lente intergranulaire dans des polycristaux de zirconne (cf. Figure IV.1) conduit à une augmentation de la cinétique de fissuration et une diminution du niveau de K_θ lorsque la température augmente, par exemple en comparant les conditions (eau, 25°C) et (eau, 75°C).

Afin d'estimer l'influence de la température sur la prédiction de la fissuration au sein d'un polycristal de zirconne, nous avons simulé des essais de fatigue statique à l'air chaud avec $T = 393\text{K}$, les résultats seront comparés à ceux menés à l'air ambiant avec $T = 293\text{K}$. Pour cela, nous considérons un polycristal de zirconne anisotrope dont la zone granulaire constituée de 8×8 grains avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Nous considérons les paramètres de zone cohésive de zirconne calibrés à l'air ambiant pour une énergie d'activation $U_\theta = 160\text{kJ/mol}$. Pour le cas à $T = 393\text{K}$, nous considérons un polycristal anisotrope pour lequel nous appliquons un chargement thermique $\Delta T = -1400\text{K}$. La réalité correspond à une mise en température depuis l'ambiante suivie d'un chargement mécanique soit une séquence en température : $-1500\text{K} \rightarrow +100\text{K}$, équivalente à une variation $\Delta T = -1400\text{K}$ en négligeant tout endommagement initial induit par le chargement thermique. Sur la figure IV.4, nous montrons la répartition de la composante σ_{yy} après un chargement uniforme de $\Delta T = -1400\text{K}$ (cf. Figure IV.4a) et $\Delta T = -1500\text{K}$ (cf. Figure IV.4b). Nous observons que la cellule granulaire présente un niveau de contrainte en compression pour $\Delta T = -1400\text{K}$ inférieur à celui obtenu pour $\Delta T = -1500\text{K}$. Un chargement thermique peut induire une fissuration pour une taille de grain bien plus grande que $\Phi_G = 1\mu\text{m}$ comme cela a été montré par M. Ortiz et al. [5] et comme nous le verrons par la suite. A partir du chargement thermique $\Delta T = -1400\text{K}$, nous appliquons un chargement mécanique de fatigue statique. Pour chacune des valeurs de seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 900, 1150$ et 1900MPa , les prédictions en termes des courbes $V-K_I$ sont reportées sur les figures IV.5(a), (b) et (c), où elles sont comparées à des simulations analogues à la température ambiante de 293K . En comparant, les variations des courbes $V-K_I$, entre les conditions air/293K et air/393K, les seuils K_θ et le stade I sont observés pour les

différentes valeurs de σ_n^0 considérées. Le niveau de chargement seuil K_0 diminue et la cinétique de fissuration augmente avec la température augmentant. La pente de la courbe $V-K_I$ apparaît peu affectée par la variation de la température. Ces observations sont en accord avec les résultats expérimentaux de Chevalier et al. [1]. L'accroissement de la vitesse en régime I est associé directement à celui de la cinétique de réaction-rupture δ_n^c (2.8). La diminution de K_0 est associée à celle des contraintes initiales thermiques plus basses lorsque la température augmente. Il n'apparaît pas nécessaire de prendre en compte de dépendance du seuil de réaction-rupture σ_n^0 avec la température.

Les résultats présentés dans cette partie IV.1 montrent que pour rendre compte des effets d'environnement (taux d'humidité et température), il est nécessaire de considérer une dépendance de l'énergie d'activation U et du seuil d'activation de réaction-rupture σ_n^0 avec la concentration en eau. L'influence de la température est décrite correctement avec la formulation de la cinétique de réaction-rupture δ_n^c (2.8) et la prise en compte des contraintes initiales thermiques.

Dans le paragraphe suivant, nous nous intéressons au vieillissement du polycristal de zirconie projeté plasma. Celui-ci sera étudié à l'échelle d'un splat par la fissuration intra-splat entre les grains colonnaires et ensuite à l'échelle des splats par la fissuration inter-splat entre les splats du polycristal.

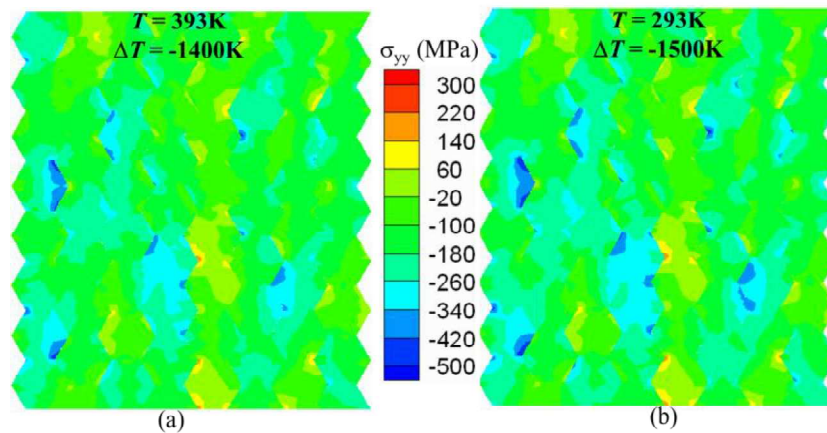


Figure IV.4 Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) après un chargement thermique issue de l'élaboration d'un polycristal de zirconie dont la taille de grain $\Phi_G = 1.8\mu\text{m}$. (a) Pour un chargement thermique $\Delta T = -1400\text{K}$ correspondant à une température de l'essai $T = 393\text{K}$ et (b) $\Delta T = -1500\text{K}$ correspondant à $T = 293\text{K}$. Le niveau des contraintes de compression pour $T = 393\text{K}$ est inférieur à celui de $T = 293\text{K}$.

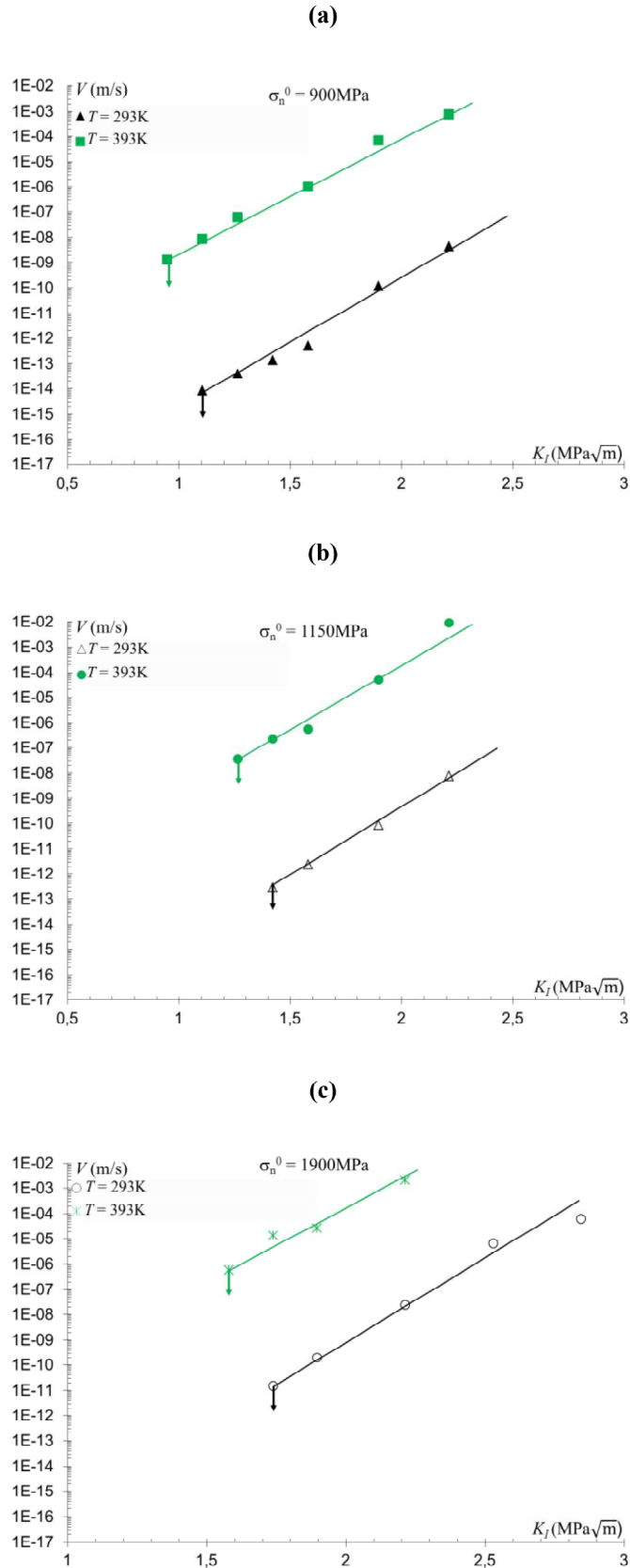


Figure IV.5 Influence de la température sur la fissuration lente intergranulaire de polycristal de zircone de $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$, (a) $\sigma_n^0 = 900\text{MPa}$, (b) $\sigma_n^0 = 1150\text{MPa}$ et (c) $\sigma_n^0 = 1900\text{MPa}$. Le seuil de chargement K_0 diminue et la vitesse de fissuration augmente avec la température.

IV.2. Etude de vieillissement d'une céramique élaborée par projection plasma

Le processus d'élaboration par projection plasma aboutit à une structure à deux échelles (cf. Figure IV.6) : (i) un empilement de splats d'environ $30\mu\text{m}$ de diamètre et quelques microns d'épaisseur, (ii) ces splats sont composés de grains colonnaires dont la taille de grain vaut $\Phi_G \approx 1\mu\text{m}$.

