

N° d'ordre : 1174

50376  
1984  
24

50376  
1984  
24

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR DE 3<sup>ème</sup> CYCLE**

**SPECIALITE : PHYSIQUE DES MATERIAUX**

par

Ramdane BADDI

**MECANISMES DE RUPTURE DE POLYCRISTAUX  
DE MgO A GRAINS FINS.**



Soutenu le 04 juillet 1984 devant la Commission d'Examen

Membres du jury :

Monsieur	B.	ESCAIG	Président
Monsieur	R.	DUCLOS	Rapporteur
Monsieur	G.	FANTOZZI	Examineur
Monsieur	J.P.	TORRE	Examineur

ERRATA

50376  
1984  
24

page 8 ligne7 .

Poisson

page31 ligne18 .

gaz

page74 tableau(II) deuxième ligne

deuxième colonne

14,06

page74 equation (28)

$\log(V)=14,5\log(K_I)-90$



A ma Famille.

Ce travail a été réalisé à l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dans le Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (L.A. C.N.R.S. 234). Je tiens à exprimer ma reconnaissance à son Directeur, Monsieur le Professeur B. ESCAIG, qui a accepté la présidence de ce jury.

Je remercie également Monsieur G. FANTOZZI, Professeur à l'I.N.S.A. de Lyon et Monsieur J.P. TORRE, Chef du Laboratoire de Recherches des Céramiques Techniques DESMARQUEST, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant de participer à la commission d'examen.

Ce travail a été mené sous la direction confiante de Monsieur R. DUCLOS, qui a su me faire partager son expérience scientifique, et que je tiens à remercier tout particulièrement.

Je remercie également tous les membres du Laboratoire qui m'ont aidé à mener à bien ce travail, et notamment Monsieur J. CRAMPON, pour sa collaboration et ses conseils autant efficaces qu'amicaux.

Je remercie enfin Madame TAHON qui s'est chargée de la frappe du manuscrit, et le personnel de l'U.E.R. de Physique qui a pu contribuer à l'élaboration de ce travail.

## SOMMAIRE

---

INTRODUCTION	1
I - GÉNÉRALITÉS	4
I-1- DIFFERENTS MODES DE RUPTURE	
I-2- APPROCHE DE GRIFFITH	
I-3- DISPERSION DE CARACTERISTIQUES ET APPROCHE D'IRWIN	
I-4- DEFAUTS CRITIQUES	
I-5- RUPTURE DIFFEREE	
1-5-1- Diagramme ( $K_I, V$ )	
I-5-2- Croissance sous critique à haute température	
I-6- DETERMINATION EXPERIMENTALE DU FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTE CRITIQUE $K_{IC}$ ET L'ENERGIE EFFECTIVE DE SURFACE $\gamma_i$	
I-7- DETERMINATION DU DIAGRAMME ( $K_I, V$ )	
II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES	20
II-1- ELABORATION	
II-2- CARACTERISATION DES ECHANTILLONS	
II-2-1- Microstructure initiale	
II-2-2- Microstructure de recuit	
II-3- PREPARATION DES ECHANTILLONS	
II-3-1- Eprouvettes de flexion 3 points	
II-3-2- Eprouvettes de double torsion	
II-3-3- Préparation des échantillons pour l'observation au microscope à balayage (M.E.B.) et par transmission (M.E.T.)	

## II-4- MONTAGES DE FRACTURE

II-4-1- Montage de flexion

II-4-2- Montage de double torsion

## III - RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

42

### III-1- ESSAIS DE FLEXION

III-1-1- Contrainte à la rupture

III-1-2- Limite élastique

III-1-3- Energie d'initiation de fissure

III-1-3-1- Tenacité à la rupture

III-1-3-2- Module d'Young

III-1-3-3- Energie d'initiation de fissure  $\gamma_i$

III-1-4- Détermination de la taille des défauts

III-1-5- Topographie des faciès de rupture

III-1-5-1- Faciès de rupture basse température  
( $T \leq 800^\circ\text{C}$ )

III-1-5-2- Faciès de rupture haute température  
( $T > 800^\circ\text{C}$ )

III-1-6- Discussion des résultats de flexions 3 points 59

III-1-6-1- Comparaison avec des magnésies de  
grosses tailles de grains

III-1-6-2- Interprétations des résultats

#### A- DOMAINE BASSE TEMPERATURE

a) Energie d'initiation de fissure

b) Influence de la porosité

c) Taille du défaut critique

#### B- DOMAINE HAUTE TEMPERATURE

a) Energie d'initiation de fissure

b) Taille des défauts critiques

CONCLUSION

III-2- ESSAIS DE DOUBLE TORSION, DIAGRAMME ( $K_T, V$ )	71
CONCLUSION	77
ANNEXE - I - DÉPOUILLEMENT DE L'ESSAI DE FLEXION DANS LE DOMAINE ÉLASTIQUE	79
ANNEXE - II - THÉORIE DE LA DOUBLE TORSION	82
ANNEXE - III - RUPTURE "DUCTILE-FRAGILE"	87
BIBLIOGRAPHIE	90

## INTRODUCTION

Les céramiques, produits que l'on peut définir comme ne relevant ni de la chimie des alliages métalliques, ni de la chimie organique, sont connues et utilisées depuis la plus haute antiquité sous forme de poteries, briques, ustensiles de cuisine, verres, ciments, etc.... A côté de cette industrie des céramiques dites traditionnelles, utilisant des produits de base naturels ayant subi peu de transformations, s'est développée ces dernières décennies une industrie des céramiques dites fines ou techniques dont les matériaux de base obtenus par synthèse sont essentiellement les oxydes, les nitrures, les carbures et les borures. Ces nouvelles céramiques sont utilisées pour leurs propriétés électriques (isolantes ou conductrices), magnétiques, chimiques (grande inertie), thermique (réfractarité - isolation) ou mécaniques (bonne résistance à l'usure).

L'association de plusieurs de ces propriétés, en fait potentiellement, des produits aptes à remplacer certaines pièces métalliques de moteurs : ailettes de turbines de réacteur, où le gain en température ainsi obtenu permettrait d'augmenter le rendement, échangeurs de chaleur ou, tout simplement, pièces d'isolation permettant de réduire les pertes thermiques.

Cependant, certaines de leurs qualités sont à la base même de leurs défauts :

- leur bonne tenue mécanique à température élevée, est généralement associée à une absence totale de plasticité à basse température, qui, associée à un certain

nombre de défauts (pores, micro-fissures...) dûs au mode d'obtention du matériau (frittage avec ou sans charge, car le passage par la phase liquide est généralement impossible) rend celui-ci fragile, et un des domaines d'étude des céramiques, réside dans la réduction de cette fragilité intrinsèque.

- leur bonne résistance à l'usure qui les rend difficilement usinables. L'usinage sera donc coûteux et pourra de plus introduire des microfissures, causant la dégradation à plus ou moins long terme du matériau. Il faut donc essayer d'obtenir la pièce désirée aux cotes exactes après frittage, les procédés de mise en forme exploitant la déformation plastique du matériaux n'étant que peu utilisés. Ceci est dû au fait que les tailles de grains couramment obtenues après frittage (quelques dizaines de microns), ne permettent pas des taux de déformation importants, sans provoquer l'apparition de fissures causant rapidement la rupture catastrophique.

A l'opposé, des céramiques et en particulier des oxydes ( $UO_2$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ) de tailles de grains microniques et submicroniques ont pu être déformés plastiquement jusqu'à des taux de déformation atteignant 80% et plus, sans dégradation du matériau, et on peut parler dans ces cas de déformation superplastique. Cette superplasticité est en général associée à une seconde phase  $Al_2O_3$  [1], ou à une porosité non nulle ( $UO_2$ ,  $MgO$ ) [2-3], qui comme l'a montré Crampon sur  $MgO$  [3], joue le rôle de la seconde phase en favorisant l'intercalation des grains et en évitant la microfissuration.

Dans cette optique, nous avons entrepris une étude sur les mécanismes de fracture à haute température de magnésie à faibles tailles de grains (0,2 - 2  $\mu m$ ), afin



de mieux comprendre l'influence de la porosité et de la taille de grains sur la frontière séparant les domaines fragiles et ductiles.

Ce domaine de petites tailles de grains est de plus un domaine qui a été peu étudié du point de vue de la fracture; il doit favoriser une rupture intergranulaire où les processus de diffusion à haute température joueront un grand rôle. Le choix de la magnésie a donc été en partie dicté par le nombre relativement important de données de diffusion, et par le fait que c'est un matériau relativement facile à obtenir dans ce domaine de tailles de grains.

Nous présentons ici la première partie de cette étude qui a consisté d'une part, à obtenir le matériau de départ nécessaire à la suite de ce travail, et d'autre part, à caractériser les mécanismes de rupture de ce matériau à partir des mesures de tenacité, d'énergie de surface pour l'initiation de la fissure et des observations des surfaces de rupture au microscope électronique à balayage.

La résistance des matériaux dépendant essentiellement des défauts et de leur évolution, les paramètres conditionnant leur propagation (mécanique linéaire de la rupture) sont rappelés au premier chapitre.

Ce travail a nécessité tout d'abord la mise au point d'un certain nombre d'appareillages spécifiques pour cette étude, tant du point de vue élaboration et usinage des échantillons que du point de vue montages de fracture ( flexion, double torsion); ceux-ci seront présentés au deuxième chapitre.

La première partie du troisième chapitre est consacrée à la présentation des résultats expérimentaux obtenus par essais de flexion, et à leur discussion. L'étude à température ambiante de la croissance lente des fissures par essais de double torsion (D.T.) sera présentée dans une seconde partie.

Enfin, nous concluons et proposons les perspectives et le prolongement de ce travail.

## CHAPITRE I GENERALITES

Dans les matériaux céramiques la présence de défauts inhérents au mode de fabrication diminue très fortement leur résistance mécanique, l'extension de ces défauts conduisant à la rupture bien avant que la contrainte n'atteigne la valeur théorique, provoquant la rupture, estimée à :  $\sigma_{th} \approx E/10$  [4] où E est le module d'Young.

L'effet des défauts sur la résistance à la rupture d'un matériau peut-être traité, soit à partir d'arguments thermodynamiques, c'est l'approche de Griffith, soit en termes de concentrations de contraintes, c'est l'approche d'Irwin. Les deux approches menant à des conclusions identiques.

Nous présentons ci-dessous ces différentes approches.

### I-1- MODES DE RUPTURE

L'agrandissement des défauts jusqu'à la rupture, peut se produire de trois façons différentes (figure 1) selon le mode de chargement de la fissure :

- le mode I est le mode de propagation de la fissure qui correspond à un chargement par traction des surfaces de celle-ci : la propagation se fait alors par ouverture.

- dans le mode II et III, la propagation se fait sous l'action de contraintes de cisaillement exercées sur les lèvres de la fissure respectivement perpendiculairement, et parallèlement au front de la fissure.

Le mode I est le mode optimal dans les matériaux fragiles, et la suite de ce mémoire ne concerne en fait que ce seul mode.

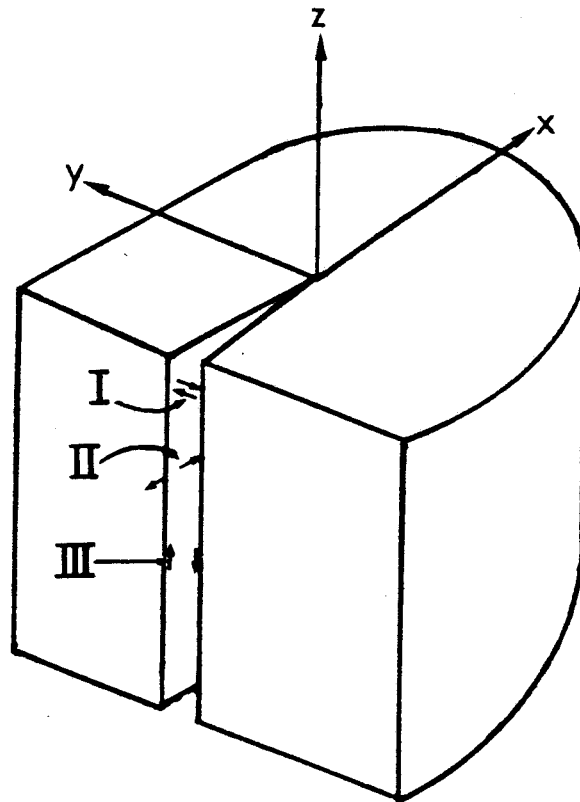


FIGURE - 1 - Différents modes de propagation d'une fissure

## I-2- APPROCHE DE GRIFFITH

Le traitement thermodynamique original est dû à Griffith [ 5 ] qui a utilisé le verre pour trouver les conditions de rupture d'un matériau élastique. Il considère la balance énergétique au moment de l'initiation de la fracture, et postule que l'énergie libre de l'ensemble "corps fissuré plus machine de déformation" ne doit pas augmen-

ter au cours de la propagation de la fissure, en d'autres termes, la fissure ne pourra croître que si l'énergie élastique relâchée par l'échantillon au cours de la propagation de la fissure, augmentée du travail des forces extérieures, est au moins égale à l'énergie de surface du matériau.

Considérons par exemple une fissure de section elliptique de grand axe  $2a$ , dans une plaque infinie d'épaisseur unité, soumise à une contrainte de traction  $\sigma$  perpendiculairement à son grand axe. L'énergie libre totale du système est égale à :

$$U = U_0 + U_p + U_s + U_{ED} \quad \text{avec} \quad (1)$$

$U_0$  : énergie libre du corps non fissuré

$U_p$  : variation d'énergie potentielle du système

$U_s$  : énergie de surface du corps fissuré ( $= 4a\gamma_0$  dans le cas présent,  $\gamma_0$  est l'énergie thermodynamique de surface par unité d'aire)

$U_{ED}$  : variation d'énergie élastique de déformation.

Nous allons calculer la contrainte pour que la fissure précédente puisse se propager dans le matériau : cela revient à écrire que l'énergie libre ne doit pas augmenter au cours de la propagation :

$$\frac{\partial U}{\partial a} \leq 0 \quad (2)$$

ou encore

$$- \frac{\partial (U_p + U_{ED})}{\partial a} \leq 2\gamma_0 \quad (3)$$

Si les valeurs des termes  $U_p$  et  $U_{ED}$  de l'inégalité ci-dessus dépendent du mode de chargement, la variation de leur somme en dépend très peu [6]. Il suffit pour s'en convaincre de se placer dans les conditions

extrêmes de chargement : à déformation constante ou à charge constante (figure 2) :

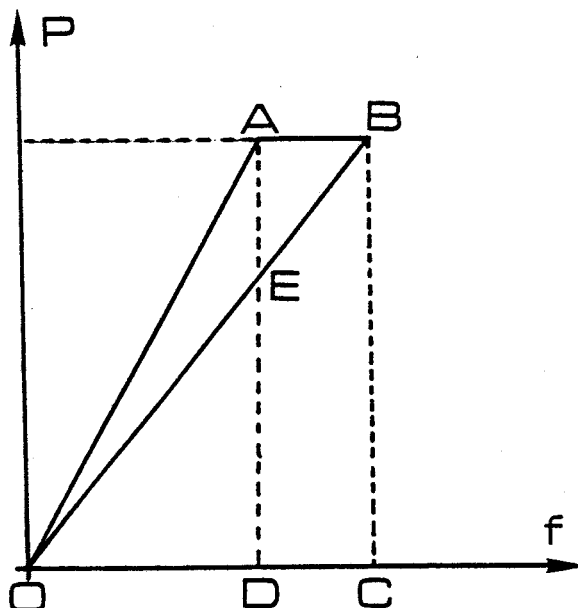


FIGURE - 2 - Courbe charge - déformation pour des fissures de longueur  $a$  et  $a + da$

- dans le premier cas, quand la fissure se propage de  $da$ , la charge appliquée diminue (relaxation) : la variation d'énergie potentielle est nulle puisque la flèche reste constante, par contre l'énergie élastique diminue proportionnellement à l'aire du triangle OAE.

- dans le second cas, pour une même distance de propagation, l'énergie élastique augmente comme l'aire BCDE-OAE et l'énergie potentielle diminue comme l'aire ABCD, soit au total une diminution, ici encore, proportionnelle à l'aire OAE si on néglige l'aire ABE.

La connaissance de la relation liant l'énergie élastique de déformation à la longueur  $a$  de la fissure,

nous permet d'évaluer complètement le deuxième terme de l'inégalité (3). Dans le cas de la fissure elliptique soumise à une contrainte de traction  $\sigma$  et selon l'analyse d'Inglis [7] on a :

$$U_{ED} = \frac{\sigma^2 \pi a^2}{4E} (1 + \nu) (k + 1) \quad (4)$$

où E : module d'Young

$\nu$  : coefficient de Poisson

$$k = \begin{cases} 3-4\nu & \text{en condition de déformation plane} \\ \frac{3-\nu}{1+\nu} & \text{en condition de contrainte plane} \end{cases}$$

En remplaçant l'équation (4) dans l'inégalité (3) on obtient\* :

$$\frac{\sigma^2 \pi a}{E} c \leq 2\gamma_0 \quad (5)$$

où

$$c = \begin{cases} 1 - \nu^2 & \text{en condition de déformation plane} \\ 1 & \text{en condition de contrainte plane} \end{cases}$$

La fracture se propage dès que la contrainte atteint une valeur  $\sigma_{rup}$  égale à :

$$\sigma_{rup} = \left[ \frac{2 E \gamma_0}{\pi a c} \right]^{1/2} \quad (6)$$

---

\* Quand la fissure augmente d'une longueur de le demi grand axe a n'augmente que de  $\frac{da}{2}$ .

### I-3- DISPERSION DE CARACTÉRISTIQUES ET APPROCHE D'IRWIN

La détermination de la contrainte à la rupture  $\sigma_{rup}$  nécessite raisonnablement d'opérer sur un grand nombre d'échantillons et, même dans de bonnes conditions expérimentales, la dispersion des valeurs peut facilement atteindre et dépasser 10%.

En accord avec la relation (6) la dispersion de la contrainte à la rupture reflète, pour un lot d'échantillons identiques, la dispersion de la taille des défauts. Une éprouvette qui contient des défauts de grandes tailles mènera à une faible valeur de la contrainte à la rupture et vice-versa. On voit que la contrainte à la rupture n'est pas le paramètre le mieux adapté pour caractériser mécaniquement un matériau fragile, en ce sens qu'il n'est pas intrinsèque à ce matériau. Il faudrait donc définir un autre paramètre rendant mieux compte des propriétés intrinsèques du matériau.

C'est ce que fit Irwin [8-9] en 1948; il reprit et modifia l'approche de Griffith en introduisant un paramètre  $K$  appelé facteur d'intensité de contrainte.

Son approche est plus locale que celle de Griffith. Il considère une fissure de longueur  $a$  dans un corps soumis à une contrainte de traction  $\sigma$  perpendiculairement au plan de la fissure, et s'intéresse au champ de contraintes dans le voisinage immédiat du front de fissure. En utilisant les fonctions de Westergaard [10], il introduit un facteur  $K_I$  permettant de décrire l'état de contraintes en tout point  $M(x,y)$  situé à la distance  $r$  du front de fissure, tel que  $r \ll a$  (figure 3). L'expression trouvée s'écrit :

$$\sigma_{ij} = K_I \frac{1}{\sqrt{r}} f_{ij}(\theta) \quad (7)$$

où  $r$  et  $\theta$  sont les coordonnées polaires de  $M$   
 $i$  et  $j$  les indices des composantes du tenseur des contraintes  
 $K$  est le facteur d'intensité de contrainte.

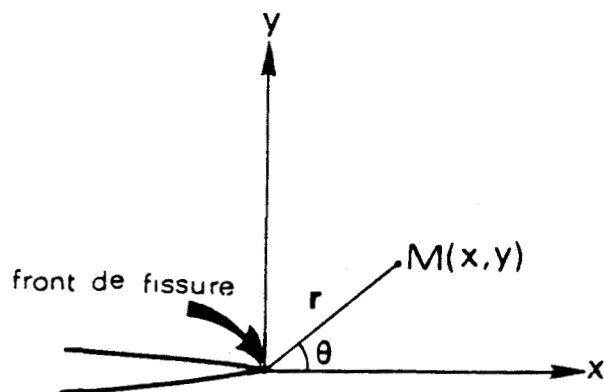


FIGURE - 3 - : Front de fissure

On voit donc que l'on peut relier le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  à la contrainte appliquée  $\sigma$  et à la longueur  $a$  de la fissure par la relation :

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad (8)$$

où  $Y$  est un facteur de forme dépendant à la fois de la géométrie de l'éprouvette et du mode de chargement.

A partir de l'expression des contraintes, Irwin a calculé l'énergie nécessaire pour refermer une fissure de largeur unité sur une unité de longueur; celle-ci vaut:

$$G_I = \frac{K_I^2 \times C}{E} \quad (9)$$

Inversement, on doit restituer la même quantité d'énergie lors de la propagation de la fissure sur une unité de la longueur. La quantité  $G_I$  ainsi définie est appelée : taux de restitution d'énergie.

Cette grandeur  $G$ , définie par Irwin, est équivalente à l'énergie libérée lors de l'extension d'une fissure sur une unité de longueur dans l'approche de Griffith soit :



$$G_I = \frac{\partial (U_p + U_{ED})}{\partial a} \quad (10)$$

La différence entre les deux approches réside dans la définition de l'énergie de surface : Griffith considère seulement l'énergie thermodynamique de surface, alors qu'Irwin y inclut tous les mécanismes pouvant-être mis en jeu lors de l'extension de la fissure (micro-fissures, déformation plastique...).

La fissure se propage donc lorsque  $G_I$  est égale à une valeur critique  $G_{IC}$  tel que :

$$G_{IC} = 2 \gamma \quad (11)$$

soit encore

$$K_{IC} = \left[ \frac{2E\gamma}{C} \right]^{1/2} \quad (12)$$

Les grandeurs  $K_{IC}$  et  $G_{IC}$  sont considérées comme des grandeurs propres pour un matériau donné, à la différence de la contrainte à la rupture  $\sigma_{rup}$  ( $=K_{IC} / Y\sqrt{a}$ ) qui dépend des défauts présents dans le matériau.

#### I-4- DÉFAUTS CRITIQUES

Dans les matériaux céramiques les défauts pouvant conduire à la rupture sont d'origine diverses, ce peut-être :

- des pores, provenant du mode d'obtention, dont la sévérité dépendra de leur taille et de leur forme géométrique.
- des inclusions : c'est alors la différence des modules élastiques ou des coefficients de dilatation thermique

entre inclusions et matrice qui peut engendrer des microfissures.

- des dislocations, qui peuvent être source de microfissures en particulier par le champ de contrainte créé en tête d'un empilement bloqué par un joint.
- des défauts de surface, introduits lors de l'usinage, qui réduisent considérablement la résistance à la rupture.

### I-5- RUPTURE DIFFÉRÉE

La plupart des matériaux céramiques sont sensibles à la dégradation par fissuration sous critique pour des valeurs de la contrainte inférieures à la contrainte de rupture catastrophique, ou encore pour des valeurs du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  inférieures à  $K_{IC}$ , mais cependant, supérieures à une valeur seuil  $K_{IO}$  ( $K_{IO} < K_I < K_{IC}$ ). Les défauts présents dans le matériau évoluent jusqu'à atteindre une taille critique provoquant alors la rupture brutale de la pièce. Le temps nécessaire à cette évolution dépend des conditions d'environnement et de température.

Cette dégradation avec le temps, appelée aussi rupture différée ou rupture statique, est typique des céramiques, mais existe aussi dans les métaux et les polymères. Elle peut être liée soit à des mécanismes de corrosion sous contrainte [11], soit tout simplement à un transport de matière par diffusion, depuis le front de fissure, gouverné par des gradients de potentiel chimique ceci à haute température [12].

La propagation sous critique des fissures a bien sûr une très grande importance pour les applications technologiques, et la caractérisation de la croissance

lente est donc une étape nécessaire du calcul de la durée de vie d'une pièce en service. Elle se fait par l'établissement du diagramme : vitesse de propagation - facteur d'intensité de contrainte, ou diagramme  $(K_I, V)$ .

I-5-1 - DIAGRAMME  $(K_I, V)$  [13-14]

Dans le cas de la corrosion sous contraintes si, pour des conditions d'environnement et de température données, on trace la courbe représentative de la vitesse de propagation de la fissure  $V$  en fonction du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ , on obtient une courbe unique pour les conditions précitées, telle celle de la figure 4.

Elle comporte en général trois régions :

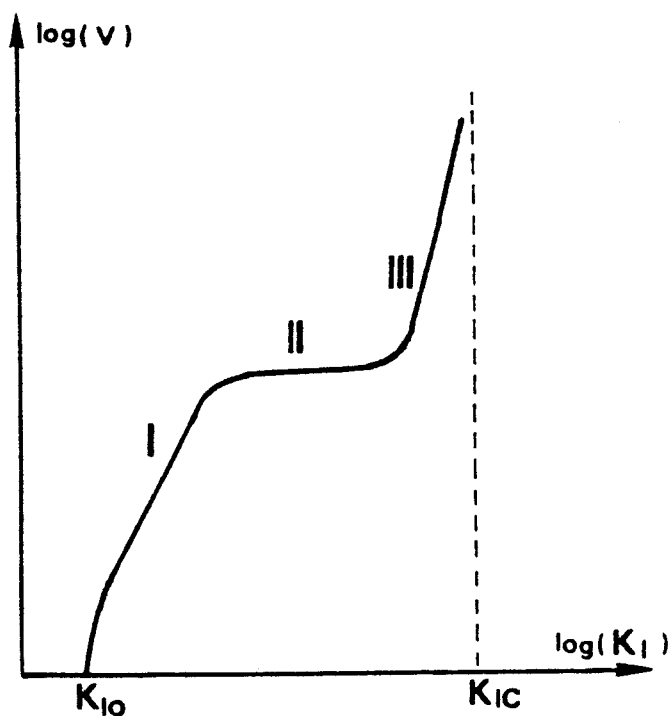


FIGURE - 4- : Allure du diagramme  $(K_I, V)$

- aux faibles valeurs du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ , correspond la région I pour laquelle la vitesse de propagation est contrôlée par la vitesse de la réaction chimique (adsorption, diffusion ...) près du front de fissure.

On obtient une relation de la forme

$$V = AK_I^n \quad (13)$$

où A et n sont des constantes pour un environnement et une température donnés.

n est appelé : le paramètre de propagation de la fissure.

- aux valeurs intermédiaires de  $K_I$ , c'est-à-dire dans la région II, la vitesse de croissance dépend peu de  $K_I$  ; c'est la diffusion des espèces corrosives vers le front de fissure qui en contrôle et limite la valeur.

- enfin aux fortes valeurs de  $K_I$  proche de  $K_{IC}$ , on trouve la région III dans laquelle la croissance de la fissure résulte à la fois d'effets corrosifs et mécaniques.

Toutefois, la croissance lente des fissures peut se produire sans environnement corrosif, en particulier à haute température.

#### I-5-2- CROISSANCE SOUS CRITIQUE A HAUTE TEMPERATURE

Dans le cas présent, la croissance est en général contrôlée par des mécanismes de plasticité ou de diffusion près du front de fissure.

Le mouvement des dislocations, quand cela est possible, peut provoquer l'ouverture de fissures secondaires, de même que le glissement aux joints de grains qui

peut être favorisé par la présence d'une phase vitreuse [15].

La croissance lente peut provenir également, ainsi que l'ont montré Stevens et Dutton [12], de la diffusion de matière depuis le front de fissure vers les joints, le volume du matériau ou les surfaces de la fissure. Ceci sous l'effet de gradients de potentiel chimique entre ces différentes zones induits par la contrainte. Ils ont ainsi calculé le temps de vie pour chacun de ces mécanismes.

#### I-6-DÉTERMINATIONS EXPÉRIMENTALES DU FACTEUR D'INTENSITÉ DE CONTRAINTE CRITIQUE $K_{IC}$ ET DE L'ÉNERGIE EFFECTIVE DE SURFACE $\gamma_1$

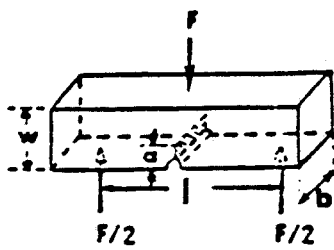
La relation déduite de (8) et (12)

$$K_{IC} = Y \sigma_{rup} \sqrt{a_c} \quad (14)$$

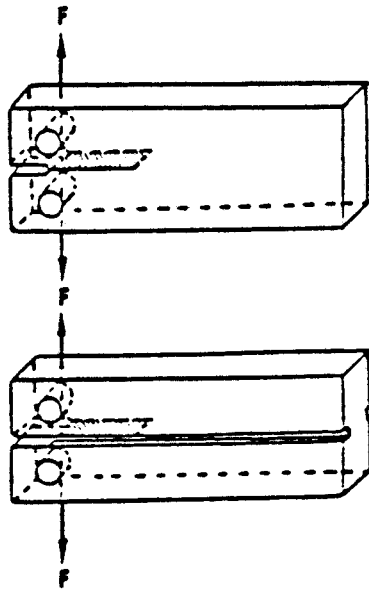
suggère une méthode très simple de détermination de  $K_{IC}$ . On introduit artificiellement dans un échantillon un défaut beaucoup plus grand que ceux  $\gamma$  existant naturellement : il joue donc le rôle de défaut critique et l'on mesure la contrainte à la rupture  $\sigma_{rup}$ .

Le paramètre  $Y$  a été calculé pour un certain nombre de géométries d'éprouvettes et de chargements par Brown et Srawley [16], telles celles présentées par la figure 5.

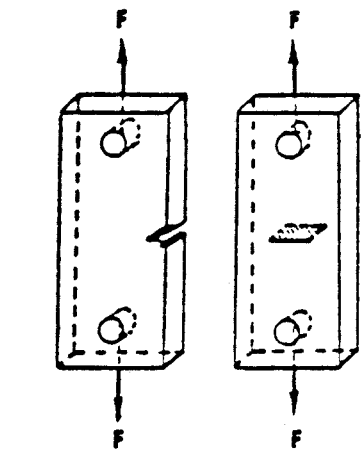
L'énergie effective de surface pour l'initiation de la fracture  $\gamma_1$  peut alors être calculée de manière analytique, à partir de la valeur de  $K_{IC}$  et de la mesure du module d'Young du matériau, par la relation (12) soit :



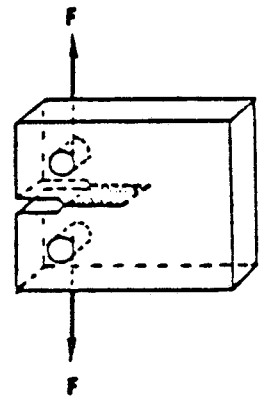
Eprouvette de flexion entaillée (S.E.N.B.)



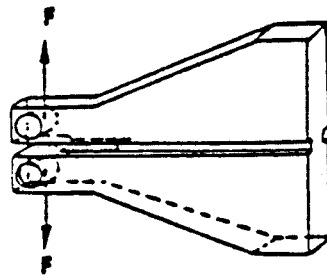
Eprouvette de double cantilever entaillée (D.C.B.)



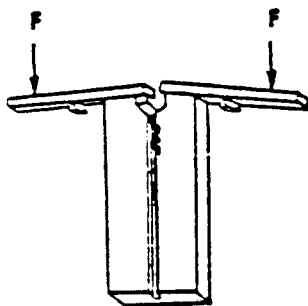
Eprouvette de traction entaillée (S.E.N.T.)



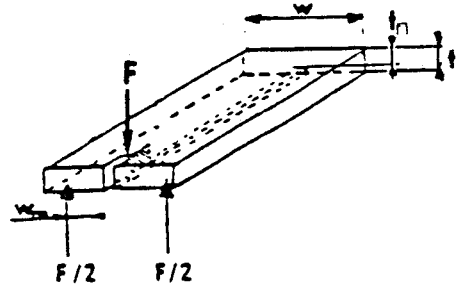
Eprouvette de traction compacte entaillée (C.T.)



Eprouvette de double cantilever entaillée en forme de coin (T.D.C.B.)



Eprouvette entaillée à moment constant (C.M.)



Eprouvette de double torsion entaillée (D.T.)

FIGURE - 5 - Différentes éprouvettes utilisées pour étudier la fracture.

$$\gamma_i = \frac{K_{IC}^2}{2E} C \quad (15)$$

Il existe, pour déterminer l'énergie d'initiation de fissure, une seconde méthode dite de la compliance qui peut, en principe, être appliquée à n'importe quelle géométrie d'éprouvette. On enregistre expérimentalement la courbe charge P - flèche f jusqu'à la rupture, pour des éprouvettes contenant des défauts artificiels de différentes tailles. Quand la rupture intervient à flèche constante on a pour un échantillon de surface de fissure A :

$$\gamma_i = - \left( \frac{\partial U}{\partial A} \right) f \quad (16)$$

$$\text{où } U = \frac{1}{2} k f_{rup}^2 \quad (17)$$

k: la raideur de l'échantillon (ou l'inverse de la compliance)

$f_{rup}$ : la flèche à la rupture

$$\text{soit } \gamma_i = - \left( \frac{\partial U}{\partial k} \right)_f \cdot \left( \frac{\partial k}{\partial A} \right) \quad (18)$$

et en portant (17) dans (18) :  $\left( \frac{\partial U}{\partial k} \right)_f = \frac{1}{2} f_{rup}^2$  on obtient :

$$\gamma_i = - \frac{1}{2} f_{rup}^2 \left( \frac{\partial k}{\partial A} \right) \quad (19)$$

$\frac{\partial k}{\partial A}$  est obtenu en mesurant la pente de la courbe  $k = f(A)$ .

Cette seconde méthode a l'inconvénient de demander un grand nombre d'échantillons pour l'établissement de la courbe  $k = f(A)$ , et c'est pourquoi nous avons choisi la première méthode dite analytique.

Le type d'échantillon que nous avons utilisé est l'éprouvette de flexion préentaillée (S.E.N.B.) pour des raisons de commodité d'usinage. Le dépouillement des essais de flexion ainsi que la relation liant le facteur de forme  $Y$  aux dimensions des éprouvettes sont données dans l'annexe I.

### I-7- DÉTERMINATION DU DIAGRAMME $(K_I, v)$

Les vitesses de propagation sous critique des fissures peuvent être obtenues par des méthodes directes, dans lesquelles la vitesse est mesurée en fonction du facteur d'intensité de contrainte, ou indirectes, dans lesquelles la vitesse est déduite à partir du temps à la rupture à charge constante, ou de la charge à la rupture à vitesse de déformation constante [17].

Dans la méthode directe, on introduit une fissure macroscopique dans un échantillon, et on suit sa progression en fonction de la charge appliquée, ou du  $K_I$ , soit par des méthodes optiques quand cela est possible, soit par la variation de résistance de jauges collées sur l'échantillon, soit encore à partir de la variation de compliance de l'éprouvette au fur et à mesure que la fissure progresse.

C'est cette dernière méthode que nous avons choisie parce qu'elle permet de travailler à haute température, ce qui est un des objectifs de notre étude.



Parmi les éprouvettes utilisables, nous avons sélectionné l'éprouvette de double torsion (D.T.) pour sa simplicité d'usinage, et le fait que le facteur  $K_I$  ne dépend pas en principe de la longueur de la fissure, fait dont on n'est plus très sûr actuellement.

Le dépouillement de l'essai de double torsion est présenté dans l'annexe II.

## CHAPITRE II

### TECHNIQUES EXPERIMENTALES

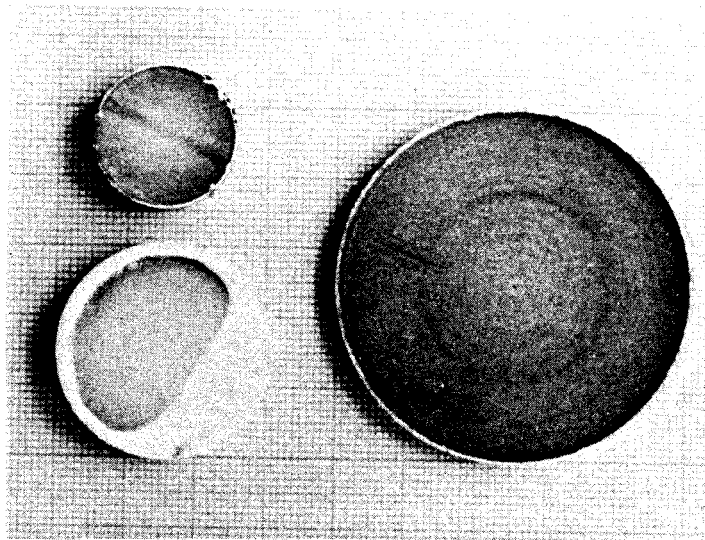
L'étude que nous avons entreprise a nécessité la réalisation et la mise au point d'un certain nombre de matériels et techniques : élaboration des échantillons, usinage de ceux-ci, montages de flexion et double torsion .