Le procédé induit un refroidissement rapide avec une variation de température de $\Delta T = -1500\text{K}$ qui induit des contraintes initiales d'origine thermique intra-splat *et* inter-splat de par la désorientation des grains colonnaires de splat à splat. Il s'agit d'évaluer si la relaxation de ces contraintes engendre un endommagement initial du matériau. Ceci sera étudié à l'échelle intra-splat qui peut induire des fissures entre les joints de grains *et* à l'échelle inter-splat par fissuration entre les splats, sans l'application de chargement extérieur, on parle alors de vieillissement. L'influence de l'environnement en termes de température et de concentration en eau sur l'endommagement induit par vieillissement sera également étudiée.

Ensuite, nous évaluons l'influence du vieillissement sur la prédiction de la fissuration lente intergranulaire intra-splats soumis à un chargement mécanique en fatigue statique.

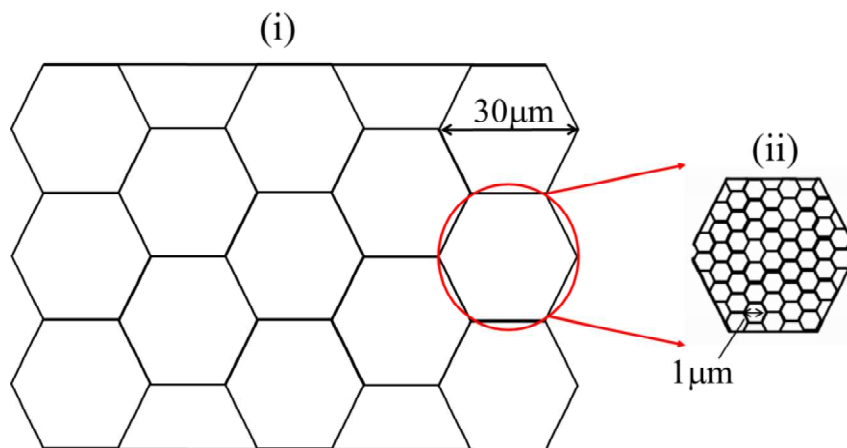


Figure IV.6 Description schématique de la microstructure d'une céramique projetée plasma avec deux échelles de longueur caractéristique, (i) l'empilement des splats et (ii) la structure colonnaire intra-splat.

IV.2.1. Prise en compte du vieillissement dans un polycristal de zirconne projetée plasma à l'échelle intra-splat

A la suite de l'élaboration par projection plasma, le polycristal de zirconne est soumis à un refroidissement $\Delta T = -1500\text{K}$. Dans le paragraphe III.3.1 du chapitre précédent, nous avons évalué les contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration, dans un splat du polycristal de zirconne. Le polycristal est modélisé par une zone granulaire immergée dans un continuum élastique linéaire isotrope, une fissure débouchant sur la zone granulaire est considérée et la fissuration intergranulaire (intra-splats) le long des joints grains autorisée par des zones cohésives mimant la rupture (cf. Figure III.1). L'analyse de la fissuration lente intra-splat, le long des joints de grains colonnaires est analogue à celle présentée dans les polycristaux obtenus par frittage au chapitre 3 : des fissures émergent en bordures des splats qui peuvent être chargées en mode *I*. L'ensemble des splats entourant la zone colonnaire considérée est représenté par un milieu homogène équivalent dont les propriétés élastiques et thermiques seront précisées. Nous considérons dès lors le problème décrit au chapitre 3. Pour tenir compte des contraintes initiales, les propriétés mécanique et thermiques de chaque grain sont ceux de la zirconne (Tableau II.1 et Tableau III.2) et dans un premier temps le milieu homogène équivalent possède les propriétés isotropisées E^{iso} , ν^{iso} et α^{iso} calculées au paragraphe III.3.1. Nous débutons par un chargement thermique dont les conditions limites sont présentées sur la figure IV.7(a). Sur la figure IV.7(b), nous présentons la répartition de la composante σ_{yy} après un refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$ pour une zone granulaire correspondant aux grains colonnaires d'un splat de 8×8 grains avec une taille de grain $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Nous observons que la désorientation locale aboutit à une répartition entre des zones en traction et des zones en compression du fait de l'anisotropie mécanique et thermique des grains de la zone granulaire. De ce fait, un pré-endommagement des zones cohésives a lieu dans les régions en traction dont la traction normale est supérieure au seuil d'endommagement σ_n^0 . A partir de cet état, nous permettons maintenant la relaxation de ces contraintes initiales thermiques. Le niveau du seuil d'activation σ_n^0 du mécanisme de réaction-rupture est ici important : si aucune contrainte agissant sur les surfaces cohésives ne dépasse σ_n^0 , aucune fissuration n'a lieu. La valeur du seuil d'endommagement σ_n^0 varie de 0 à 30% de la contrainte athermique σ_c (cf. Zhu et al. [2]). Par contre, une relaxation des contraintes thermiques pour plusieurs valeurs de σ_n^0 montre qu'aucune fissuration n'aura lieu pour σ_n^0 supérieure à 500MPa. Ainsi, nous considérons une valeur de seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 400\text{MPa} \approx 4\% \sigma_c$.

Sur la figure IV.8(a), nous reportons la répartition de la composante σ_{yy} après relaxation des contraintes initiales thermiques. L'activité de réaction-rupture a lieu pendant un temps correspondant à 18 mois, avant que toutes les contraintes agissant sur les surfaces cohésives ne diminuent jusqu'à un niveau inférieure à σ_n^0 . Dès lors, le processus de réaction rupture n'est plus actif. Sur la figure IV.8(b), nous reportons les positions (*X-Y*) des fissures induites après relaxation des contraintes initiales

thermiques. Nous observons que les zones initialement fissurées sont petites au regard de la taille de la zone granulaire considérée. Leur influence sur la prédiction de la fissuration lente est étudiée par l'application d'un chargement postérieur de fatigue statique.

A partir de cet état endommagé par la relaxation des contraintes initiales thermiques, nous appliquons un chargement de fatigue statique avec une charge K_I constante et nous analysons l'accommodation du chargement par fissuration intergranulaire. Sur la figure IV.9, nous présentons les chemins de fissuration (X - Y) pour les différents niveaux de chargement K_I appliqués. Nous observons que les trajectoires de fissuration sont tortueuses. Pour différents niveaux de chargement appliqués, nous reportons les vitesses de propagation correspondantes dans une courbe V - K_I reportée en figure IV.10. Un arrêt de la fissuration est observée pour $K_0 = 0.79\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ dont l'arrêt de fissure est présenté sur la figure IV.9.

En comparant ces résultats au cas du polycristal de zirconne dont les contraintes initiales thermiques ne sont pas relaxées, avec la même distribution d'orientation des grains et le même niveau de la contrainte seuil du réaction-rupture $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$, nous observons que les deux courbes V - K_I prédites apparaissent confondues. Egalement, nous prédisons une valeur identique du seuil de chargement $K_0 = 0.79\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ en dessous de laquelle la fissuration n'a pas lieu.

A partir de ces résultats, nous retenons que l'endommagement induit par vieillissement à l'échelle intra-splat en relaxant les contraintes initiales thermiques n'influence pas la cinétique de fissuration et le seuil de fissuration lente intergranulaire dans le polycristal de zirconne élaboré par projection plasma et soumis à un chargement de fatigue statique. Même si des pré-fissures existent dans la zone intra-splat, leur distance vis-à-vis de la fissure principale émergeant au bord n'est pas suffisante pour modifier la vitesse de propagation dans le régime I et le seuil d'arrêt K_0 .

Dans le paragraphe suivant, nous évaluons l'endommagement engendré par le vieillissement à l'échelle des splats par fissuration inter-splat.

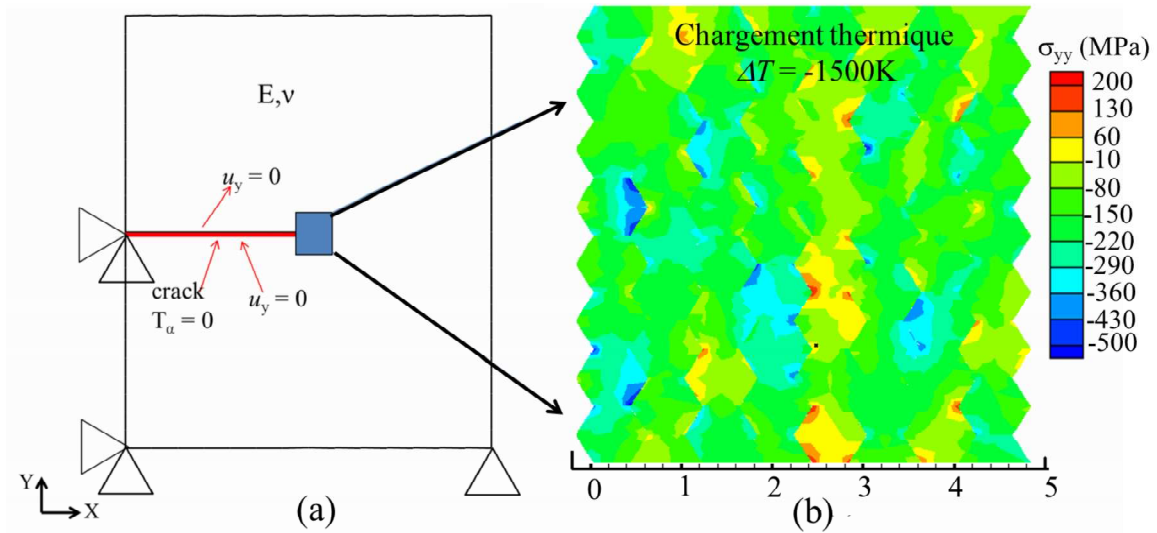


Figure IV.7 a) Description schématique des conditions aux limites appliquées pour le chargement thermique à l'échelle d'un splat du polycristal de zircone, (b) Répartition de la composante σ_{yy} (MPa) issues de l'élaboration par projection plasma de $\Delta T = -1500$ K.