Ce sont ces divers points que nous développons maintenant.

#### II-1- ELABORATION

Le frittage est une opération qui a pour but d'obtenir à partir d'une poudre, un solide plus ou moins dense sans passer par l'état liquide. Elle consiste à agglomérer et à souder, par un traitement thermique approprié, les particules compactées au préalable à température ambiante.

Nous avons utilisé la méthode de frittage réaction sous charge d'une poudre d'hydroxyde de magnésium pour obtenir les pastilles de magnésie nécessaires à notre étude. Si cette technique est utilisée au laboratoire depuis 1974 [3-18]; elle n'avait permis d'obtenir jusqu'alors que des pastilles de 20mm de diamètre incompatibles avec des dimensions d'éprouvettes de flexion ou de double torsion même de petite taille. Aussi avons nous réalisé deux montages permettant d'obtenir des pastilles de diamètres 30 et 50mm (figure-6-).



*FIGURE - 6 - Pastilles de diamètre 20, 30 et 50mm  
obtenues par frittage réaction sous  
charge d'une poudre de  $Mg(OH)_2$*

Cette méthode de frittage réaction [19-20] a été choisie parce qu'elle permet d'obtenir sans ajout de frittage des échantillons, dont la densité peut atteindre la densité théorique, à des températures relativement basses ( $\sim 900^\circ C$ ), permettant ainsi d'obtenir des polycristaux de petite taille de grains ( $0,2 - 2 \mu m$ ) dont nous avons besoin pour notre étude.

L'ensemble de frittage (figure-7a-b-) comprend un four - PYROX - ouvrant, à éléments chauffants en chromite de lanthane, pouvant fonctionner à l'air jusque  $1500^\circ C$ . La forme particulière du four nécessite, lors du compactage à froid à l'intérieur du dé libre son recul par rapport à l'axe des pistons de compression; ceci est réalisé à l'aide d'une table de translation supportant l'enceinte thermique.

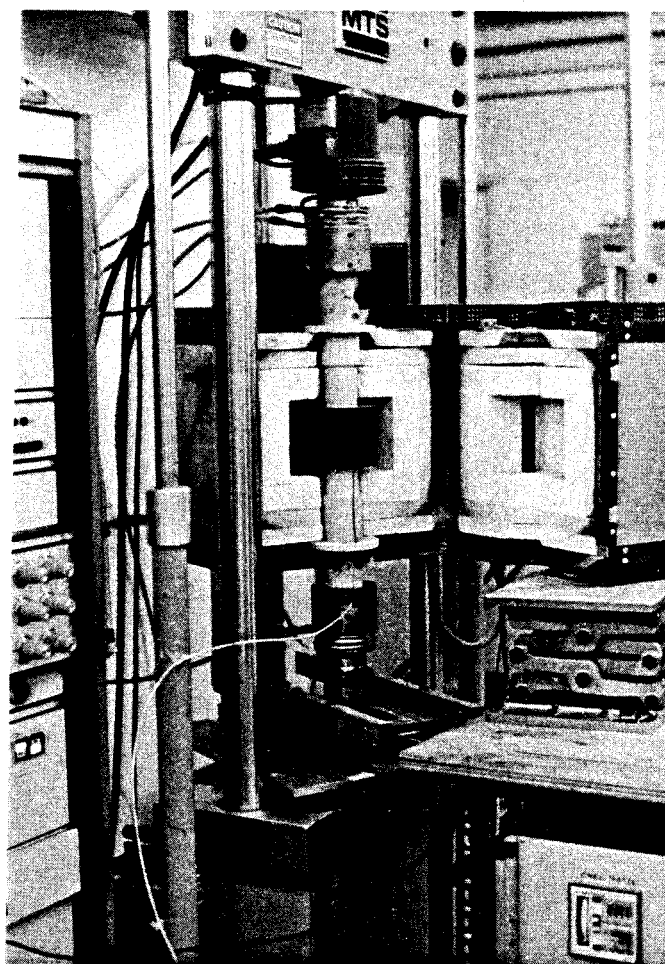
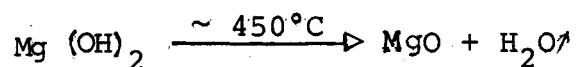


FIGURE - 7a - : vue de l'ensemble du montage de frittage

Au cours du frittage, la pression de confinement nécessaire d'une part, pour maintenir la cohésion de la pastille lors de la réaction de décomposition de l'hydroxyde de magnésium (produit par Merck),



et d'autre part, pour obtenir une densité relativement élevée, est appliquée sur les faces des pastilles par deux pistons en alumine frittée (DESMARQUESTAF 997) recouverts

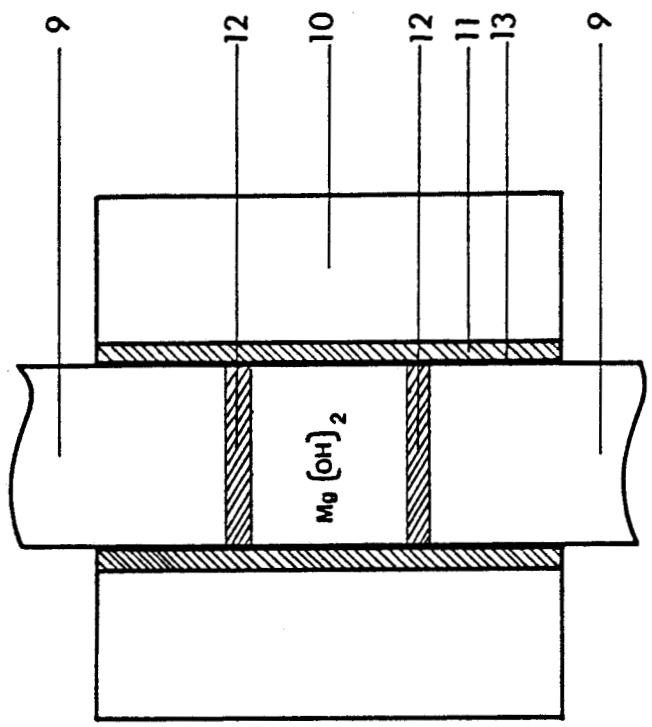
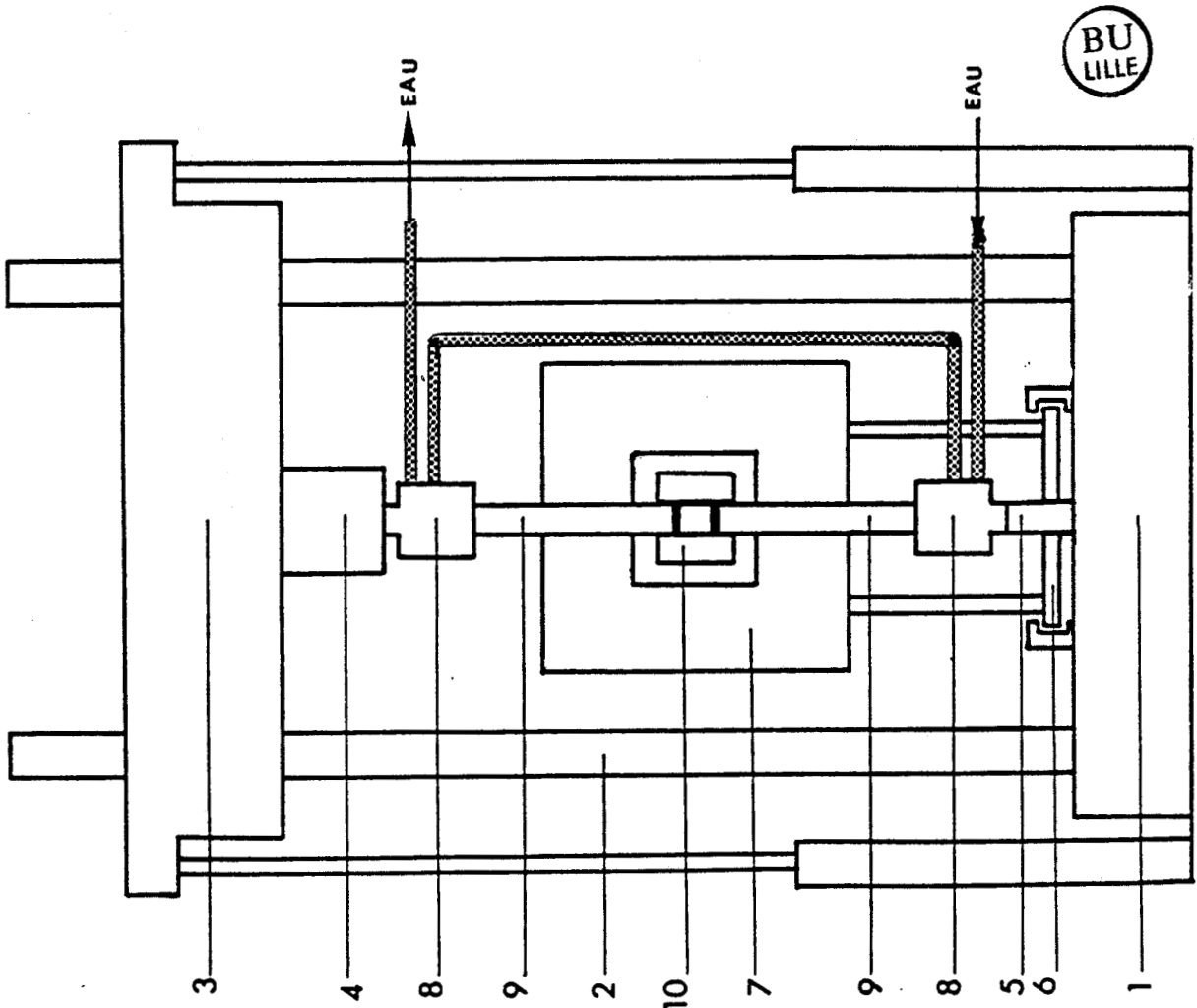


FIGURE -7-b- : Montage de frittage (sur machine M.T.S.)

- 1- poutre fixe
- 2- colonne de guidage de la traverse mobile
- 3- traverse mobile
- 4- cellule de mesure de la force
- 5- vérin asservi
- 6- table de translation du four
- 7- four
- 8 - porte-piston
- 9 - piston en alumine frittée (AF 997)
- 10 - dé de frittage (Uginor NX 30)
- 11 - chemise en graphite
- 12 - pastille en graphite
- 13 - papier graphite

d'une pastille en graphite - le déplacement relatif des pistons étant asservi de manière à maintenir une charge constante - et sur sa périphérie par un dé en acier réfractaire (Uginox Ns 30) chemisé intérieurement de graphite. Afin de minimiser les frottements parasites entre échantillons et graphite, et d'améliorer ainsi la contrainte effective de frittage à même valeur de contrainte appliquée, on intercale entre la chemise en graphite et la poudre à fritter une feuille de papier graphite (Papyex). La reproductibilité des essais et l'homogénéité des échantillons s'en trouvent ainsi améliorées.

La température de 900°C est atteinte à raison de 8°C par minute environ, après quoi l'échantillon est laissé sous charge à cette température pendant une demi-heure, puis refroidi à la même vitesse que celle de la montée.

L'asservissement en température est assuré par une régulation (Eurotherm) à bande proportionnelle pilotée par un thermocouple Pt - Pt Rh 10%, un second thermocouple chromel-alumel, logé dans le dé contrôle la température au niveau de la pastille.

La figure - 8a - représente les courbes densité relative - température obtenues au cours du frittage pour les pastilles de 30mm de diamètre, pour 3 contraintes égales à 40, 50 et 60 MPa. Les densités relatives des pastilles sont alors respectivement de 80,88 et 95% de la densité théorique.

Dans le cas des pastilles de diamètre 50mm, la charge limitée de 10 tonnes de la presse hydraulique utilisée ne nous a permis que d'appliquer des contraintes de 40 MPa pendant le frittage. la figure - 8 b-représente une des courbes de compaction. Celle-ci est très compara-

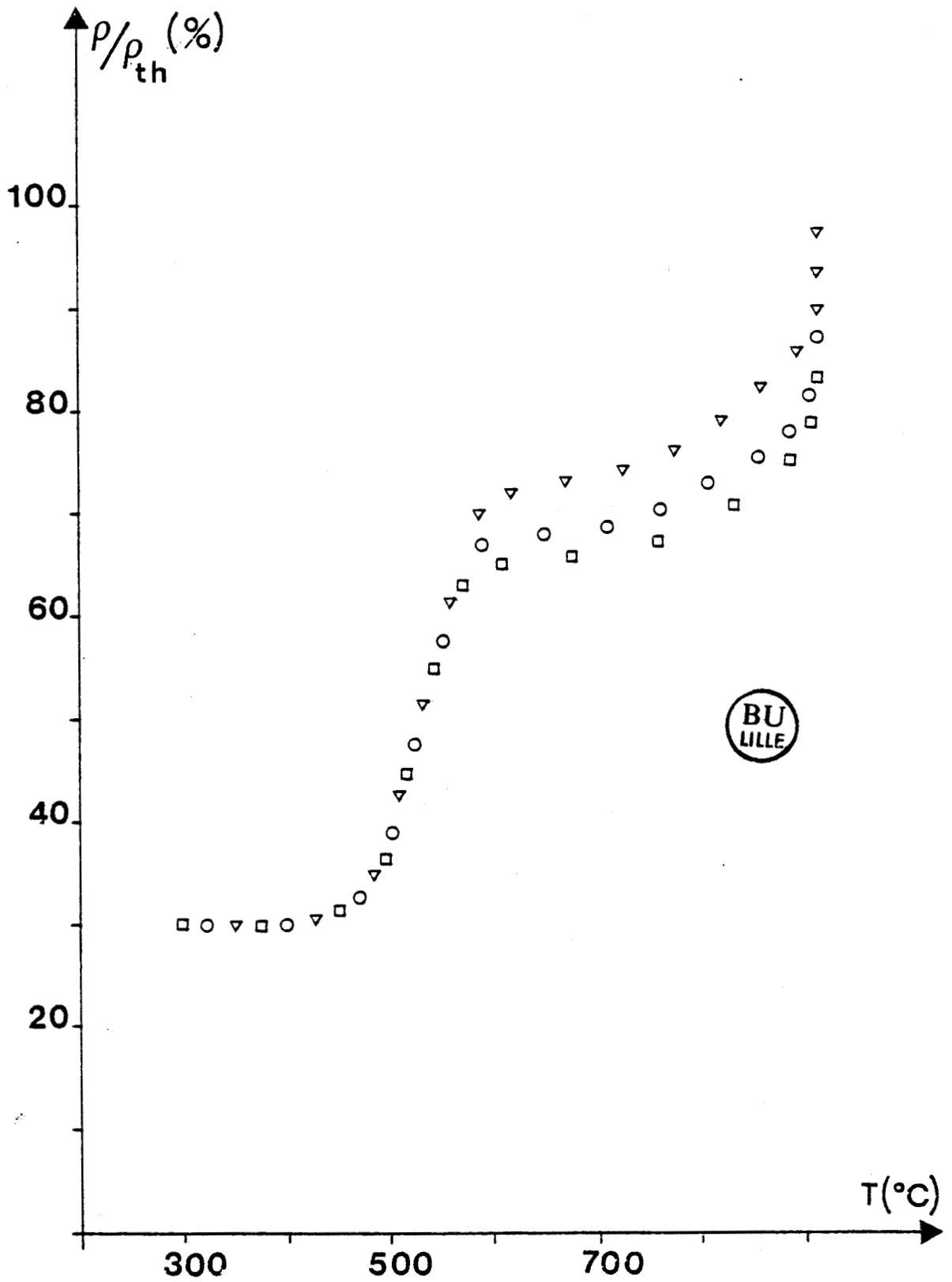


FIGURE - 8-a- : Variation de la densité relative avec la température ( $\phi = 30$ mm,  $\nabla$ :  $\sigma = 60$ MPa,  $\circ$ :  $\sigma = 50$ MPa,  $\square$ :  $\sigma = 40$ MPa)

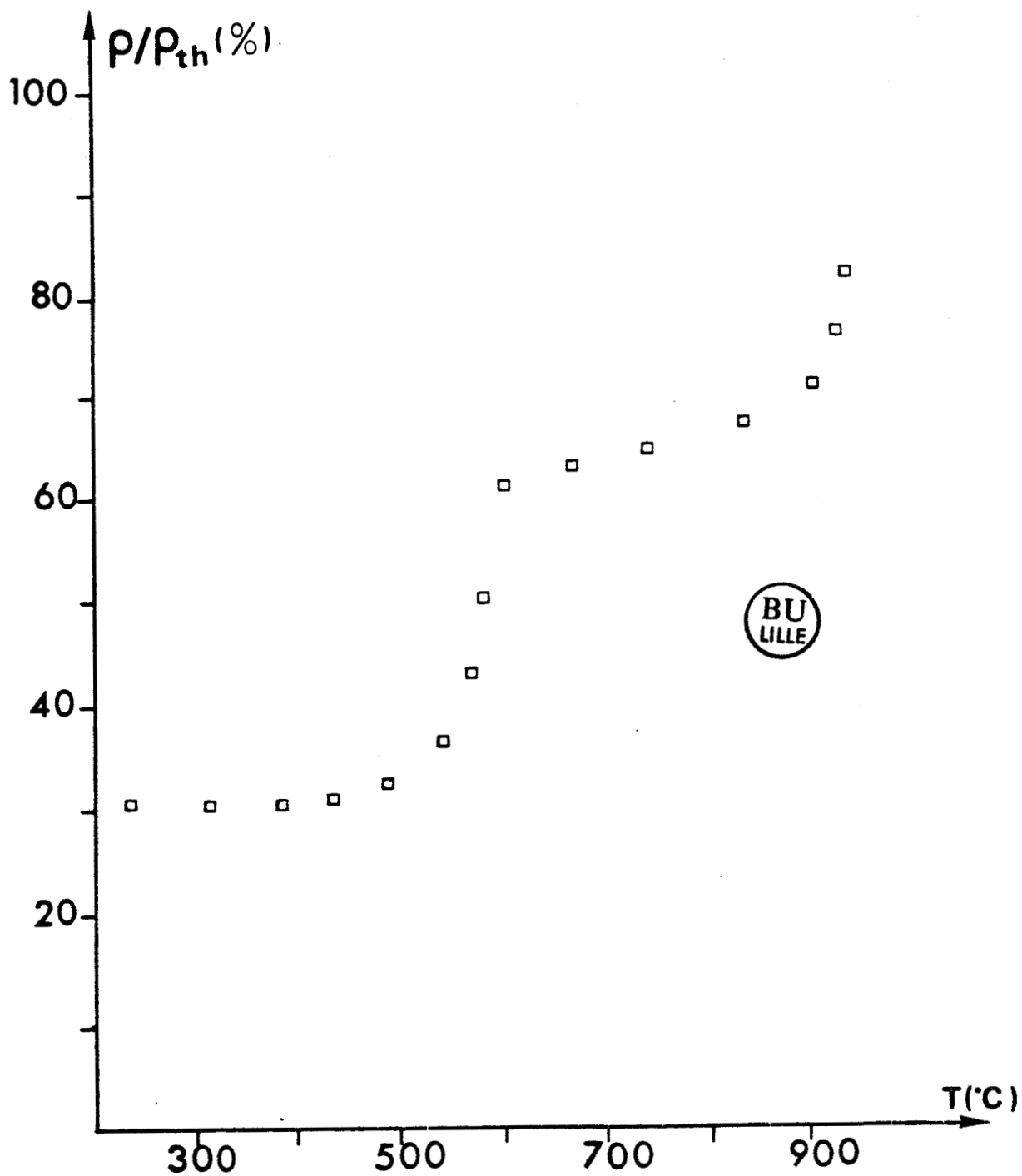


FIGURE -8-b- : Variation de la densité relative avec la température ( $\phi = 50\text{mm}$ ,  $\sigma = 40\text{MPa}$ )



ble aux courbes obtenues pour les pastilles de diamètres 30mm frittées sous même contrainte.

L'épaisseur finale des pastilles est comprise entre 5 et 6,5mm suivant la contrainte de frittage.

## II-2- CARACTÉRISATION DES ÉCHANTILLONS

### II-2-1- MICROSTRUCTURE INITIALE :

Dans la mesure où la taille de grain ainsi que la forme et la distribution de la porosité ont une influence sur les phénomènes étudiés, nous avons caractérisé nos échantillons aussi bien que possible au point de vue de la structure, de la taille de grain et de la porosité.

La porosité est déduite directement de la mesure de la densité obtenue par pesée et dimensionnement des échantillons. Il est évident que cette mesure ne permet pas de séparer porosité ouverte et porosité fermée.

Dans un échantillon de 18% de volume poreux, la porosité ouverte a été mesurée au porosimètre à mercure (figure -9-); elle représente 90% de la porosité totale.

La répartition de la porosité au sein des échantillons ainsi que la taille de grain sont ensuite déterminées par microscopie électronique en transmission sur lames minces obtenues par bombardement ionique.

Le tableau -1- fournit les tailles moyennes de grains ainsi que la densité relative des échantillons élaborés par frittage réaction.

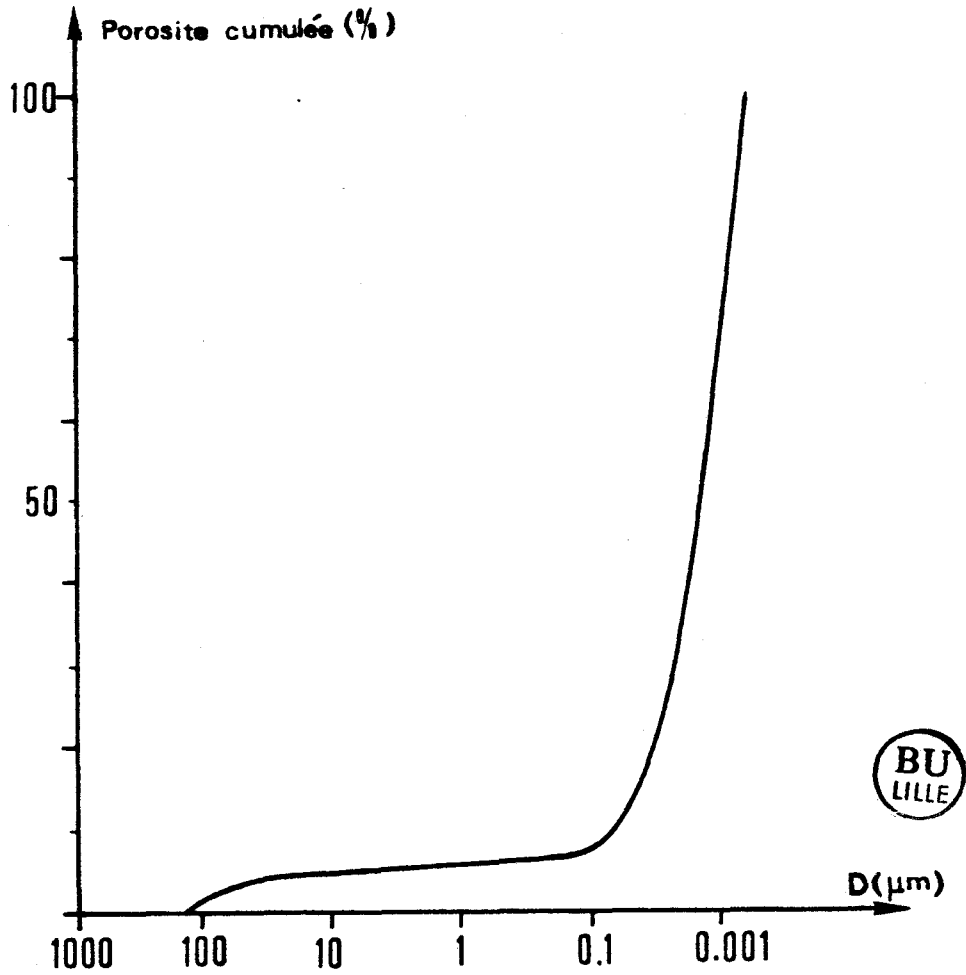


FIGURE - 9 - Porosité cumulée en fonction de la taille des pores\*

TABLEAU - 1 - Caractéristiques des échantillons de MgO

contrainte (MPa)	densité relative** (%)	taille de grain (Å)	figure
40	80	1000	
50	88	2000	10-a
60	95	7000	10-b

\* mesures effectuées par la division instrumentation scientifique, service application. COULTRONICS FRANCE S.A.

\*\* la densité théorique est égale à  $3,583\text{g/cm}^3$  [ 21 ]

En ce qui concerne les échantillons bruts de frittage, les grains sont en général équiaxes et leur taille est uniforme sauf exception. La porosité est répartie à l'échelle microscopique de façon uniforme, elle est essentiellement intergranulaire et se présente aux jonctions multiples, aux joints de grains, ou même quelques fois comme grains manquants. Aucun défaut, comme des microfissures, n'est observé. De plus, aucune phase étrangère n'a été détectée aux joints de grains.

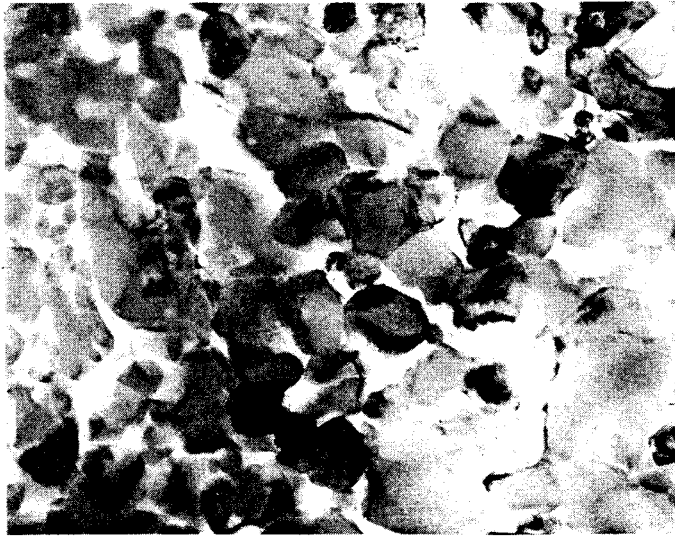
Les principales impuretés trouvées dans nos échantillons sont données en teneur moyenne dans le tableau -2-.

TABLEAU - 2 - Concentration atomique des impuretés exprimés en pourcent\*

Al	Ca	Si	C
0,001	0,027	0,013	0,013

$$\% \text{ imp} = \left[ \frac{\text{at. imp}}{\text{at. imp} + \text{at.O} + \text{at.Mg}} \right] \times 100$$

\* analyse réalisée par le service d'études analytiques du CEA par spectrographie d'émission



*a*

1  $\mu$ m



*b*

FIGURE - 10 - : *Micrographie d'échantillons de MgO  
brûts d'élaboratoir  
a :  $\sigma = 50$  MPa  
b :  $\sigma = 60$  MPa*

### II-2-2- MICROSTRUCTURE DE RECUIT

Afin de constater la stabilité de la sous-structure au cours des essais en température, et de connaître les conditions permettant d'obtenir une gamme de taille de grain à porosité constante et vice-versa; on a effectué différents recuits dont les principales conclusions sont les suivantes :

- pour les fortes porosités (~20%), le recuit densifie les échantillons et augmente légèrement la taille de grain; ainsi après 15h à 1200°C la porosité chute à 15% et la taille de grain passe à 2500Å .

- pour les porosités moyennes (~10%), la porosité ne varie guère et se redistribue aux noeuds. La taille de grain peut augmenter notablement suivant les conditions :

après 6h à 1100°C	$\bar{G} \sim 3 \text{ à } 4000\text{Å}$
après 15h à 1200°C	$\bar{G} \sim 1\mu\text{m}$ (figure -11-)

Enfin, pour les faibles porosités, on constate une dédensification, c'est-à-dire que la porosité augmente légèrement. Ce phénomène est sans aucun doute dû à la présence de gas résiduels [22] , provenant de la méthode d'élaboration, enfermés dans les pores et se relaxant par augmentation de volume à la température du recuit. La taille de grain croît quant à elle à 2µm après recuit de 3h à 1200°C et à 5µm après 15h à la même température (figure -12a-). Toutefois, l'observation de dislocations (figure-12b-) dans de tels grains reste rare. Après recuit, les grains restent équiaxes mais leur taille peut varier suivant les endroits.

Là encore aucune seconde phase n'a pu être détectée aux joints de grains.



3μm

FIGURE -11- : Micrographie d'échantillon de MgO fritté sous 50 MPa recuit 15 h à 1200°C.



a

3μm



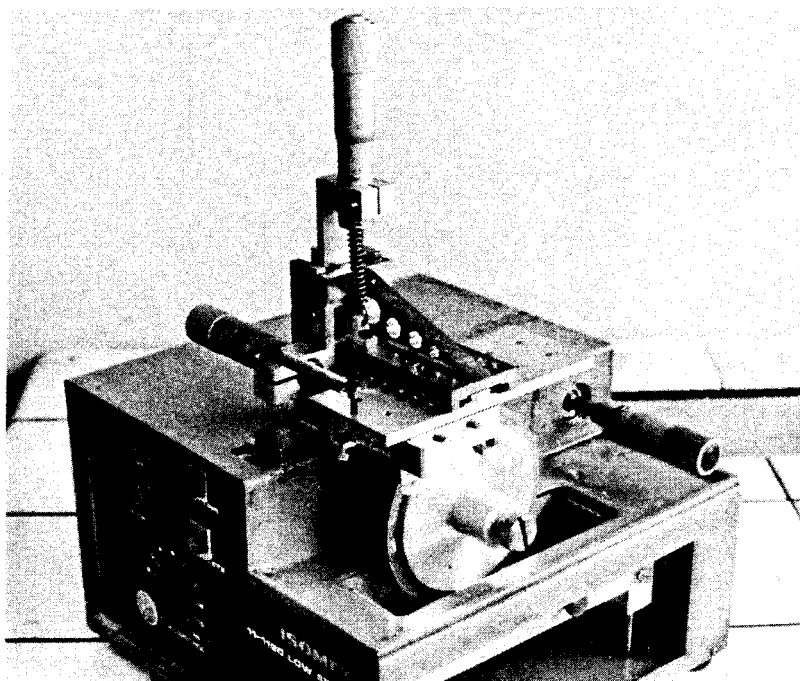
b

3μm

FIGURE - 12 - : Micrographie d'un échantillon de MgO fritté sous 60 MPa recuit 15h à 1200°C.

## II-3- PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Après frittage, l'épaisseur des pastilles est réduite à 4mm au moyen d'une meule diamantée afin d'éliminer la croûte superficielle toujours légèrement plus dense que le coeur. Les échantillons sont ensuite usinés sur une tronçonneuse à lame diamantée. Afin de pouvoir découper les éprouvettes de double torsion et de flexion, un dispositif permettant le déplacement des échantillons par translation et non plus par rotation, a été réalisé : il s'adapte sur une tronçonneuse "ISOMET" (figure -13-).



*FIGURE -13- Adaptation d'un dispositif de l'échantillon sur la tronçonneuse "ISOMET".*

### II-3-1- EPROUVETTES DE FLEXION 3 POINTS

Bien que la flexion 4 points présente l'avantage d'avoir une distribution de contrainte constante entre les

appuis intérieurs, la rupture est ainsi gouvernée par le défaut le plus critique dans cette intervalle, les dimensions de nos pastilles se présentent mal à ce genre d'essai, aussi avons nous choisi l'essai de flexion 3 points pour déterminer le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{IC}$  et la résistance à la rupture  $\sigma_{rup}$  de nos matériaux (voir annexe I).

Les éprouvettes sont des barreaux parallélépipédiques de dimensions approximatives  $24 \times 3,8 \times 3,8 \text{ mm}^3$ . L'épaisseur a été choisie de manière à être supérieure à  $2,5 (K_{IC}/\sigma_y)^2$  [16] pour que les conditions de déformation plane soit satisfaites, afin que les valeurs du  $K_{IC}$  ne soient pas surestimées.

Pour les éprouvettes destinées à la mesure du  $K_{IC}$ , la préentaille est usinée à l'aide d'une lame diamantée d'épaisseur 0,15mm.

Après découpage, les échantillons sont recuits 75 minutes à  $1200^\circ\text{C}$  afin de stabiliser la taille des grains, puis polis au papier carborundum grain 1000 dans le but de minimiser la taille des défauts d'usinage. La face en tension est ensuite polie sur un drap imprégné de pâte diamantée jusqu'au grain 0,25 micron, ses arêtes sont également chanfreinées.

L'état de surface est contrôlé au microscope optique ainsi que la profondeur des préentailles qui est mesurée par visée optique.

### II-3-2- EPROUVETTES DE DOUBLE TORSION

Les éprouvettes de double torsion destinées à l'étude de la propagation sous critiques des fissures (voir



annexe II) sont usinées de la même manière que celle de flexion. Ce sont des plaquettes rectangulaires de dimensions  $40 \times 20 \times 3,6 \text{ mm}^3$ , possédant une préentaille à l'une des extrémités prolongée sur la face en tension par une rainure de profondeur 1,5mm destinée à guider la fissure au cours de sa propagation (figure -14-)

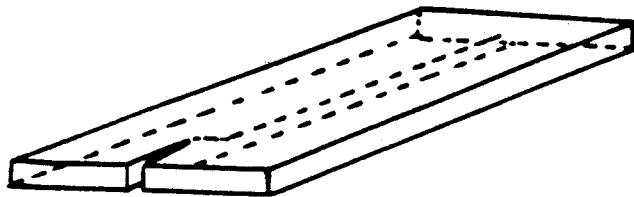


FIGURE -14- Eprouvettes de double torsion

Afin d'éviter les chocs thermiques dont nous avons pu observer les effets néfastes sur nos matériaux (microfissuration ou même destruction des échantillons) lors du collage à la cire et du décollage de nos échantillons sur les supports d'usinage, nous avons utilisé dans un second temps une solution de colle scotch diluée dans l'acétone. Les inconvénients précités ont pu ainsi être évités.

#### II-3-3- PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR L'OBSERVATION AU MICROSCOPE A BALAYAGE (M.E.B.) ET PAR TRANSMISSION (M.E.T.)

Afin de caractériser la microstructure et déterminer la relation entre le comportement de la fissure et son environnement (phase étrangère, microfissures...), les faciès de rupture des échantillons ont été étudiés par microscopie électronique à balayage (Microsonde Camebax, Cambridge 200).

Après rupture, les échantillons sont carbonés sous vide de manière à assurer une bonne conduction de ceux ci, la surface de rupture étant ensuite recouverte d'un mince film d'or par évaporation pour avoir des conditions de réflexion optimales.

La tension d'accélération utilisée est de 25 KV.

Afin de comparer et compléter les observations faites au balayage, le volume de l'échantillon près de la surface de fracture a été étudié par microscopie électronique à transmission (Philips E.M. 300).

Des lames de l'ordre de 200 $\mu$ m sont découpées au plus près et parallèlement à la face de rupture dans la deuxième moitié de l'éprouvette; elles sont pré-amincies par polissage mécanique jusqu'une épaisseur de  $\sim$ 30 $\mu$ m, puis amincies par bombardement ionique selon les conditions suivantes :

- tension d'accélération des ions 7kv
- courant ionique 50 $\mu$ m
- angle d'incidence du faisceau 75° , puis 80° en fin d'amincissement.

## II-4- MONTAGES DE FRACTURE :

Plusieurs montages de fracture ont été élaborés, flexion 3 points, 4 points et double torsion, tous ces montages sont opérationnels.

### II-4-1- MONTAGE DE FLEXION

Nous avons commencé par un montage de flexion en acier réfractaire (Uginox NS30) permettant de travailler

à l'air jusque 900°C. Ce montage a été remplacé par un montage en alumine frittée (DESMARQUEST AF 997) pouvant fonctionner à l'air jusque 1400°C (figure -15-). L'éprouvette de magnésie est posée sur deux rouleaux en alumine frittée de diamètre 3mm, distants de 20mm. La charge est appliquée par l'intermédiaire d'un troisième rouleau identique aux premiers, placé en leur milieu. L'éprouvette est positionnée perpendiculairement aux rouleaux de charge à l'aide d'une pièce en dural, dont la face inférieure contient deux encoches distantes de 20mm.