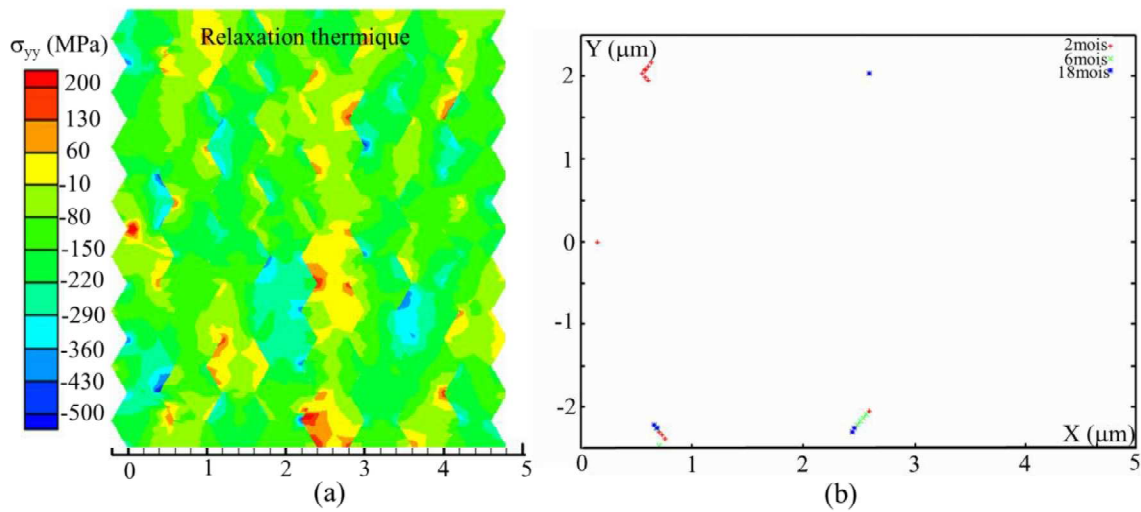


Figure IV.8 Relaxation des contraintes initiales d'origine thermique, pendant 18 mois pour un seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 400$ MPa. (a) Répartition de la composante σ_{yy} après relaxation, (b) position (X-Y) des fissures observées après relaxation des contrainte initiale thermique.

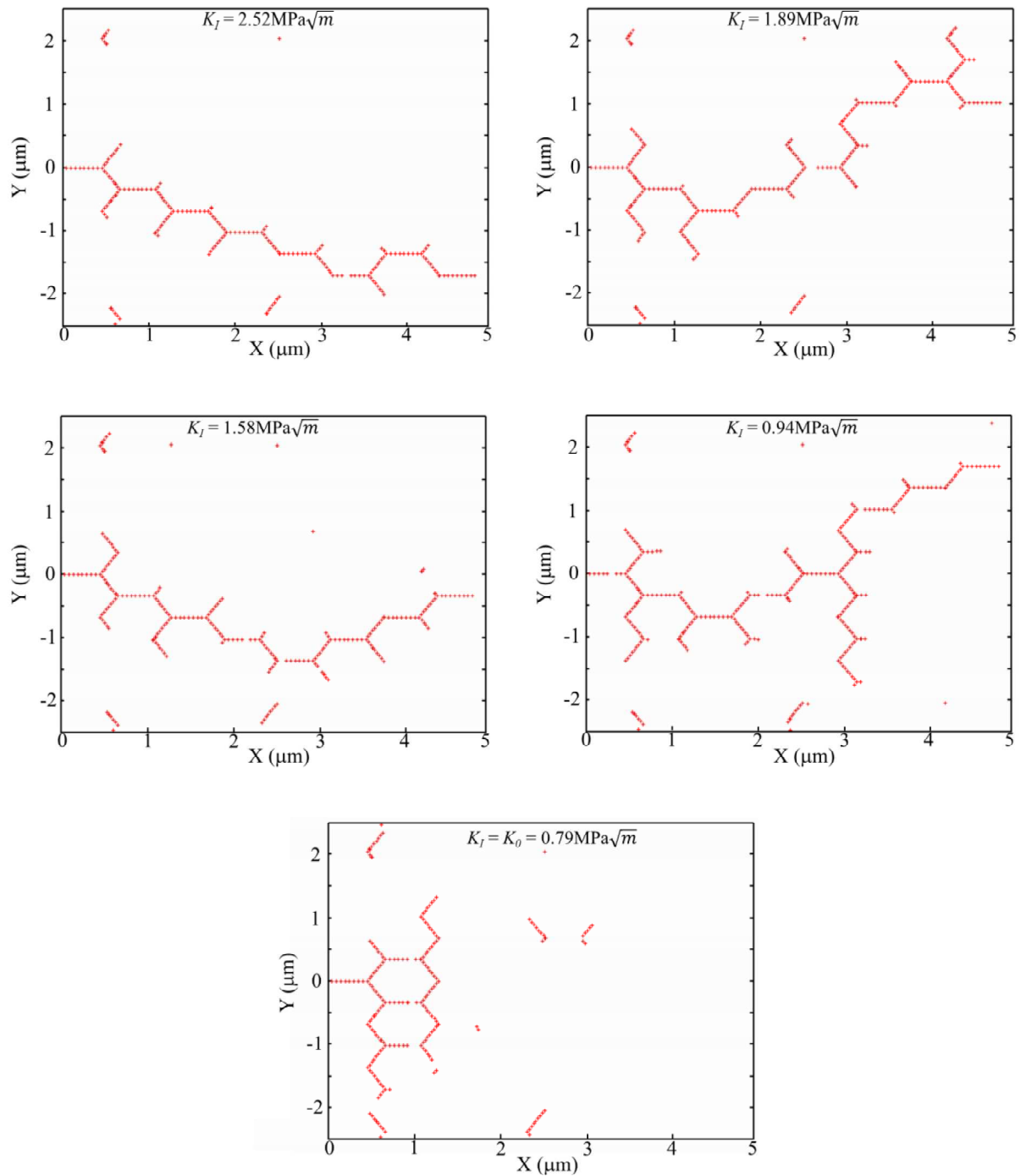


Figure IV.9 Chemins de fissuration intra-splat obtenus pour le polycristal de zircon ($\Phi_G = 0.8 \mu\text{m}$) anisotrope après relaxation des contraintes thermiques initiales et soumis à un chargement de fatigue statique pour différentes valeurs de K_I . Pour $K_I = K_0 = 0.79 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la fissure est stoppée.

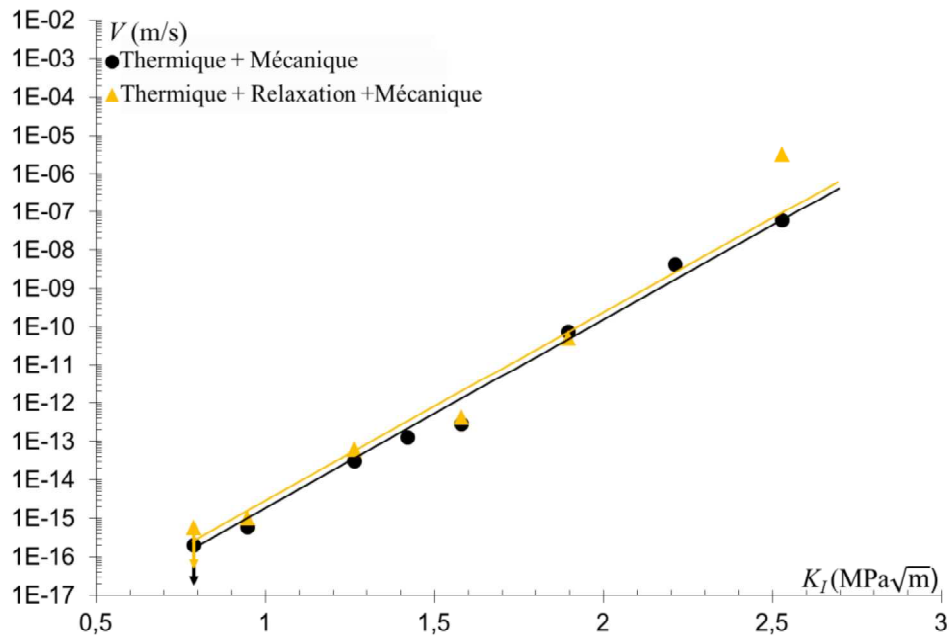


Figure IV.10 Influence de vieillissement pris en compte par la relaxation des contraintes initiales thermiques induites à l'échelle des grains colonnaires dans un splat de zircone élaborée par projection plasma sur son comportement à la fissuration lente sous un chargement mécanique de fatigue statique.

IV.2.2. Etude du vieillissement à l'échelle inter-splats

Dans le paragraphe précédent nous avons évalué l'endommagement par relaxation des contraintes initiales d'origine thermique d'un polycristal de zircone élaboré par projection plasma à l'échelle (ii) des grains colonnaires d'un splat. Après la relaxation des contraintes initiales thermiques dans la zone granulaire, les zones initialement fissurées apparaissent petites au regard de la taille de la zone granulaire considérée et sans influence sur K_0 et le régime I .

Dans ce paragraphe, nous étudions la fissuration pouvant avoir lieu entre les splats. Les splats sont approximés à des hexagones similaires à ceux qui étaient considérés pour les grains colonnaires mais leur taille est plus grande (cf. Figure IV.11). Les splats sont composés de grains colonnaires élastiques anisotropes d'orientations aléatoires. Ainsi, si nous considérons un ensemble de splats à un niveau z donné de l'empilement, chaque splat contient un ensemble des grains colonnaires. Entre deux splats adjacents (cf. Figure IV.11a), les grains colonnaires en regard entre deux splats voisins ne sont pas en coïncidence pour ce qui concerne leur orientation cristallographique : une désorientation locale le long des arrêtes des splats est observée. Nous simplifions cette désorientation le long des arrêtes des splats en considérant une orientation cristallographique uniforme par splat (cf. Figure IV.11b). L'objectif est d'évaluer l'influence d'une telle désorientation sur la fissuration inter-splats. Cette dernière est représentée par le modèle cohésif calibré au chapitre 2 et utilisé au chapitre 3. Ne disposant pas de données expérimentales pour la calibration des paramètres cohésifs afin de décrire la fissuration inter-splat, nous considérons les propriétés cohésives calibrées à l'air ambiant pour le monocristal de zircone (cf. Tableau II.3).

Dès lors, la fissuration inter-splat est autorisée. La dimension des hexagones est ici de l'ordre des splats. Dans un premier temps, nous considérons une taille de splat $\Phi_s = 16\mu\text{m}$ (cf. Figure IV.12(a)). Les splats considérés sont anisotropes avec une symétrie cubique dont les propriétés mécaniques sont identiques à celles des grains colonnaires de zircone reportés dans le tableau II.2. De plus, les splats présentent une anisotropie thermique dont les coefficients de dilatation thermique sont aussi identiques à ceux des grains reportés dans le tableau III.1. Une désorientation aléatoire de splat à splat est considérée.

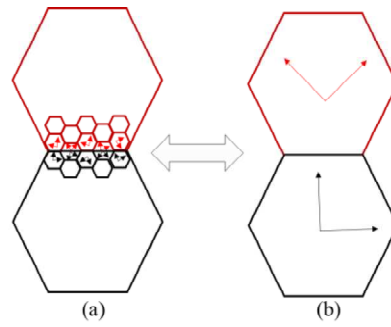


Figure IV.11 Représentation schématique de la configuration utilisée pour modéliser la microstructure élaborée par projection plasma à l'échelle des splats. Les splats sont constitués des grains anisotropes d'orientations aléatoires, ainsi les splats sont modélisés par des hexagones avec une désorientation moyenne.

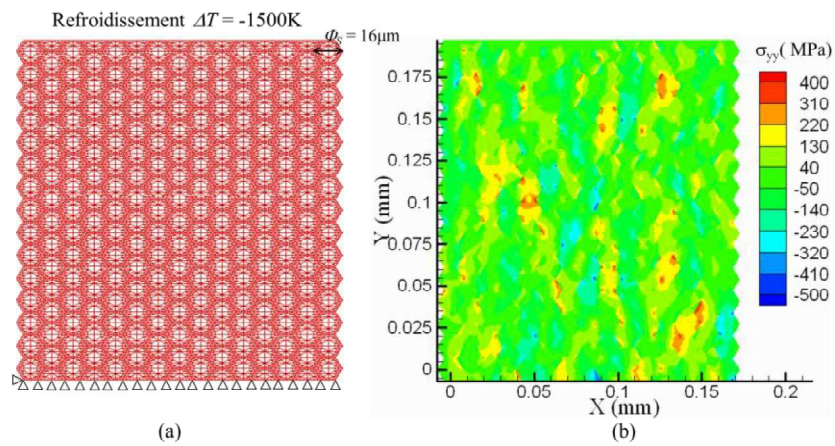


Figure IV.12 (a) Maillage et conditions aux limites appliquées pour le chargement thermique pour un polycristal de zircone projetée plasma à l'échelle des splats, le matériau est modélisé par de 15×15 splats avec une taille $\phi_s = 16\mu\text{m}$, (b) Répartition de la contrainte σ_{yy} (MPa) refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$.

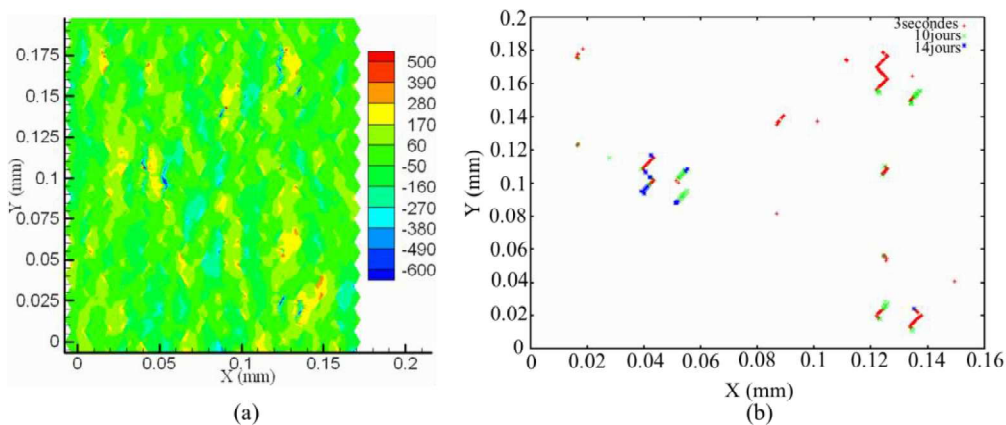


Figure IV.13 (a) Répartition de la contrainte σ_{yy} (MPa) après la relaxation des contraintes initiales thermiques pour une durée de relaxation de 14 jours, à l'air ambiant, (b) lieux de fissuration inter-splat entre les splats issus de la relaxation de contrainte thermique initiale.

Afin d'étudier le phénomène du vieillissement à l'air ambiant par la relaxation des contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration, nous débutons par l'application d'un refroidissement $\Delta T = -1500\text{K}$ dont les conditions aux limites sont reportées sur la figure IV.12(a). Sur la figure IV.12(b), nous présentons la répartition de la composante de contrainte σ_{yy} à l'état initial après le chargement thermique. Nous observons une répartition de contrainte avec des régions en traction et des régions en compression et des niveaux de contrainte identiques à ceux observés dans un splat à l'échelle des grains colonnaires. A partir de cet état initial, nous permettons la relaxation de ces contraintes thermiques par fissuration inter-splat. Nous considérons une valeur de seuil d'endommagement $\sigma_n^0 = 400\text{MPa}$ pour permettre des zones cohésives inter-splat pré-fissurées initialement dont le niveau de la contrainte normal σ_n est supérieur à σ_n^0 . Un tel niveau de seuil σ_n^0 du mécanisme de réaction-rupture inter-splat suppose que ce dernier est plus facile ou également facile à déclencher qu'à l'intérieur d'un splat.

Sur la figure IV.13(a), nous présentons la distribution de la contrainte σ_{yy} après la relaxation thermique pour un temps de relaxation de 14 jours. Après ce temps de 14 jours, l'ensemble des zones cohésives a un niveau de traction σ_n inférieur au seuil σ_n^0 . Cette observation correspond donc à la fissuration initiale induite par le procédé d'élaboration. La cinétique de fissuration initiale se déroule en deux étapes. D'abord une fissuration quasi-instantanée ($t \approx 3\text{secondes}$) puis l'apparition de fissuration jusqu'à un temps maximum de 10 - 14 jours. Les lieux où une fissure est apparue à différents instants au cours de la relaxation sont reportés sur la figure IV.13(b). Nous observons un amorçage des fissures inter-splat au bout d'un temps de relaxation quasi-instantanée $t = 3\text{s}$ à différents endroits du polycristal. Ce sont les régions présentant des concentrations de contrainte initiales les plus élevées où les fissures s'amorcent et suivent des chemins durant leurs propagations qui dépendent de la désorientation entre les splats. Au cours de sa propagation la fissure s'arrête si elle rencontre une région qui est suffisamment en compression avec un niveau local de contrainte inférieure au seuil d'endommagement σ_n^0 .

Nous observons ainsi qu'à l'échelle inter-splats, considérée ici comme étant de gros grains, une fissuration initiale est observable. Dans ce qui suit, nous étudions l'influence de la température et/ou de la concentration locale en eau sur la fissuration inter-splat induite par la relaxation des contraintes initiales thermique issues de l'élaboration du polycristal par projection plasma.

IV.2.2.1. *Influence du taux d'humidité sur la fissuration lente inter-splat issue de la relaxation des contraintes thermiques initiales*

Dans le paragraphe précédent, nous avons observé que la microstructure à l'échelle des splats est sensible à une fissuration initiale associée à l'élaboration et un refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$. L'objectif de ce paragraphe est d'évaluer comment l'augmentation de la concentration locale en eau influence la fissuration inter-splat induite par la relaxation des contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration du matériau par projection plasma. Ces conditions correspondent à celle d'un vieillissement accéléré que l'on impose afin d'étudier la durabilité du matériau et son intégrité mécanique vis-à-vis de la fissuration lente.