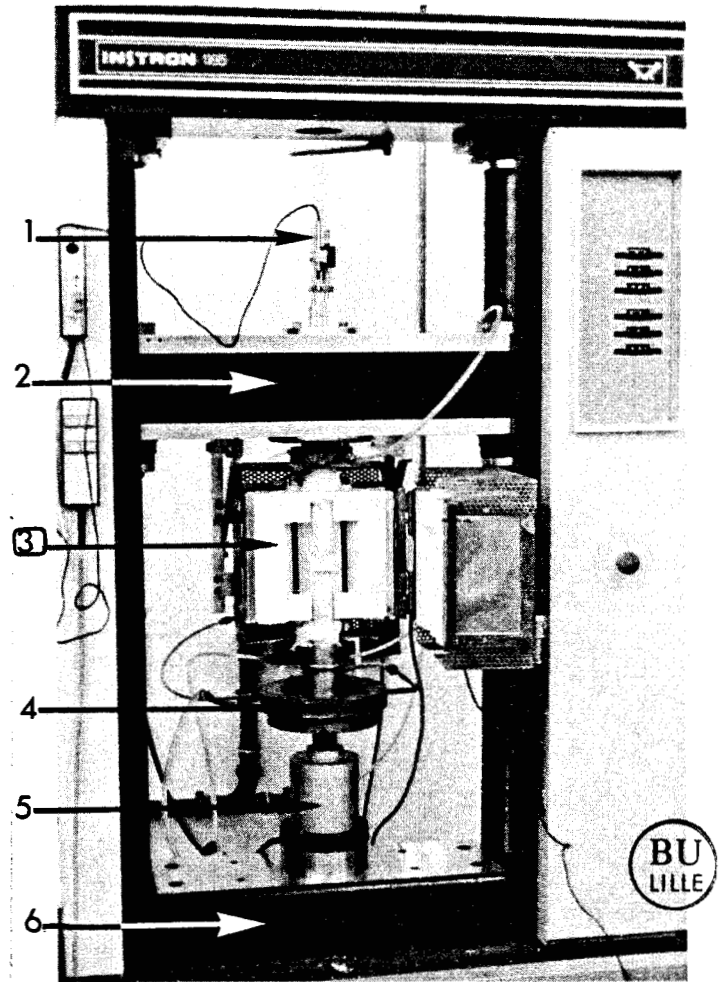
La flèche est mesurée à l'aide de deux tiges de rappel en alumine éliminant ainsi toute déformation parasite du montage. Pour faciliter la mise en place des échantillons un petit four ouvrant à éléments chauffants en carbure de silicium a été réalisé. Il est fixé ainsi que le piston supérieur sous la traverse mobile de la machine de déformation Instron. Le piston inférieur prend appui sur la cellule de force (100kg) solidaire de la poutre inférieure. L'ensemble du montage est bloqué sous charge, après centrage et réglage du parallélisme des pistons.

Le maintien en température est assuré par une régulation (Eurotherm) pilotée par un thermocouple Pt - Pt Rh 10%. La température est contrôlée par un second thermocouple placé à proximité immédiate de l'éprouvette et enregistrée tout au long de l'essai.

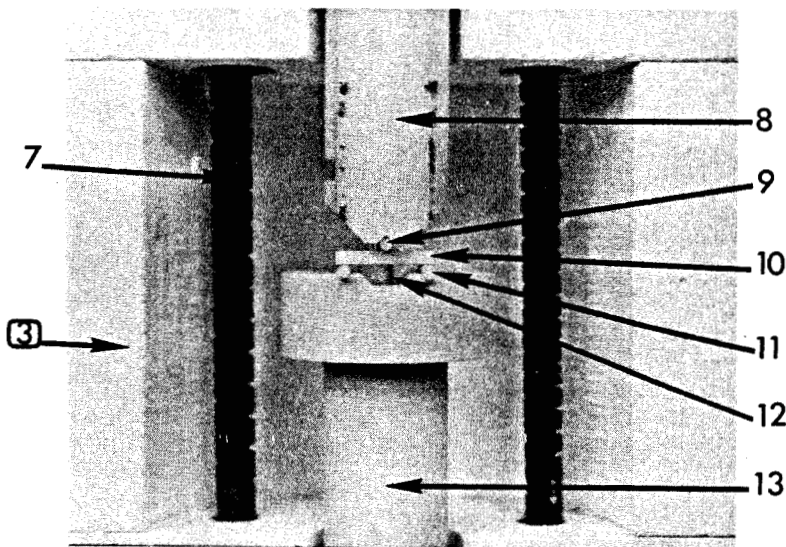
Après que la température de l'essai soit atteinte, l'équilibre thermique est considéré comme obtenu après un temps d'attente de 30 minutes.

La contrainte à la rupture des éprouvettes, mesurée en flexion 3 points, peut être entachée de nombreuses

- 1: Capteur de déplacement
- 2: Traverse mobile
- 3: Four
- 4: Refroidissement
- 5: Cellule de mesure
- 6: Traverse fixe
- 7: Résistance (carbure de silicium)
- 8: Piston supérieur (alumine AF 997)
- 9: Rouleau d'application de la charge (alumine).
- 10: Eprouvette de flexion 3 points
- 11: Rouleau d'appui (alumine)
- 12: Tige de rappel
- 13 : Piston inférieur



25cm



5 cm

FIGURE - 15 - : Montage de flexion 3 points.

erreurs dont les principales sources ont fait l'objet de nombreuses publications [23-24-25]; nous en rappelons ci après l'essentiel :

- le moment fléchissant peut-être erroné à cause d'un mauvais centrage du point d'application de la charge conduisant à des bras de levier inégaux;

- un mauvais parallélisme des faces de l'éprouvette ou des couteaux de charge peut conduire à une répartition non uniforme de la force sur la longueur de l'échantillon et ainsi à un couple de torsion;

- la concentration de contrainte au niveau du point d'application de la charge qui peut interagir avec le champ de contrainte en fond de fissure mène à une contrainte de rupture inférieure à la contrainte réelle;

- enfin, les frottements entre couteaux (rouleaux d'appuis) et échantillons, surtout à haute température par suite de la déformation de l'échantillon, peuvent augmenter la résistance apparente de l'échantillon.

#### II-4-2- MONTAGE DE DOUBLE TORSION :

Afin de se familiariser avec l'essai de double torsion, un premier montage a été réalisé en laiton (figure -16a-) qui nous a permis d'obtenir le diagramme  $(K_I, V)$  à température ambiante. Les pistons ont été choisis aussi courts que possible afin de minimiser l'effet des fluctuations thermiques. Les appuis inférieurs sont distants de 17mm. La charge est appliquée par l'intermédiaire d'une bille placée au milieu des appuis inférieurs [26-27]. Deux rouleaux en alumine de diamètre 3mm positionnés verticalement assurent le centrage de l'éprouvette.

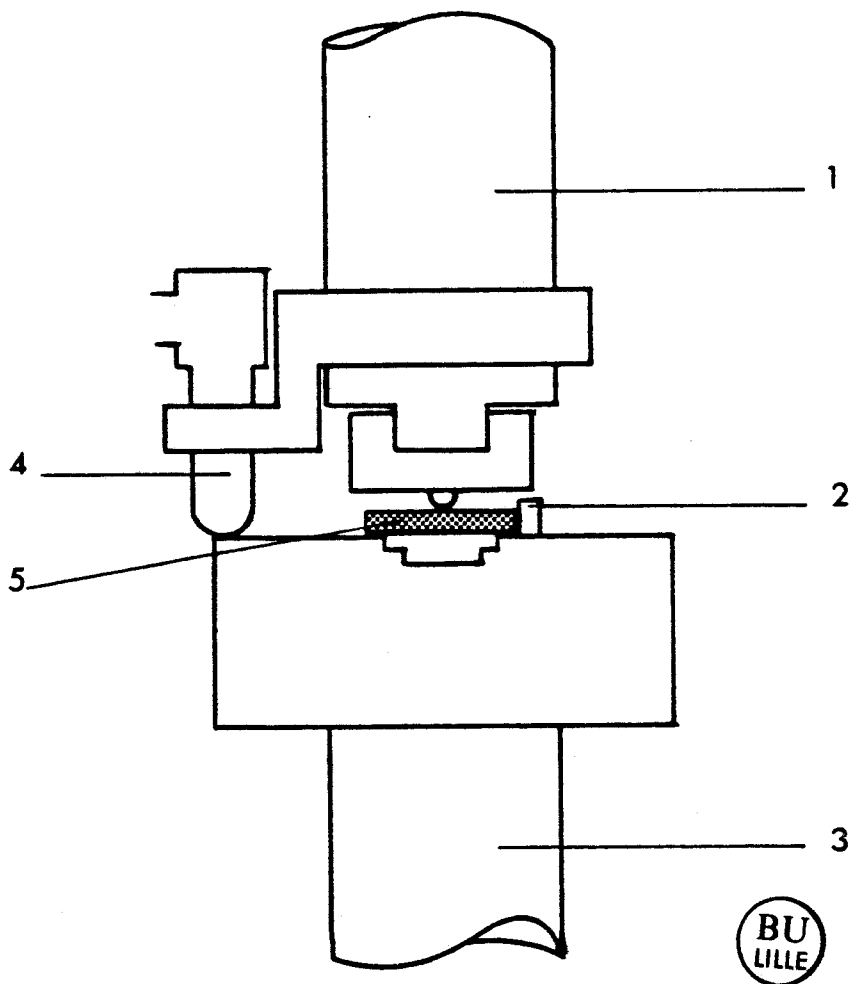
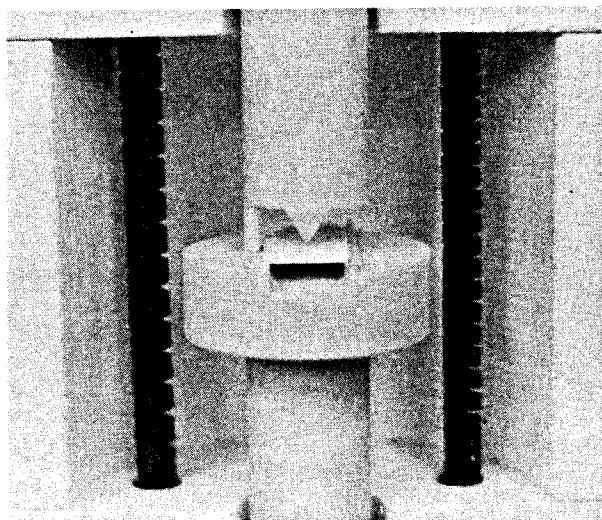


FIGURE -16-a- : Montage de double torsion en laiton

- 1: Piston supérieur
- 2: Tige de positionnement de l'éprouvette
- 3: Eprouvette de double torsion
- 4: Capteur de déplacement
- 5: Piston inférieur



50 mm

FIGURE -16-b- : Montage de double Torsion en alumine

Dans un second temps un montage en alumine frittée (AF 997) pouvant fonctionner à l'air jusque 1200°C a été réalisé (figure - 16b-). Le système d'extensométrie qui lui est associé ainsi qu'une machine de déformation "Instron 1195" permettra d'asservir le déplacement de la traverse à la flèche de l'éprouvette afin de pouvoir faire abstraction des relaxations parasites de l'ensemble du montage.

Des premiers essais sur ce montage sont en cours à 700°C.

## CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous présentons dans ce chapitre le comportement à la rupture de l'oxyde de magnésium à grains submicroniques (0,2-2 $\mu$ m). Trois gammes de porosités ont été étudiées :  $7 \pm 2$ ,  $13 \pm 2$ ,  $18 \pm 2\%$ , dénommées respectivement par la suite matériaux A, B et C.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des résultats obtenues au cours d'essais de flexion 3 points dans une gamme de température allant de 20 à 1180°C, et à l'étude des faciès de rupture au microscope électronique à balayage.

La deuxième partie est consacrée à l'étude de la croissance lente des fissures par essai de double torsion à température ambiante.

### III-1- ESSAIS DE FLEXION

#### III-1-1- CONTRAINTE A LA RUPTURE

La résistance à la rupture a été mesurée à partir d'essais de flexion 3 points, réalisés à une vitesse de déplacement de la traverse égale à 0,2mm/min. correspondant à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  égale à  $1,94 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , de telle sorte que les conditions de propagation de la fissure soient, toujours brutales. Les échantillons sont orientés de manière à ce que la charge soit appliquée perpendiculairement à l'axe de la pastille dans laquelle ils ont été obtenus.



La courbe charge P- flèche f est linéaire suivie d'une chute instantanée de la charge jusque zéro, même à haute température pour le matériau A. Pour les matériaux B et C, on constate un très léger écart à la linéarité au-dessus de 1015°C avant la rupture suivi là encore d'une chute instantanée de la charge.

La contrainte à la rupture est calculée à partir de la charge à la rupture en utilisant l'équation (AI-5) :

$$\sigma_{rup} = \frac{3 l P_{rup}}{2W^2b}$$

où l la distance entre les appuis inférieurs

W la hauteur de l'éprouvette

b la largeur de l'éprouvette

La figure -17- présente la variation de  $\sigma_{rup}$  avec la température pour les trois matériaux étudiés. Elle dépend peu de la température jusque ~800°C pour les matériaux A et B, puis décroît pour les températures supérieures; elle passe de ~200 (~140)MPa à la température ambiante à ~130 (~95) MPa à 1100°C pour le matériau A (B). Quant au matériau C, elle reste constante de l'ordre de 100 MPa sur le domaine de température étudié.

Aux basses températures ( $T < 700^\circ\text{C}$ ) la contrainte à la rupture diminue avec la porosité et il est possible de relier sa variation à la porosité par une loi empirique assez souvent observée [28-29] :

$$\sigma_{rup} = \sigma_0 \exp(-ap) \quad (20)$$

où p est la porosité égale à  $1 - \frac{\rho_{\text{échantillon}}}{\rho_{\text{théorique}}}$ ,  $\sigma_0 = 300\text{MPa}$

et  $a = 2,3$  (figure -18-)

C'est ainsi qu'elle vaut 200 MPa pour le matériau A et passe respectivement à 140 et 100 MPa pour les matériaux B et C.

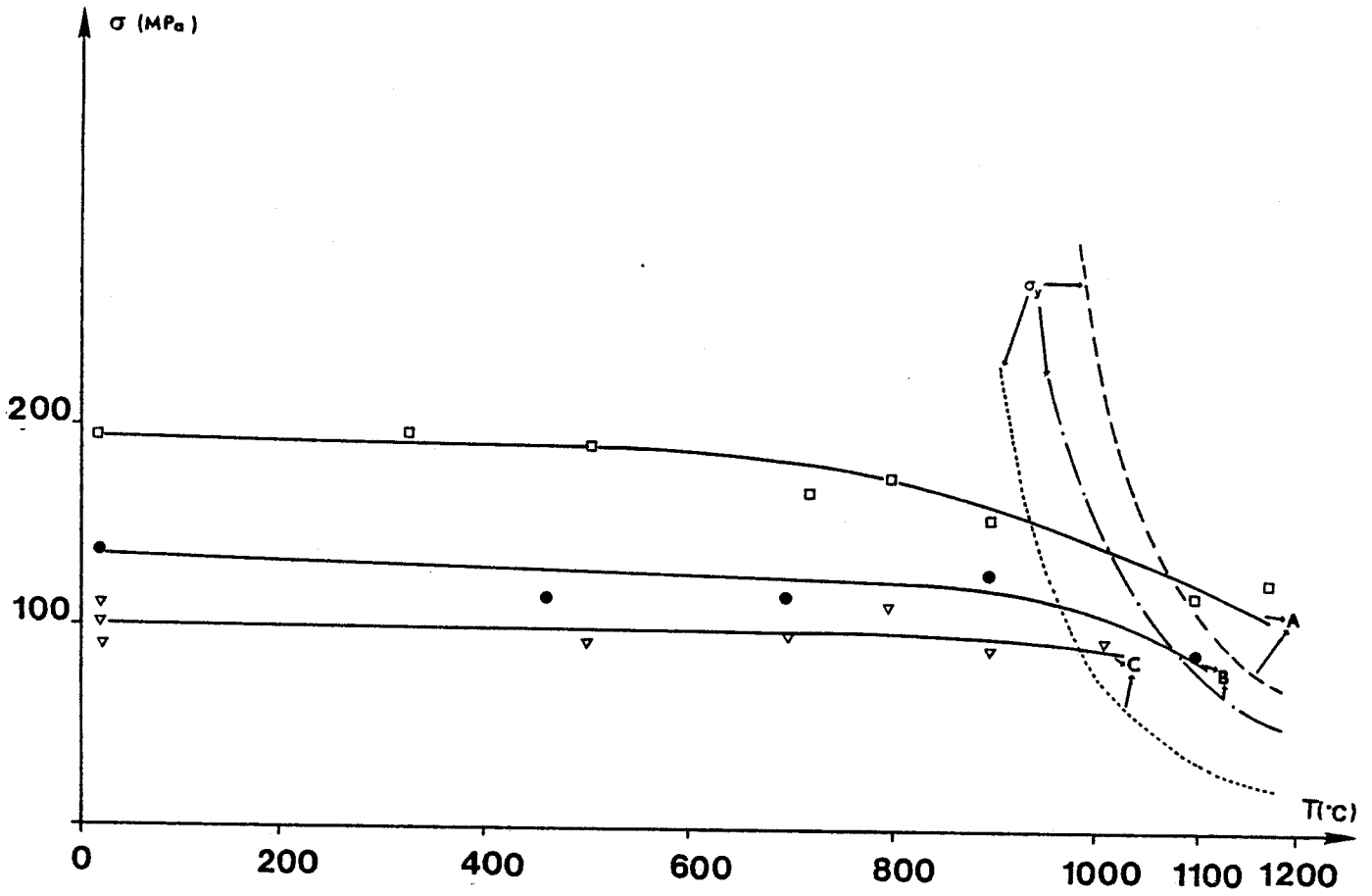


FIGURE -17- : Variation de la contrainte à la rupture avec la température

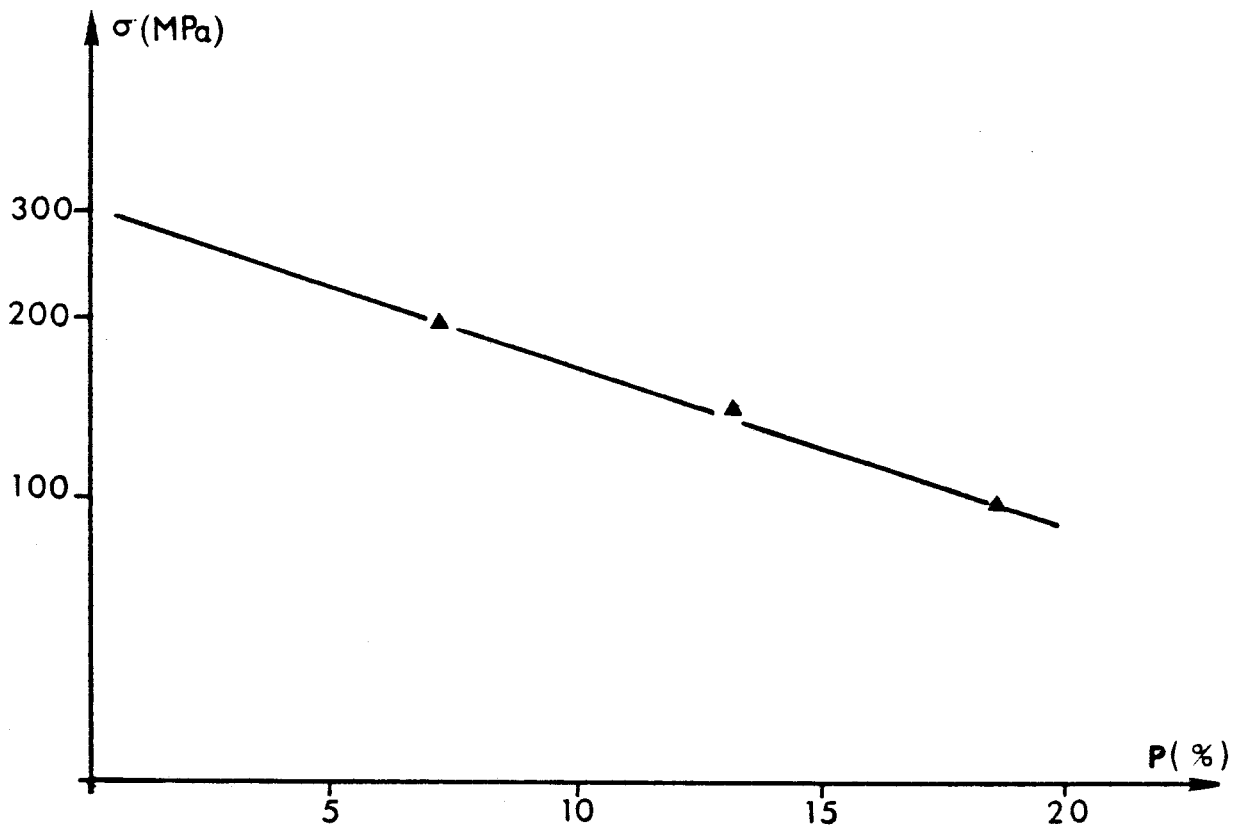


FIGURE - 18 - : Variation de la contrainte à la rupture avec la porosité à température ambiante

Au-delà de 700°C la décroissance de la contrainte à la rupture avec la porosité diminue au fur et à mesure que la température augmente.