Nous considérons une zircone élaborée par projection plasma formée des splats avec une taille $\Phi_s = 16\mu\text{m}$, soumis dans un premier temps à un chargement thermique de $\Delta T = -1500\text{K}$ (cf. Figure IV.12(a)). A noter qu'une taille $\Phi_s = 16\mu\text{m}$ est considérée afin d'obtenir des résultats de simulations dans un temps raisonnable. Si nous avons considéré une taille de splat plus grande ou égale à $30\mu\text{m}$ comme c'est observé expérimentalement, le nombre de degrés de liberté à prendre en compte aurait été notablement augmenté ainsi que le temps de calcul associé. Toutefois, avec une taille de splat de $16\mu\text{m}$ au lieu de $30\mu\text{m}$, la fissuration initiale prédite est en accord avec les prédictions de Ortiz et Suresh [5]. Les tendances observées ici pour des splats de $16\mu\text{m}$ seraient également observées pour des splats de $30\mu\text{m}$.

Nous étudions l'influence de la concentration locale en eau via l'énergie d'activation U intervenant dans la cinétique de réaction-rupture δ_n^c (2.8). L'énergie d'activation U diminue avec la concentration locale en eau augmentant. Avec l'énergie d'activation de référence $U_0 = 160\text{kJ/mol}$ à l'air ambiant, un milieu avec une concentration d'eau plus élevée est considéré pour $U = 0.9 \times U_0$. Nous prenons également $\sigma_n^0 = 0.9 \times 400\text{MPa} = 360\text{MPa}$.

Sur la figure IV.14, nous reportons les zones à une fissure est apparue au cours de la relaxation des contraintes initiales thermiques. Nous observons que l'augmentation de la concentration locale en eau conduit à un accroissement de la fissuration inter-splat, les endroits fissurés apparaissent plus nombreux par rapport à ceux observés à l'air ambiant (cf. Figure IV.13b). Ainsi, une cinétique de réaction-rupture plus grande conduit à une fissuration plus importante. Cet effet est corrélé à une accélération de la fissuration lente en milieu humide comme nous l'avons observé au chapitre 3. Les lieux où une fissure est apparue, plus nombreux que dans les conditions ambiantes reportées en figure I.V.13b, correspondent à un état de réaction-rupture finalisé jusqu'à l'ouverture Δ^{cr} alors qu'ils n'atteignaient pas cette condition lors de la relaxation à l'air. Dès lors, l'endommagement initial et la fissuration associée augmente avec la concentration locale en eau.

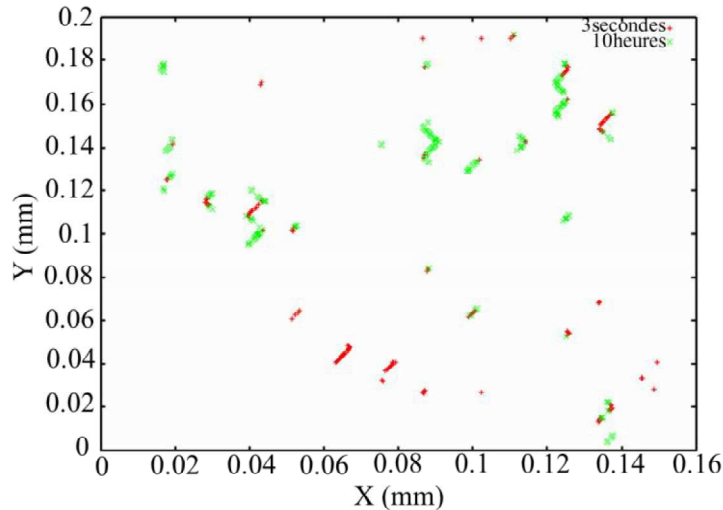


Figure V.14 Lieux de fissuration représentant l'influence de l'humidité avec une dépendance de l'énergie d'activation $U_0(R.H)$. L'augmentation de la concentration locale en eau favorise la fissuration inter-splat de la zircone élaborée par projection plasma.

IV.2.2.2. *Influence de la température sur la fissuration lente inter-splats issue de la relaxation des contraintes thermiques initiales*

Nous évaluons maintenant l'influence de la température sur la fissuration inter-splats issue de la relaxation des contraintes initiales thermiques.

Afin d'étudier l'influence de la température, nous simulons la relaxation des contraintes initiales thermiques à l'air chaud pour une température $T = 393\text{K}$. Ceci correspond à un refroidissement initial $\Delta T = -1400\text{K}$ au lieu de $\Delta T = -1500\text{K}$ considéré au paragraphe précédent. Cette nouvelle condition conduit à une répartition des contraintes initiales d'origine thermique avec un niveau en traction et en compression inférieur à celui pour $\Delta T = -1500\text{K}$. Nous considérons les mêmes propriétés identifiées à l'air ambiant pour la zone cohésive. Sur la figure IV.15, nous reportons les lieux où une fissure est apparue où nous observons un taux de fissuration plus grand avec des fissures apparaissant dans tout le volume alors qu'elles sont plus localisées en figure IV.13b dans la simulation à l'air ambiant.

A partir de ces résultats, nous retenons que la zircone projetée plasma est sensible au vieillissement thermique à l'échelle inter-splats. Le vieillissement thermique ayant lieu pour une température supérieure à celle à l'ambiante conduit à une accélération de la cinétique de réaction-rupture δ_n^c (2.8) et malgré une diminution du niveau des contraintes initiales de traction *et* de compression. La conjonction de ces deux effets aboutit à un taux de fissuration inter-splat plus important que celui observé en condition ambiante (cf. Figure IV.13b) ou pour la concentration en eau augmentée (cf. Figure IV.14).

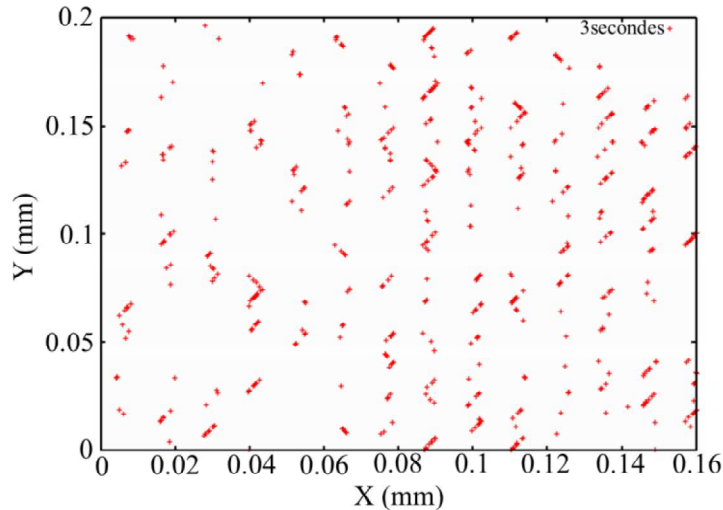


Figure V.15 Influence de la température sur la fissuration inter-splat de la zircono projetée plasma. Les taux de fissuration inter-splat à $T = 393\text{K}$ est notablement supérieur à celui en conditions ambiantes (cf. Figure IV.13b).

IV.2.2.3. *Influence d'un pré-endommagement par vieillissement du milieu homogène équivalent sur la fissuration intra-splat*

Dans les paragraphes précédents, nous avons observé que la zircono projetée plasma est sensible à une fissuration consécutive à l'élaboration avec des fissures induites par relaxation des contraintes initiales thermiques dans les conditions ambiantes. Le taux de fissures inter-splats augmente avec la concentration en eau et surtout en augmentant la température pour laquelle la relaxation a lieu. Ces états fissurés peuvent être représentés par un milieu homogène équivalent endommagé.

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l'influence de cet endommagement initial du milieu homogène équivalent sur la prédiction de la fissuration lente *intra-splat* entre les grains colonnaires de la zircono élaborée par projection plasma et soumis à un chargement mécanique de fatigue statique.

Lorsque l'on modélise la fissuration inter-colonnaire, un polycristal 2D est considéré et représenté par une zone granulaire immergée dans un continuum linéaire isotrope représentant le milieu homogène équivalent (cf. Figure III.1). Or, la fissuration initiale, éventuellement accentuée par vieillissement hygrothermique apparaît notable de splat à splat et modeste au sein des splats. Dès lors, nous tenons compte de cet endommagement initial avec une réduction des modules élastiques du milieu homogène équivalent.

Ainsi, nous considérons les cas d'une microstructure endommagée dont le module d'Young du continuum équivalent diminue de 25% et 50% vis-à-vis de sa valeur référence considérée

$E^{ref} = 315\text{GPa}$. Nous étudions la fissuration lente dans un splat dont les grains colonnaires sont représentés par un polycristal 2D constitué de 8×8 grains dont la taille est $\Phi_G = 0.8\mu\text{m}$. Ce polycristal est immergé dans un continuum isotrope avec une préfissure débouchant dans la zone granulaire (cf. Figure III.1). Pour chacune des valeurs du module d'Young E du continuum homogène équivalent, nous appliquons un refroidissement lié à l'élaboration $\Delta T = -1500\text{K}$. Ensuite, nous appliquons un chargement mécanique de fatigue statique pour différents niveaux de chargement K_I . Pour chacune des valeurs de chargement, nous estimons la vitesse de fissuration moyenne.

Sur la figure IV.16, nous reportons dans le diagramme $V-K_I$ les résultats de simulation des deux cas correspondant au milieu homogène équivalent endommagé, qui sont comparés à celui obtenu dans le cas sans endommagement initial. Pour un niveau de chargement K_I donné, nous observons une augmentation de la vitesse de fissuration lente à mesure que le module d'Young du milieu homogène équivalent diminue, ainsi qu'une diminution de seuil de fissuration lente K_θ . Toutefois, en reportant les prédictions de fissuration lente dans un graphe $V-G$ où V est la vitesse de fissuration et G le taux de restitution d'énergie, les courbes $V-G$ correspondant aux différentes valeurs de E apparaissent proches (cf. Figure IV.15). Surtout, le seuil de fissuration lente G_θ observé ne varie pas avec le niveau d'endommagement du milieu homogène équivalent. Ceci signifie que la vitesse de fissuration lente intrinsèque est identique dans tous les cas. En revanche, le niveau de chargement en K_I et plus généralement en force associé à G_θ diminue avec le taux d'endommagement initial. A l'inverse la déformation associée à G_θ augmente avec le taux d'endommagement du milieu homogène équivalent.

Dès lors, les conditions de chargement à considérer pour établir le dimensionnement de telles microstructures sont à définir avec précaution.

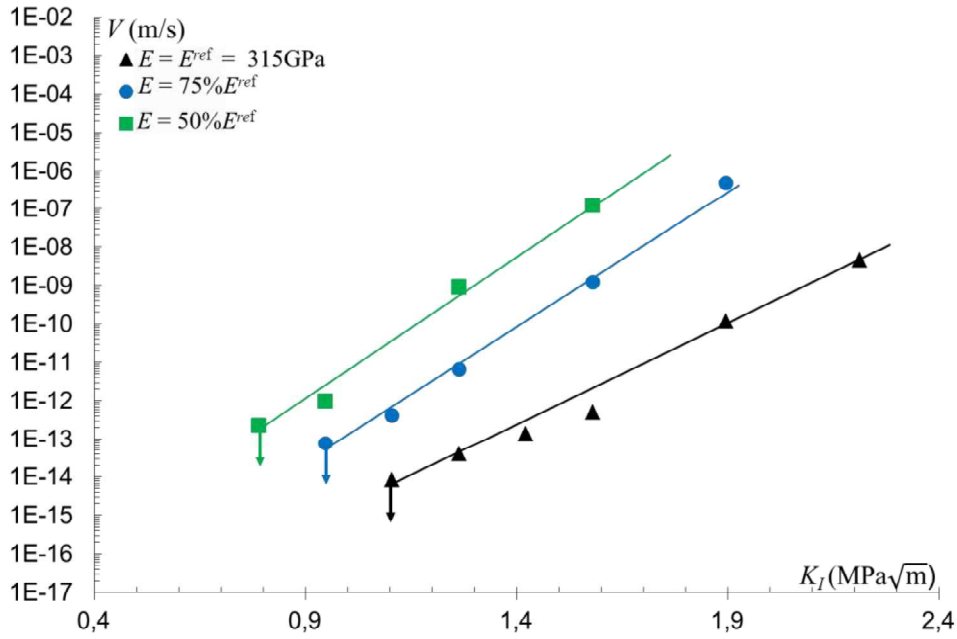


Figure IV.16 Courbes V – K_I représentant l'influence de l'endommagement du continuum isotrope équivalent représenté par un module d'Young réduit, sur la résistance à la fissuration lente intra-splat de la zirconne. Pour un niveau de chargement K_I , la cinétique de fissuration augmente et le seuil de fissuration lente K_{I0} diminue en diminuant E et donc avec l'endommagement initial augmentant.

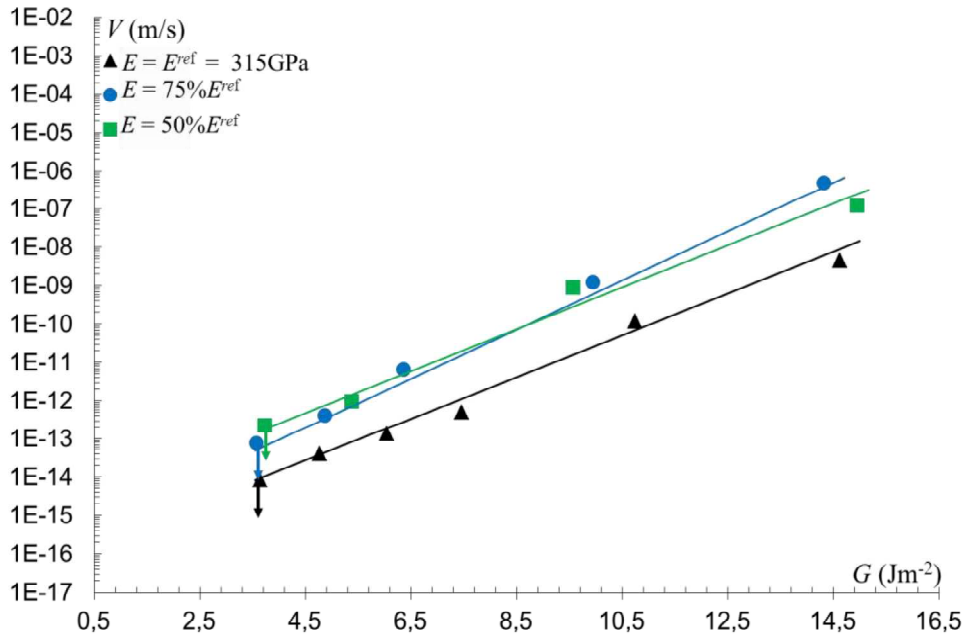


Figure VI.17 Courbes V – G représentant l'influence de l'endommagement du continuum isotrope équivalent représenté par un module d'Young réduit, sur la résistance à la fissuration lente intra-splat de la zirconne. Les courbes V – G prédites sont proches et le seuil de fissuration lente intra-spat G_0 prédit identique quel que soit l'endommagement initial du milieu homogène équivalent.

IV.3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la réponse en fissuration lente d'une zircone élaborée par projection plasma. Nous avons commencé par étudier l'influence de l'environnement et notamment celui de la concentration en eau et de la température sur la prédiction de la fissuration lente inter-colonnaire à l'intérieur d'un splat de zircone. Les résultats expérimentaux disponibles dans la littérature montrent une augmentation de la cinétique de fissuration du stade *I* et une réduction du seuil de fissuration lente dans le polycristal de zircone en augmentant la concentration locale en eau et/ou la température. Dans ce travail, nous avons montré que l'influence de l'environnement peut être considérée par notre méthodologie de zone cohésive. Nous avons montré que l'influence de la concentration d'eau sur la fissuration lente pourra être prise en considération par une dépendance de l'énergie d'activation $U(R.H)$ du mécanisme de réaction-rupture. Cette dernière considération rend compte de la cinétique d'accélération de la fissuration lente qui augmente avec la concentration d'eau augmentant. Cependant, il est nécessaire de tenir compte d'une dépendance similaire du seuil d'activation σ_n^0 du mécanisme de réaction-rupture avec la concentration en eau, afin de rendre compte de la dépendance de K_θ avec la concentration d'eau.

Ensuite, nous avons étudié l'influence de la température sur la prédiction de la fissuration lente. Nous avons observé que l'augmentation de la température du milieu induit une augmentation de la vitesse de fissuration pour un chargement donné lié à la cinétique de réaction-rupture δ_n^c et une réduction du niveau du seuil de fissuration lente K_θ liée à une réduction des contraintes initiales d'origine thermique avec T augmentant.

Dans la deuxième partie, nous avons évalué l'influence de la relaxation des contraintes initiales thermiques issues de l'élaboration. Cette étude a été menée à (i) l'échelle d'un intra-splat au niveau des grains colonnaires et à (ii) à l'échelle des inter-splats.

L'étude du vieillissement à l'échelle des grains colonnaires dans un splat montre une fissuration modeste issue de la relaxation des contraintes initiales thermiques. A partir de cet état initial, l'application d'un chargement mécanique de fatigue statique montre que l'endommagement initial à l'échelle des grains colonnaires n'influe pas son comportement à fissuration lente intra-splat.

Dans une deuxième partie, nous avons considéré l'endommagement initial issu de la relaxation des contraintes initiales d'origine thermique à l'échelle inter-splats. Les splats sont modélisés par des hexagones de diamètre $16\mu\text{m}$. La désorientation cristallographique le long des arêtes est prise en compte de manière simplifiée avec des splats comportant une orientation cristallographique uniforme. L'anisotropie thermique et mécanique des splats a été prise en compte de manière analogue à celle des grains colonnaires. Une désorientation de splat à splat a été considérée et des zones cohésives sont insérées entre les splats afin de permettre la fissuration inter-splat. Un refroidissement uniforme $\Delta T = -$

1500K lié à l'élaboration est appliqué. Ensuite la relaxation des contraintes thermiques initiales générées a été permise. Les résultats de ces simulations ont montré l'apparition de fissures inter-splats induites par relaxation thermique, avec un taux de fissuration engendrant un endommagement initial notable.

L'influence de l'environnement sur l'endommagement engendré par la relaxation des contraintes initiales thermiques induisant des fissures inter-splat a été étudiée. Nous avons observé que le taux de fissures inter-splats augmente avec la concentration en eau et surtout avec la température pour laquelle la relaxation a lieu. Augmenter simultanément la température et la concentration en eau conduit à un vieillissement accéléré qui se manifeste par un taux de fissuration inter-splat accru.