Sur la figure -17- on a également rapporté, afin de mieux comprendre l'effet de la plasticité sur la contrainte à la rupture, la variation de la limite élastique en fonction de la température pour les 3 matériaux étudiés.

Sa mesure est l'objet du paragraphe suivant.

### III-1-2- LIMITE ELASTIQUE

La limite élastique est mesurée en compression sur des éprouvettes de dimension  $3,8 \times 3,8 \times 9 \text{ mm}^3$ . La vitesse de déformation a été choisie égale à  $1,86 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , c'est-à-dire voisine de celle des fibres externes dans nos essais de flexion 3 points. La limite élastique a été prise égale à la contrainte à 0,1%. Elle décroît rapidement au fur et à mesure que la température augmente pour les 3 matériaux, et passe de 120 MPa à 950 °C à 22 MPa à 1180°C pour le matériau C par exemple. On constate qu'elle est supérieure à la contrainte à la rupture pour des températures inférieures à 1070°C pour les matériaux A et B et à 980°C pour le matériaux C. Tandis que le phénomène s' inverse pour les températures supérieures.

Bien qu'il soit difficile de comparer nos courbes à celles rapportées par d'autres auteurs, qui ne fournissent pas les conditions expérimentales de vitesse de déformation et de détermination de la limite élastique, nos matériaux présentent une limite élastique plus élevée que celle rapportée par Evans et al. [30] sur des oxydes de magnésium de densité comparable mais de tailles de grain supérieures aux nôtres ( $G = 20 \mu\text{m}$ ).

L'effet de la porosité sur la limite élastique est identique à celui de la température, elle contribue fortement à la diminution de celle-ci quand elle même augmente.

### III-1-3- ENERGIE D'INITIATION DE FISSURE $\gamma_i$

L'énergie d'initiation de fissure  $\gamma_i$  a été obtenue à partir de la méthode analytique (équation -15-) :

$$\gamma_i = \frac{K_{IC}^2}{2E} (1-\nu^2)$$

celle-ci nécessite la connaissance de la tenacité à la rupture  $K_{IC}$ , mesurée sur éprouvettes de flexion entaillées (S.E.N.B) ainsi celle du module d'Young E déterminé par essai de compression uniaxial . Le coefficient de Poisson utilisé est celui donné par la littérature [31].

#### III-1-3-1- Tenacité à la rupture $K_{IC}$ :

Les essais de flexion 3 points nous ont permis de calculer la tenacité à la rupture en fonction de la température pour les 3 matériaux. Ils ont été réalisés à une vitesse de la traverse égale à 0,5mm/min. Toutes les courbes présentent une croissance linéaire de la charge avec la flèche, suivie d'une chute brutale de la charge, correspondant à une propagation catastrophique de la fissure. Aucune propagation contrôlée ou semi-contrôlée n'a été observée quel que soit la température, de même aucune plasticité n'a été observée. La profondeur de l'entaille a, a été choisie de l'ordre de 1mm ce qui correspond au rapport  $\frac{a}{W} \approx 0,26$ , où W est la hauteur de l'éprouvette (figure -19-).

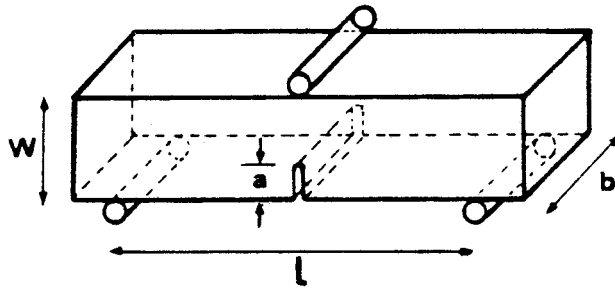


FIGURE -19- Epreuve de flexion entaillée (S.E.N.S.)

A partir de la charge à la rupture et des dimensions de l'éprouvette  $K_{IC}$  est calculé en utilisant -AI-11-.

$$K_{IC} = \frac{3 l P_{rup}}{2W^2b} Y \sqrt{a}$$

où  $b$  la largeur de l'éprouvette

$l$  la distance entre les appuis inférieurs

$Y$  constante géométrique, appelée facteur de forme (annexe I).

La variation de  $K_{IC}$  en fonction de la température est représentée pour les 3 porosités sur la figure -20-. La tenacité à la rupture est insensible à la température jusque  $800^{\circ}\text{C}$ , valant respectivement 1,4; 0,9 et 0,7  $\text{MPa} \sqrt{\text{m}}$  pour les 3 matériaux, A, B et C. Au-delà de cette température, elle augmente pour tous les matériaux atteignant 1,1  $\text{MPa} \sqrt{\text{m}}$  pour le matériau C à  $1100^{\circ}\text{C}$ . Toutefois, pour le matériau A, il est possible que  $K_{IC}$  passe par un maximum entre  $1000$  et  $1180^{\circ}\text{C}$  mais cela demanderait des essais à des températures plus élevées.

Dans le domaine des basses température ( $T < 800^{\circ}\text{C}$ ) où la plasticité n'intervient pratiquement pas, le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{IC}$  peut-être relié à la porosité par la relation :

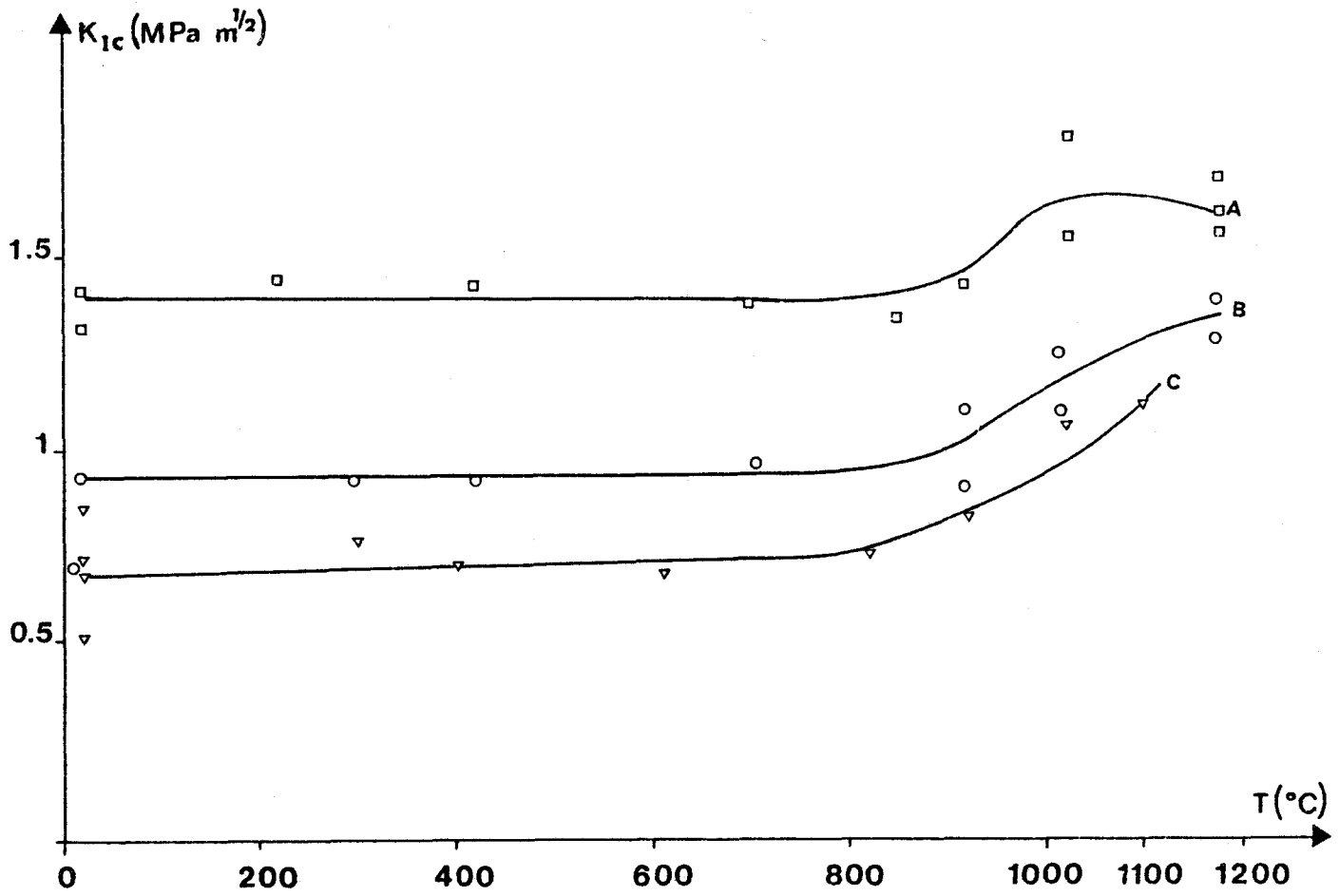


FIGURE - 20 - : Variation de la tenacité à la rupture avec la température

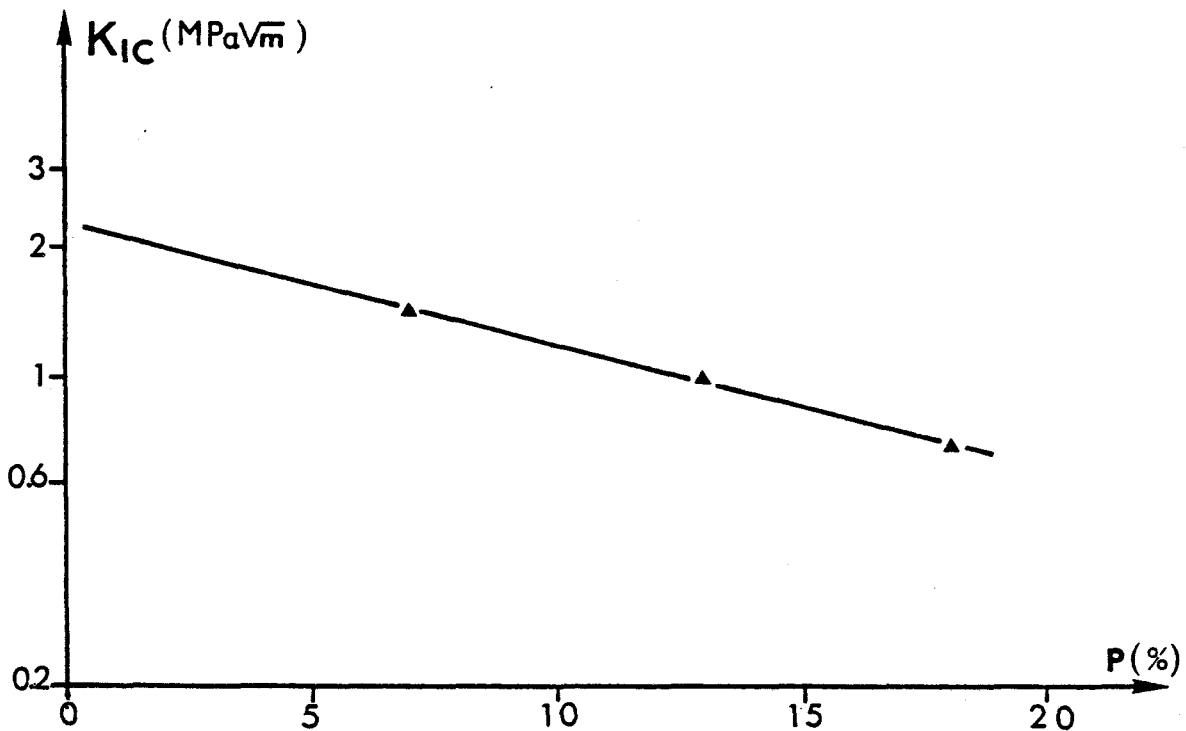


FIGURE -21- : Variation de la tenacité à la rupture avec la porosité à température ambiante.

$$K_{IC} = K_{ICo} \exp (-bp)$$

figure -21- avec  $K_{ICo} = 2,25 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$  et  $b = 6,6$ .

### III-1-3-2- Module d'Young

Le module d'Young a été déterminé par essais de compression uniaxial entre 20 et 1180°C et par quelques essais de flexion 3 points entre 500 et 1180°C en utilisant la relation -AI-10-

$$E = \frac{l^3}{4bW^3} \frac{P}{f}$$

(où  $f$  est la flèche de l'échantillon)

Les résultats obtenus par les deux méthodes sont assez similaires. La variation du module d'Young avec la température pour diverses porosités est représentée sur la figure -22-. On constate que pour les matériaux de porosité inférieure à 10%,  $E$  est constant jusque 800°C, puis chute au-delà de cette température. Quant au matériaux de porosité  $> 10\%$ ,  $E$  décroît légèrement avec la température jusque 800°C, puis chute pour des températures supérieures.

L'effet de la porosité sur le module d'Young pour différentes températures est représenté sur la figure -23-. On vérifie que le module d'Young est relié à la porosité par la relation proposée par Spriggs [32] :

$$E(T) = E_0(T) \exp (-C(T)P) \quad (22)$$

où,  $E_0(T)$  le module d'Young du matériau à porosité nulle à la température  $T$ .

$C(T)$  constante dépendant de la température  $T$ .

$P$  la porosité en %.