Nous avons évalué l'influence de cette fissuration initiale en définissant un milieu homogène équivalent endommagé en considérant une réduction de ses modules élastiques, sur la prédiction de la fissuration lente *intra-splat* entre les grains colonnaires de la zirconne élaborée par projection plasma. Dès lors, des fissures débouchant en périphérie de splats apparaissent, la fissuration lente étant gouvernée par la cinétique de propagation intra-splat, nous avons alors considéré la configuration de chargement avec une zone granulaire immergée dans un milieu homogène équivalent endommagé représentant l'ensemble des splats fissurés. Une réduction du module d'Young équivalent E du polycristal soumis à un chargement de fatigue statique a montré une augmentation de la vitesse de fissuration lente pour un niveau de chargement K_I donné et une réduction du niveau seuil K_0 . Par contre, lorsque l'on compare la résistance à la fissuration lente en reportant les vitesses de fissuration prédites en fonction de taux de restitution d'énergie G , nous prédisons un comportement à la fissuration lente peu influencé par les modules élastiques du milieu homogène équivalent, sain ou endommagé. Les courbes $V-G$ sont proches et le seuil de fissuration lente G_0 est identique. Ainsi, le dimensionnement « en force » ou en « déplacement » imposé emploiera la valeur de K_0 ou de G_0 , cette dernière tenant compte de l'influence du comportement moyen ou homogénéisé du matériau.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Chevalier, C. Olagnon, G. Fantozzi, «Subcritical crack propagation in 3y-tzp ceramics : static and cyclic fatigue,» *J. Am. Ceram. Soc.*, 82(11) :3129-3138, 1999.
- [2] T. Zhu, J. Li, X. Lin and S. Yip «Stress dependent molecular pathway of silica-water reaction,» *J. Mech. Phys. Solids*, 53 :1957-1623, 2005.
- [3] T. Fett, «A fracture-mechanical theory of subcritical crack growth in ceramics,» *International Journal of fracture*, 54: 177-130, 1992.
- [4] S. Zhurkov, «kinetic concept of the strength of solids,» *J. Fract. Mech*, pp. 1: 311-323, 1965.
- [5] M. Ortiz and S. Suresh, «Statistical properties of residual stresses and intergranular fracture in ceramic materials,» *J. Appl. Mech*, 60 :77-84, 1993.

CHAPITRE V

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Les travaux réalisés lors de cette thèse ont porté sur la prédiction de la fissuration lente dans les céramiques. Ces matériaux sont sensibles à un mécanisme de rupture assistée par l'environnement (concentration en eau et température), pour des niveaux de chargement inférieurs à celui correspondant à une propagation rapide de la fissure, caractérisée par la ténacité K_{IC} . Les principaux résultats sont maintenant présentés de manière synthétique.

Modèle de zone cohésive représentant le mécanisme de réaction-rupture

Nous avons proposé une formulation de zone cohésive thermiquement activée du processus de fissuration lente. Le temps, le chargement extérieur appliqué et l'environnement sont pris en compte explicitement. Le mécanisme de réaction-rupture est activé dès que la contrainte agissant sur la surface cohésive, σ_n^0 est dépassée. Dès lors, la vitesse de séparation entre les surfaces cohésives est gouvernée par

$$\dot{\delta}_n^c = \dot{\Delta}_0 \exp\left(\frac{-U_0 + \beta \sigma_n}{R_B T}\right) \quad \text{tant que } \sigma_n > \sigma_n^0, \quad (5.1)$$

avec $\dot{\Delta}_0$ est une vitesse d'ouverture caractéristique du matériau, U_0 une énergie d'activation, β un volume d'activation, R_B est la constante des gaz parfaits et T la température. L'énergie U_0 représente la barrière énergétique à franchir par fluctuations thermiques pour rompre localement les liaisons atomiques. La rupture a lieu lorsque l'ouverture critique

$$\int_0^t \dot{\delta}_n^c dt = \Delta_n^{cr}, \quad (5.2)$$

est atteinte. la valeur de Δ_n^{cr} est caractéristique du matériau et de l'ordre du nanomètre.

Pour intégrer cette description dans une analyse par éléments finis, la relation traction-ouverture est implantée selon

$$\dot{\sigma}_n = k_n (\dot{\Delta}_n - \dot{\delta}_n^c) \quad , \quad (5.3)$$

avec $\dot{\sigma}_n$ l'incrément de traction, $\dot{\Delta}_n$ la vitesse d'ouverture des surfaces cohésives, $\dot{\delta}_n^c$ la relaxation de la contrainte appliquée par endommagement et k_n est une rigidité suffisamment grande pour assurer $\dot{\Delta}_n \approx \dot{\delta}_n^c$ au cours de l'ouverture de la zone cohésive.

Nous avons montré que la formulation cohésive présentée ci-dessus est capable de rendre compte de la fissuration lente de monocristaux et des polycristaux de céramique. La prise en compte de l'influence de la concentration en eau nécessite de prendre en compte une dépendance de l'énergie d'activation U et le seuil d'activation de la réaction-rupture σ_n^0 avec le taux d'humidité, afin de rendre compte des observations expérimentales.

Fissuration lente dans un monocristal de céramique et calibration des paramètres cohésifs

A partir d'un cas d'étude simple correspondant à un monocristal élastique isotrope chargé en mode I sous un chargement de fatigue statique, nous avons calibré les paramètres du modèle cohésif pour la fissuration lente des monocristaux de zircon et de saphir à partir de données expérimentales disponibles dans la littérature. Les résultats de simulations sont présentés dans des graphes caractéristiques pour la fissuration lente où les vitesses de fissuration lente sont reportées en fonction de chargement appliqué en terme de facteur d'intensité de contrainte K_I ou bien en fonction du taux de restitution d'énergie G correspondant. Les paramètres cohésifs calibrés ont montré que le saphir est plus sensible au mécanisme de réaction-rupture que la zircon avec une cinétique de réaction-rupture et notamment le terme préexponentiel $\dot{\Delta}_0$ trois décades plus grand pour le saphir que celui pour le monocristal de zircon. Bien qu'une présentation des résultats de fissuration lente avec des graphes $V-K_I$ montrent un comportement analogue pour les deux monocristaux, le tracé des courbes $V-G$ permet de mettre en évidence ces cinétiques différentes avec des vitesses de fissurations plus élevées pour le saphir que pour la zircon pour un niveau de taux de restitution d'énergie G donné. Nous avons approfondi cette étude en explorant l'influence de module d'Young E du matériau massif sur la prédiction de la fissuration lente, pour un jeu de paramètre cohésif donné. Les prédictions obtenues et tracées dans un diagramme $V-K_I$ montre une accélération de la vitesse de fissuration lente à charge donnée, à mesure que le module d'Young diminue. Une analyse avec des courbes $V-K_I$ ne rend pas compte de l'énergie élastique emmagasinée par le matériau sous charge. Lorsque le chargement est représenté par le taux de restitution d'énergie et plus particulièrement par le niveau de l'intégral J autour de l'entaille, une mesure de l'énergie disponible pour la rupture rend compte de la cinétique de réaction-rupture intrinsèque avec des prédictions $V-G$ indépendantes des modules élastiques du matériau massif. Dès lors, il semble préférable d'adopter une représentation $V-G$ plutôt que $V-K_I$ quand il s'agit de comparer la réponse entre deux matériaux distincts, ou bien d'un même matériau qui aurait subi un endommagement diffus lié à une fissuration initiale.

Fissuration lente dans un polycristal de céramique sans contrainte initiale thermique

Dans une deuxième partie, nous avons évalué la fissuration lente dans un polycristal de céramique en 2D décrit avec une zone granulaire constituée des grains hexagonaux et des zones cohésives insérées entre les joints de grain, autorisant la fissuration intergranulaire. La zone granulaire est immergée dans un continuum élastique isotrope représentant le milieu homogène équivalent pré-entallé, avec une fissure débouchant dans la région où les grains sont pris en compte.

Les simulations de fissuration lente dans un tel polycristal, *sans contrainte initiale d'origine thermique associée au procédé d'élaboration*, soumis à un chargement de fatigue statique ont montré une avancée discontinue de la fissure au cours de sa propagation. La transition entre une propagation le

long des joints obliques vers l'horizontale constitue la barrière microstructurale la plus grande à la propagation, cette étape gouvernant la vitesse d'avancée moyenne de la fissure. A partir de ces simulations, nous avons mis en évidence l'existence d'un seuil de fissuration lente K_0 au-dessous duquel la fissure ne se propage pas. Plus précisément, l'amorçage de la propagation s'arrête prématurément dès qu'un point triple correspondant au passage oblique vers horizontale apparaît, soulignant à nouveau le rôle important de cet effet de microstructure sur la fissuration lente. Une corrélation entre la valeur du seuil de fissuration lente K_0 macroscopique et le niveau σ_n^0 correspondant au déclenchement de la réaction-rupture est observée, sans affecter la vitesse de fissuration lente. Une étude de l'influence de la taille de grain montre que prendre en compte l'anisotropie élastique seule ne suffit pas pour rendre compte l'influence de la taille de grain sur la fissuration lente observée expérimentalement. Pour prédire cette observation, la prise en compte des contraintes initiales d'origine thermique liées au procédé d'élaboration est nécessaire.