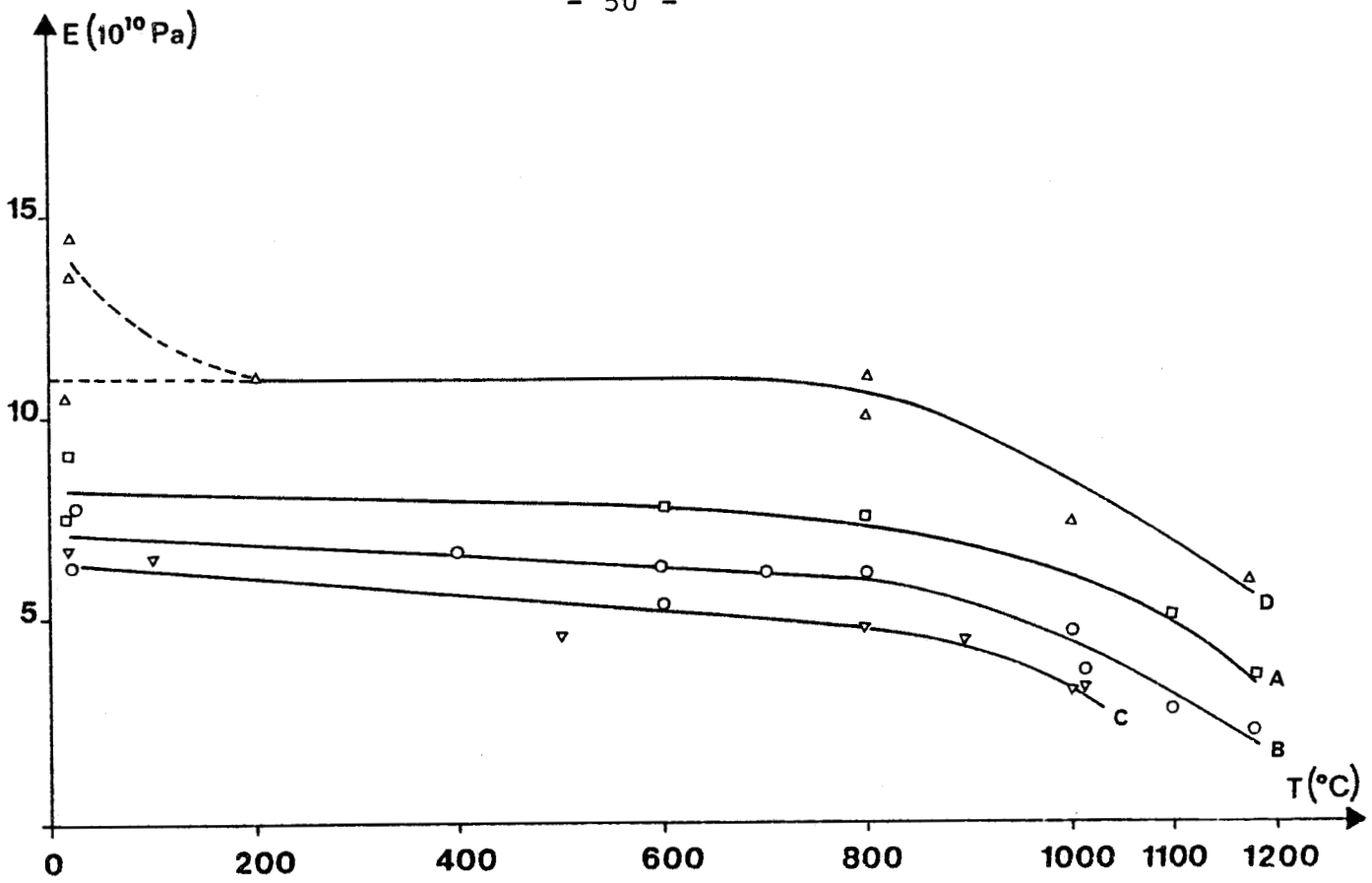


FIGURE - 22 - : Variation du module d'Young avec la température  
D: P= 1 %

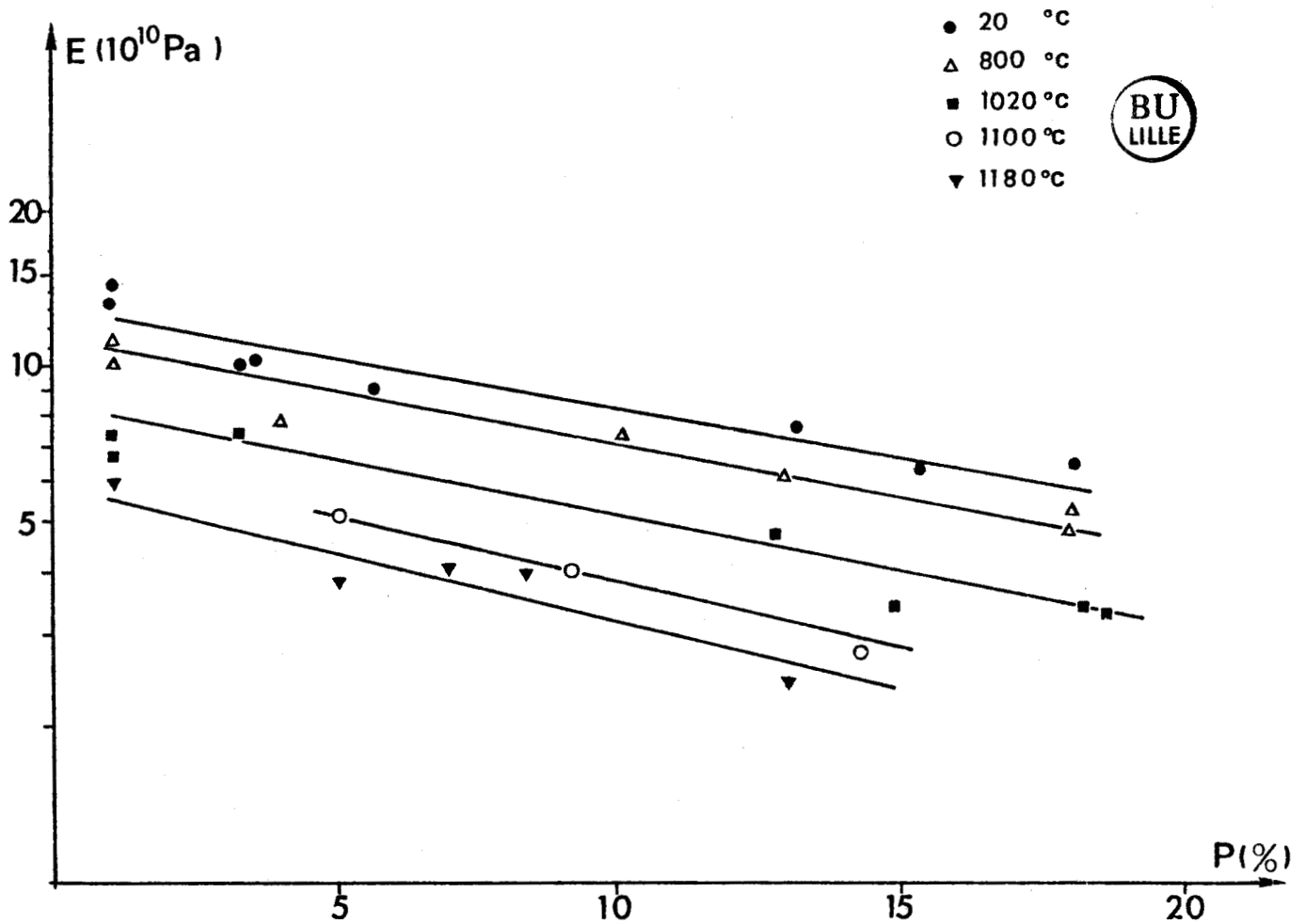


FIGURE - 23 - : Variation du module d'Young avec la porosité



Le tableau -3- représente la variation de ces constantes avec la température.

TABLEAU -3- Variation des constantes  $E_0$  et  $C$  avec la température

T°C	20	800	1015	1100	1180
$E_0$ $10^{10}$ Pa	14	11,3	8,4	6,9	5,8
$C$	4,72	4,77	4,9	5,83	5,94

Les valeurs du module d'Young sont comparables à celles rapportées par Hanna et Crandal [33] pour une fraction volumique de porosité supérieures à 10%, et inférieures pour des porosités inférieures à 10%.

#### III-1-3-3- Energie d'initiation de fissure $\gamma_i$

A partir des valeurs de  $K_{IC}(T)$  et  $E(T)$ , on a calculé la valeur de l'énergie d'initiation de fissure à l'aide de l'équation -15-. Sa variation avec la température pour les 3 matériaux étudiés est présentée sur la figure-24-.

L'énergie d'initiation de fissure augmente très légèrement avec la température jusque  $\sim 800^\circ\text{C}$ , puis au-delà de cette température on observe un très net accroissement de  $\gamma_i$ , accroissement plus prononcé pour le matériau C.

C'est ainsi qu'à température ambiante l'énergie vaut respectivement  $11,6 \text{ J/m}^2$ ,  $5,6 \text{ J/m}^2$  et  $3,5 \text{ J/m}^2$ , tandis qu'à  $1100^\circ\text{C}$   $\gamma_i$  est de l'ordre de 25 à  $30 \text{ J/m}^2$ .

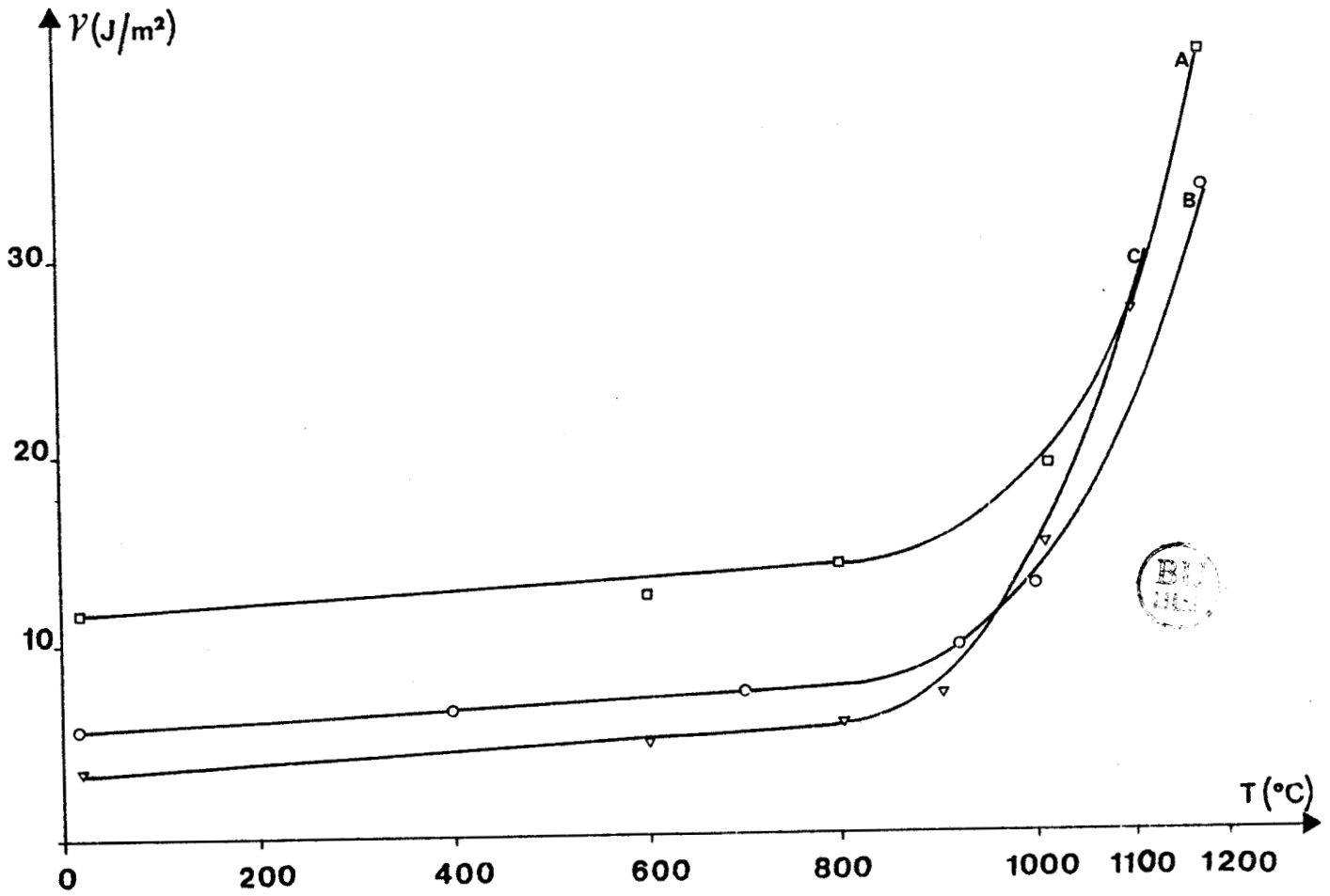


FIGURE - 24 - : Variation d'énergie d'initiation de fissure avec la température

Il est évident que là encore pour les températures inférieures à 800°C on peut relier l'énergie d'initiation de fissure  $\gamma_i$  à la porosité par une loi exponentielle [34] :

$$\gamma_i = \gamma_{i0} \exp(-dp) \quad (23)$$

où  $\gamma_{i0} = 24 \text{ J/m}^2$  et  $d = 11$  valeur compatible avec celle donnée dans la littérature [35].

#### III-1-4 : DETERMINATION DE LA TAILLE DES DEFATS

La résistance à la rupture des matériaux céramiques dépend beaucoup de la distribution, de la forme et de la taille des défauts existants.

La taille critique des défauts entraînant la rupture a été calculée, sachant que le facteur d'intensité critique de contrainte de  $K_{IC}$  est une grandeur propre à un matériau donné, à partir de la relation établie pour un défaut elliptique [6] :

$$a_c = \left[ \frac{K_{IC}}{\sigma_{rup}} \right]^2 \frac{1}{1,25\pi} \quad (24)$$

relation peu différente de celle obtenue dans le cas d'un défaut circulaire [36] :

$$a_c = \left[ \frac{K_{IC}}{\sigma_{rup}} \right]^2 \frac{\pi}{4} \quad (25)$$

A basse température la taille des défauts critiques est de l'ordre de 12 $\mu\text{m}$  pour les 3 gammes de porosités. Cette valeur est largement supérieure à la taille des défauts qu'on a pu observés dans les échantillons bruts d'élaboration au microscope électronique par transmission.

A partir de 800°C la taille des défauts critiques augmente avec la température : elle est de l'ordre de 30µm à 1015°C pour les 3 matériaux, et passe à ~ 50µm à 1100°C pour les matériaux A et B.

Ces valeurs seront discutées ultérieurement.

### III-1-5- TOPOGRAPHIE DES FACIES DE RUPTURE

Les faciès de rupture des éprouvettes de flexion ont été étudiés par microscopie électronique à balayage.

Nous présentons ci-dessous les faciès d'échantillons préentaillés très comparables à ceux des échantillons non entaillés.

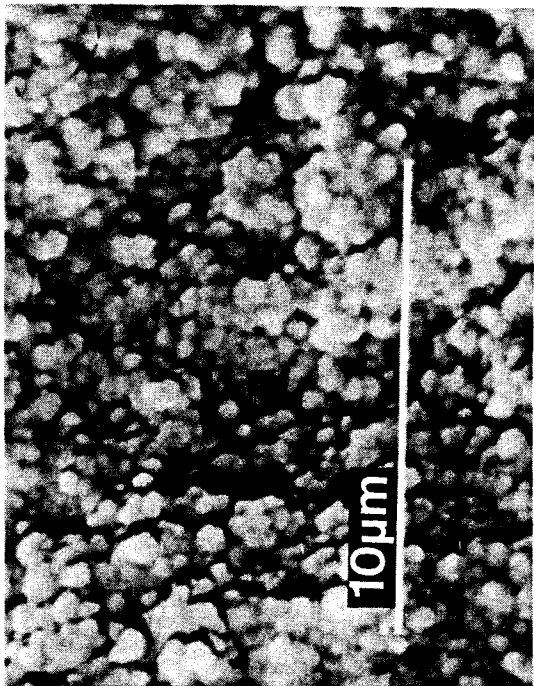
#### III-1-5-1- Faciès de rupture basse température ( $T \leq 800^\circ\text{C}$ )

A faible grossissement les faciès de rupture sont lisses.

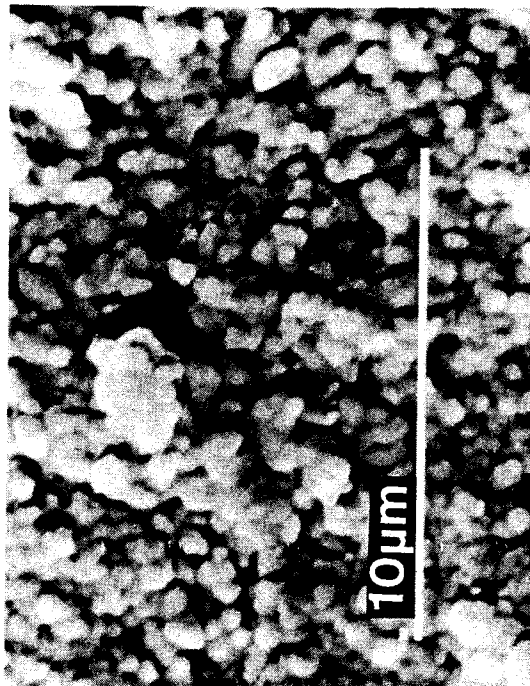
Aux grossissements intermédiaires ( $G \approx 5000$ ), on constate dans le cas d'une fracture à température ambiante (figure-25-a et b) que la rupture est intergranulaire quel que soit le type d'échantillon A ou C.

Quelques microfissures secondaires d'une dizaine de microns de long et quelques très rares arrachements apparaissent. Ainsi que l'on peut le constater la taille de grain est largement submicromique ( $\sim 3$  à  $5000 \text{ \AA}$ ).

La figure -26- met en évidence à fort grossissement quelques unes des microfissures observées précédemment. On se rend compte que les grains ont un aspect assez arrondi, comme émoussé.



a



b

FIGURE -25 - : Micrographies à faible grossissement. a : P = 18% T=20°C  
 b : P = 7% T=20°C

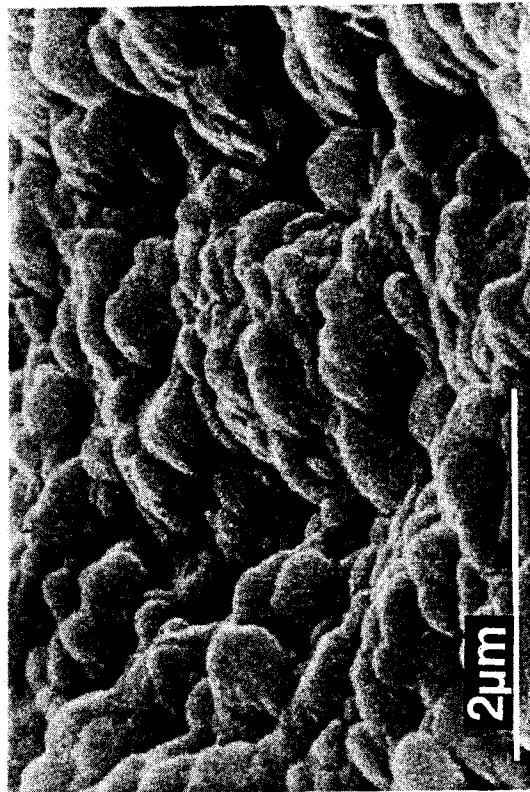
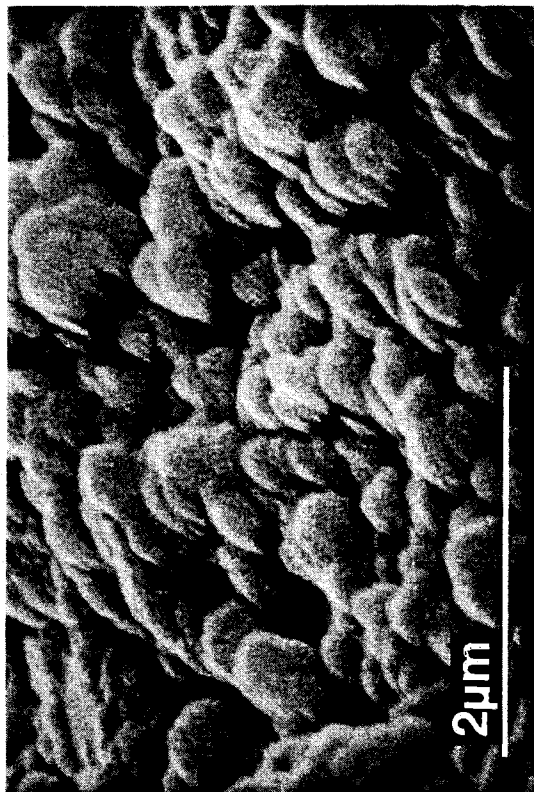


FIGURE -26- : Micrographies à fort grossissement des deux échantillons de la figure -25-

Une autre remarque que l'on peut faire en comparant les 2 photos de la figure -26- concerne la porosité (7% (26a) et 18% (26b)) : le balayage rend très mal compte de la différence de porosité, contrairement à la microscopie par transmission.

III-1-5-2- Faciès de rupture haute température ( $T > 800^{\circ}\text{C}$ )

Là encore les faciès de rupture sont lisses à faible grossissement.