Contrainte initiale thermique et influence de taille de grain

L'influence des contraintes initiales thermiques issues du procédé d'élaboration consistant en un refroidissement uniforme $\Delta T = -1500\text{K}$ a été étudiée. L'anisotropie des grains et la désorientation de grain à grain engendrent des contraintes dans le polycristal avec des régions initialement en traction et en compression. A partir de cet état initial, nous appliquons un chargement de fatigue statique. Les prédictions de simulation de fissuration lente conduisent à une diminution de la vitesse de fissuration pour un niveau de chargement donné avec la taille de grain augmentant. Une augmentation du seuil de fissuration lente K_0 est également prédite lorsque les contraintes initiales sont prises en compte et qui correspond à une situation plus réaliste avec la fissure stoppée lorsqu'elle rencontre une région qui est suffisamment en compression initialement. L'influence de la taille de grain a été mis en évidence en considérant deux tailles de $0.8\mu\text{m}$ et $1.6\mu\text{m}$. Prendre en compte des tailles plus grandes est possible mais le temps de calcul nécessaire devient largement supérieur au mois, et n'a pas été mené aussi minutieusement que pour ces petites tailles de grains.

En tenant compte d'une anisotropie élastique et thermique, un refroidissement $\Delta T = -1500\text{K}$ induit des contraintes qui sont en parties relaxées au niveau des joints de grains. En notant δ l'ouverture intergranulaire associée à cette relaxation (égale pour toute les tailles de grain), la déformation des grains est proportionnelle à δ/Φ_G , qui augmente avec la taille de grain diminuant. Dès lors, le niveau des contraintes initiales est davantage réduit au cours de la propagation pour les petites tailles de grain, ce qui implique que l'amplitude des contraintes des zones initialement en compression diminue également. Ceci a pour conséquence de réduire la capacité du matériau à résister à la fissuration lente et conduit à une diminution du seuil de K_0 . Ainsi, la cinétique de fissuration lente augmente et la valeur de seuil de fissuration lente K_0 diminue avec la taille de grain diminuant.

En conclusion, il est nécessaire de tenir en compte des contraintes initiales d'origine thermique pour rendre compte de l'influence de la microstructure et plus précisément de la taille des grains dans les prédictions de fissuration lente.

Une comparaison de la résistance à la fissuration lente des polycristaux d'alumine et de zircon a été menée. Nous avons observé une plus grande résistance à la fissuration lente pour les polycristaux de zircon (sans tenir compte d'une éventuelle transformation de phase des grains de zircon) avec une diminution de la cinétique de fissuration et une augmentation du seuil de chargement K_0 en comparaison avec les polycristaux d'alumine. Ce dernier est gouverné par les zones initialement en compression, d'amplitude plus grande dans la zircon que dans l'alumine.

Influence de l'environnement en termes de concentration d'eau et de la température

Des essais de fissuration lente sur des céramiques frittées reportés dans la littérature sous différentes conditions en concentration d'eau et en température montrent une dépendance vis-à-vis de l'environnement. La cinétique de fissuration du stade I augmente et le seuil de fissuration K_0 diminue en augmentant le taux d'humidité et/ou la température. Nous avons montré que l'influence de l'environnement et précisément celle de la concentration en eau sur la fissuration lente peut être considérée dans notre formulation cohésive en considérant une dépendance de l'énergie d'activation U et du seuil d'activation du mécanisme de réaction-rupture σ_n^0 : celle-ci consiste à une diminution de l'énergie d'activation U et du niveau de seuil σ_n^0 avec la concentration locale en eau augmentant. L'énergie d'activation U influe sur la vitesse de fissuration qui augmente avec la concentration d'eau. La variation du seuil de fissuration lente K_0 avec la concentration d'eau est prédite si l'on considère une contrainte seuil σ_n^0 qui diminue avec le taux d'humidité.

Par la suite, l'influence de la température sur la prédiction de la fissuration au sein d'un polycristal de zircon a été étudiée. Nous avons observé que le niveau de chargement seuil K_0 diminue et la cinétique de fissuration augmente avec la température augmentant. Ainsi, l'influence de la température est décrite correctement avec la formulation de la cinétique de réaction-rupture δ_n^c et la prise en compte des contraintes initiales thermiques, l'amplitude de ces dernières diminuant avec la température augmentant.

Prédictions de fissuration lente pour des céramiques élaborées par projection plasma

Dans une dernière partie, nous avons évalué l'endommagement initial induit par l'élaboration et son accélération par vieillissement thermo-hydrique lié à la relaxation des contraintes thermiques. Cette étude a été menée à deux échelles : (1) celle correspondant à la fissuration inter-colonnaire intra-splat et (2) entre les splats. Les simulations montrent que la relaxation des contraintes initiales thermiques engendre une fissuration modeste à l'échelle intra-splat, qui n'a pas d'influence sur le comportement

en fissuration lente inter-colonnaire. Cependant, à l'échelle inter-splat, les simulations de la fissuration induite par relaxation des contraintes prédisent un taux de fissuration notable de splat à splat. Cet endommagement initial augmente avec la concentration d'eau et surtout avec la température pour laquelle la relaxation a lieu. L'influence de cette fissuration initiale est prise en compte en définissant un milieu homogène équivalent endommagé du continuum entourant un splat où la fissuration inter-colonnaire a lieu, et a été évalué. Dans un diagramme $V-K_I$, la réduction du module d'Young E du milieu homogène équivalent entourant la zone granulaire conduit à une augmentation de la vitesse de fissuration lente pour un niveau de chargement K_I donné, ainsi qu'une réduction du chargement seuil K_0 . Cependant, une présentation des prédictions de fissuration lente intra-splat dans un graphe $V-G$ montre des caractéristiques de vitesse de fissuration et de seuil G_0 peu influencées par la valeur de module d'Young du milieu homogène équivalent, qu'il soit sain ou pré-fissuré. Ce dernier diagramme permet d'évaluer le comportement intrinsèque de fissuration lente. Il souligne également qu'un choix judicieux du critère de dimensionnement d'une structure obtenue par projection plasma, avec K_0 ou G_0 doit être effectué avec notamment un critère en déplacement ou force imposée.

Perspectives

Nous proposons ici quelques développements du travail réalisé dans le cadre de la thèse. Les perspectives que nous proposons se situent dans le contexte d'un approfondissement de l'étude réalisée concernant la prédiction de la fissuration lente dans les matériaux céramiques et particulièrement ceux élaborés par projection plasma, dans l'objectif de parvenir à des prédictions quantitatives de la fissuration lente.

Les prédictions obtenues pour les polycristaux de céramique présentés dans le chapitre 3 ont été comparés à des résultats expérimentaux de fissuration lente disponibles dans la littérature pour l'alumine et la zircone. Nous avons observé que la pente des courbes $V-K_I$ estimées est comparable aux mesures. Cependant, les vitesses de fissuration lente prédites pour un niveau de chargement donné sont plus grandes que celles observées. L'origine de cet écart provient vraisemblablement de l'analyse 2D qui force l'avancée de la fissure alors qu'en 3D, un cheminement plus tortueux de la fissure et une densité d'obstacles microstructuraux plus grande sont probablement à l'origine d'une meilleure résistance à la propagation. Toutefois, les prédictions obtenues avec la description 2D dans cette thèse rendent compte des principaux effets en termes de niveau de chargement, d'environnement et de microstructure sur la fissuration lente.

En considérant les matériaux céramiques élaborés par projection plasma dans le chapitre 4 aux échelles intra-splat et inter-splat séparément, les prédictions indiquent que l'échelle inter-splat est la plus sensible à une fissuration initiale associée à la relaxation des contraintes thermiques issues de

l'élaboration. Cet endommagement se manifeste par des fissures entre les splats avec un taux de fissuration augmentant avec la concentration en eau et la température. Le taux de fissuration diminue avec la taille de splat diminuant. Dès lors, l'élaboration de céramiques projetées plasma avec des tailles de splat plus petites contribuerait à réduire cet endommagement initial.

L'analyse de la fissuration a été menée en séparant les échelles associées à l'empilement des splats et celle de propagation inter-colonnaire intra-splat. Distinguées expérimentalement ces deux échelles est difficile. Dans le cadre d'une première analyse, nous avons considéré que la fissure devait traverser les splats pour aboutir à la rupture de l'ensemble de la microstructure. Ainsi, la propagation intra-splats constitue le verrou microstructural le plus important. Cette hypothèse, qui implique un faciès de rupture dont la rugosité est inférieure à taille des splats, pourrait être vérifiée en considérant les échelles inter- et intra-splats simultanément, dans une même analyse. La simulation de la propagation de la fissure serait menée dans un ensemble de plats composés des grains colonnaires et représentés dans un plan (X - Y) à une cote z de l'épaisseur donnée avec deux populations de zones cohésives : l'une décrivant la fissuration inter-splats et l'autre intra-splats. Une telle étude nécessite la calibration des paramètres cohésifs pour chacune des deux échelles, dont l'identification n'est pas aisée. Par exemple, une caractérisation de la fissuration lente dans un bicristal de céramique fournirait une calibration des paramètres cohésifs utilisés dans la fissuration intra-splat plus réaliste et permettrait l'identification indirecte de la fissuration inter-splat à condition que des mesures de fissuration lente soit disponibles.

Enfin, une amélioration du code développé pour rendre l'ensemble des prédictions dans ce travail consiste en sa parallélisation et l'emploi de méthodes de résolution (par exemple itérative ou s'inspirant des descriptions par décomposition de domaine) capables de traiter un nombre de degrés de liberté qui devient rapidement supérieur au million.