La figure -27- présente les faciès de 2 échantillons A et C fracturés respectivement à  $1180^{\circ}$  et  $1100^{\circ}\text{C}$ . La fissuration se produit toujours de façon intergranulaire pour les 2 porosités.

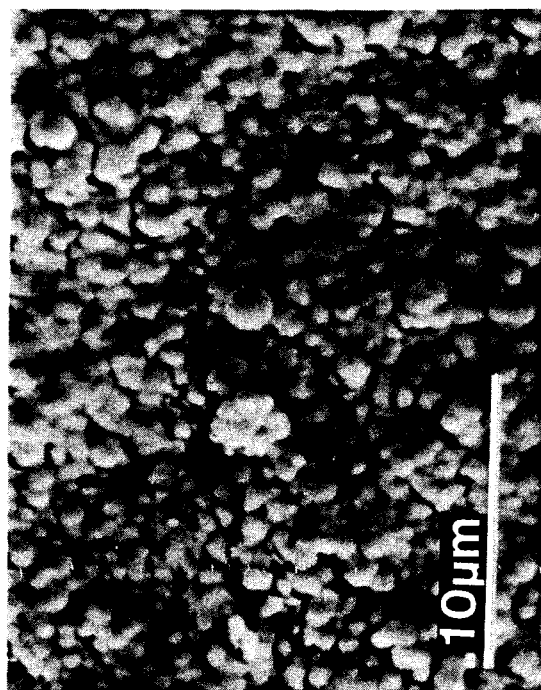
La différence principale avec les faciès basse température réside dans la densité de microfissures secondaires, très importante ici.

La figure -28- montre l'aspect à fort grossissement et à tilt nul des microfissures, aspect très semblable quel que soit la porosité de l'échantillon.

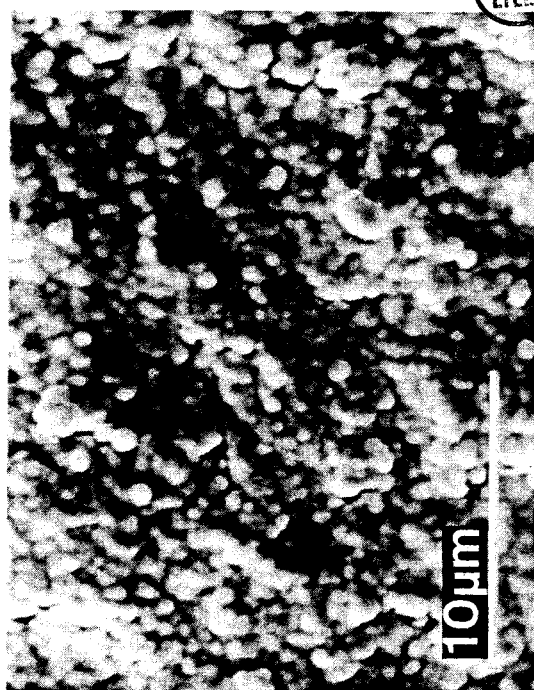
Quand on incline l'échantillon, il est possible d'observer des microfissures dont le plan moyen est peu incliné par rapport au plan de la fissure principale (figure -29-). On remarque alors que la base des grains appartenant à la fissure secondaire est comme ridée, phénomène n'existant pas à basse température (figure -30-).

Ces rides ont également pu être observées par microscopie électronique par transmission sur des lames dont une des faces était la surface de rupture, l'amincissement se faisant du côté opposé (figure -31-).

Sur la surface de rupture principale les grains ont encore une forme très arrondie.



a



b

FIGURE -27- : Micrographies à faible grossissement

a : P = 7% T = 1180°C

b : P = 18% T = 1100°C

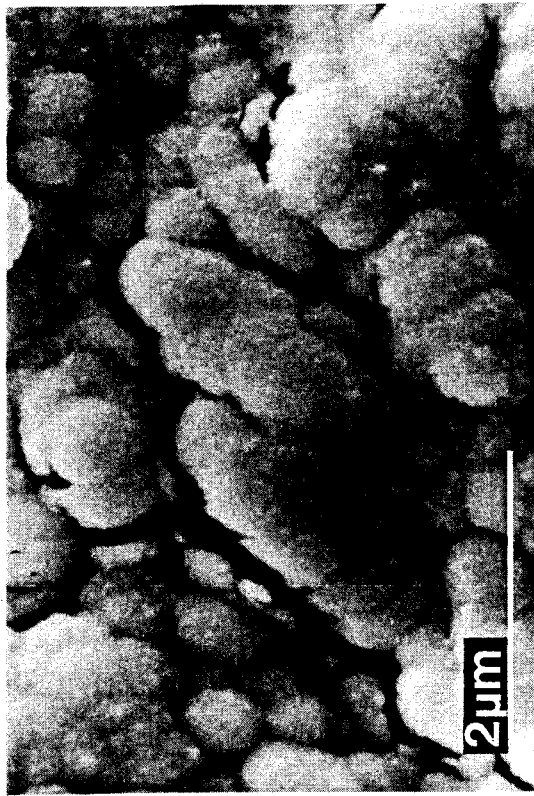
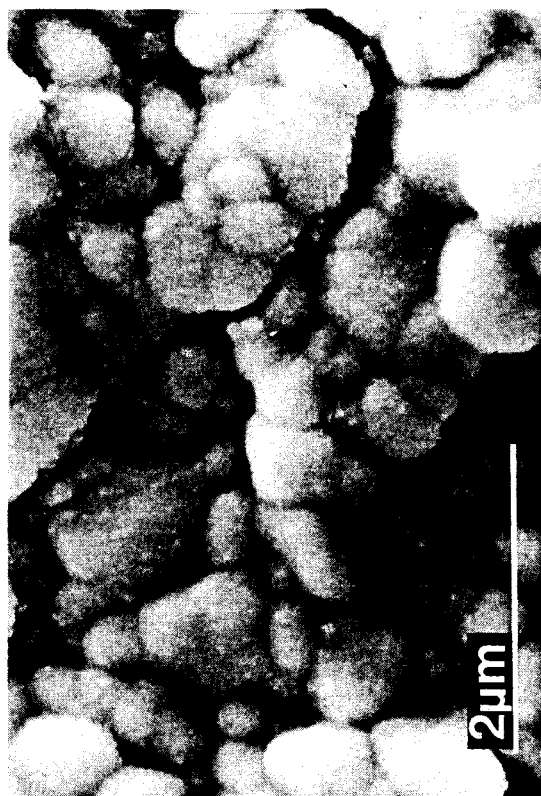
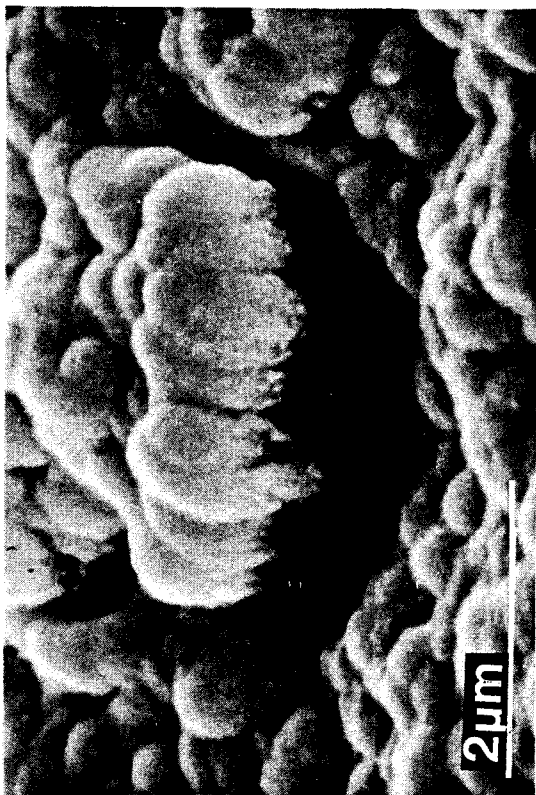
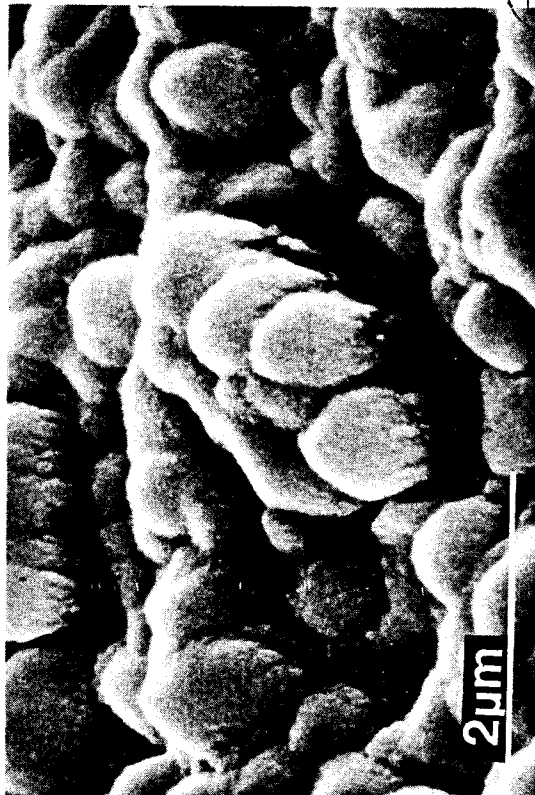


FIGURE -28- : Micrographies à fort grossissement des deux échantillons de la figure -27-



a

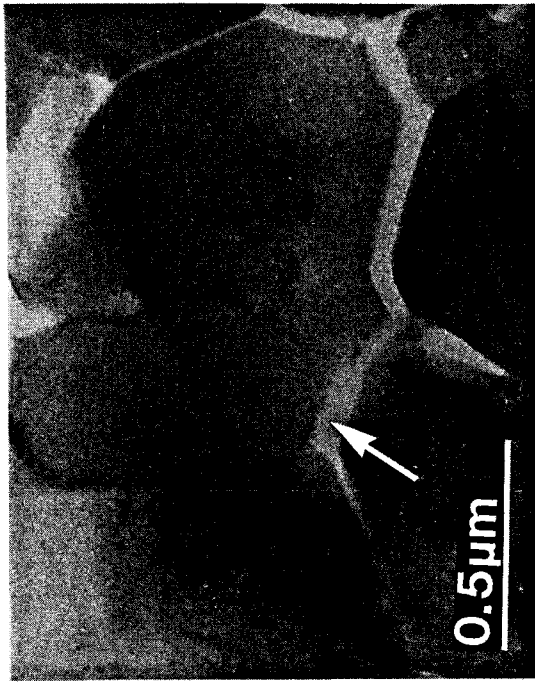


b

FIGURE -29- Micrographies à fort grossissement  
 a : P = 18% , T = 1110°C  
 b : P = 7% , T = 1180°C



30



31

FIGURE -30- Micrographie à fort grossissement  
 P = 9% , T = 20°C

FIGURE -31- Micrographie au M.E.T. de l'échantillon  
 de la figure -29-b)



### III-1-6- DISCUSSION DES RESULTATS DE FLEXION 3 POINTS

Dans un premier temps nous allons comparer nos résultats à ceux publiés par d'autres auteurs, en particulier Evans et Vasilos [30,37], dans le cas de magnésies à plus grosses tailles de grain que les nôtres (~20 $\mu$ m).

Dans un second temps nous tenterons une interprétation de nos résultats dont un des points principaux est l'apparition d'un certain taux de plasticité à haute température.

#### III-1-6-1- Comparaison avec des magnésies de grosses tailles de grains

Les matériaux que nous avons étudiés ayant une taille de grain beaucoup plus petite que celles des magnésies couramment utilisées dans ce genre d'étude, la comparaison sera limitée à l'aspect mécanique et sera plus qualitative que quantitative; un certain nombre d'enseignements pourront toutefois en être tirés.

Nous avons porté sur la figure -32- la variation de la contrainte à la rupture en fonction de la température pour nos 3 magnésies A, B et C, ainsi que pour 3 magnésies pressés à chaud de porosité et taille de grain, 3% -25 $\mu$ m, 1% -3 $\mu$ m, 11% - inconnue, dénommées respectivement par la suite HP<sub>1</sub>, HP<sub>2</sub> et HP<sub>3</sub> et pour une quatrième magnésie pressée à froid puis frittée, de porosité 15% et de taille de grain 20 $\mu$ m dénommée S.

On constate que le matériau A, bien qu'ayant une porosité supérieure à celle du matériau HP<sub>1</sub>, a une résistance comparable à celui-ci. Il en est de même pour le matériau C de porosité 17% dont la résistance à la rupture est semblable à celle de la magnésie HP<sub>3</sub> et double de celle du matériau S de porosité similaire.

Ceci montre qu'un matériau à grains fins n'a pas une résistance mécanique inférieure à celle de matériaux à gros grains de porosité identique.

L'extrapolation de la contrainte à la rupture à 0% de porosité donne à température ambiante pour nos magnésies une valeur voisine de 300 MPa (voir paragraphe III-I-I ) égale à celle rapportée par Vasilos pour le matériau HP<sub>2</sub> de taille de grain légèrement supérieure aux nôtres. Elle reste cependant inférieure à celle rapportée par Rice [38] et égale à 500 MPa dans le cas de magnésies denses pressées à chaud.

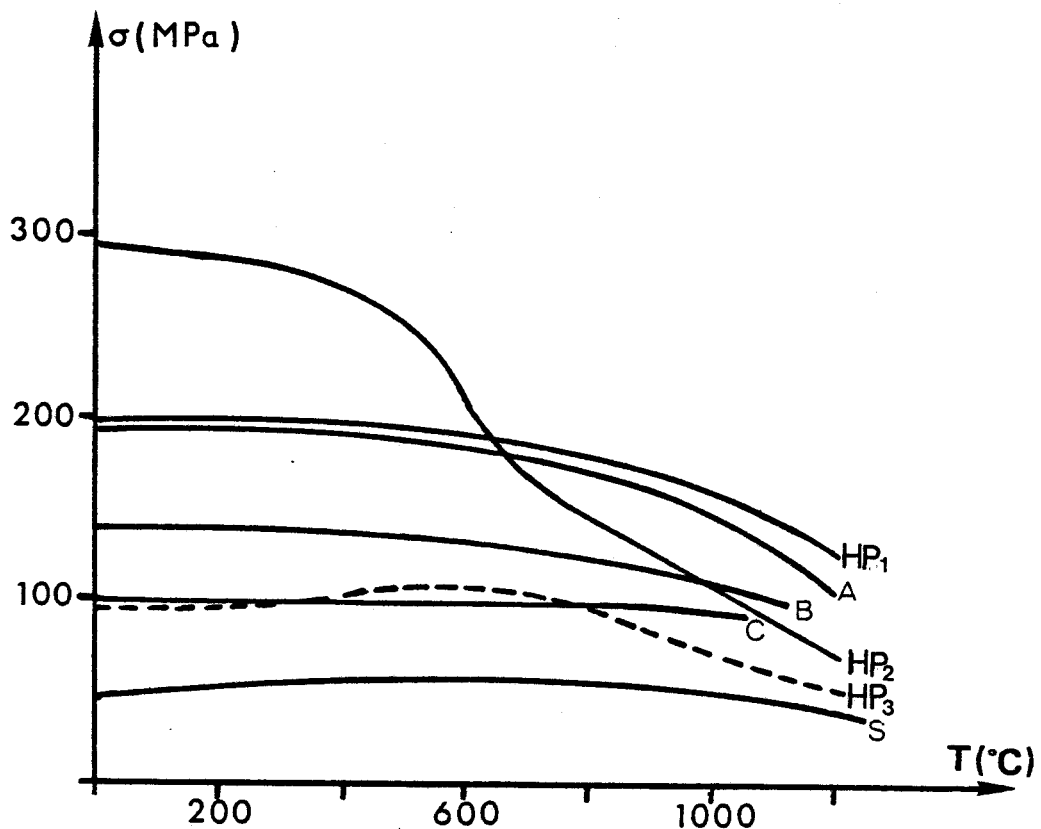


FIGURE 32- : Variation de la contrainte à la rupture avec la température

A, B et C nos résultats

HP<sub>1</sub> et S : EVANS et AL. [30]

HP<sub>2</sub> et HP<sub>3</sub> : Vasilos et AL [37]

De manière générale, excepté pour le matériau HP<sub>2</sub>, la contrainte à la rupture est peu sensible à la température jusque 800°C, elle chute ensuite d'autant plus vite que le matériau est plus résistant.

Il existe peu de données dans la littérature concernant le facteur d'intensité de contrainte critique pour la magnésie. On peut simplement noter qu'à 1000°C le matériau C a un  $K_{IC}$  de 1 MPa  $\sqrt{m}$  alors que Knight et al [29] obtiennent respectivement pour des matériaux de porosité 31,2 et 33,4% des valeurs de 0,55 et 0,2 MPa  $\sqrt{m}$ , leur taille de grain variant entre 20 et 200 $\mu$ m.

Quant à l'énergie d'initiation de fissure, elle est à la fois sensible à la taille de grain et à la porosité sans que des lois mathématiques très strictes puissent être établies, chaque magnésie semblant être un cas particulier. En fait, ceci signifie que le paramètre sous structure a un rôle très important, mais que sa maîtrise d'une part et la compréhension de l'influence de ces différentes composantes (taille de grain, porosité, morphologie,...) d'autre part, sont très difficiles; l'étude de l'influence d'une seule variable étant quasiment impossible.

On peut simplement constater que l'énergie  $\gamma_i$  diminue avec la porosité et la taille de grain à basse température, alors qu'au-dessus de 800°C l'effet des petits grains la fait croître fortement, contrairement aux mesures faites pour des grains de taille 20 $\mu$ m [30].

### III-1-6-2 - Interprétation des résultats

L'ensemble des courbes que nous avons présenté précédemment  $-K_{IC}(T)$ ,  $E(T)$ ,  $\gamma_i(T)$ ,  $\sigma_{rup}(T)$  - montre une transition très nette aux alentours de 800°C et peut-être scindé en deux parties :

- un domaine basse température ( $T \leq 800^\circ\text{C}$ ) où les différentes caractéristiques sont indépendantes de la température;
- un domaine haute température ( $T > 800^\circ\text{C}$ ) où elles en dépendent fortement.

La discussion des résultats suit ce plan.

### A) Domaine basse température

#### a) ENERGIE D'INITIATION DE FISSURE

Dans ce domaine, la fracture se produit par décohésion intergranulaire.

Les énergies d'initiation de fissure que nous obtenons sont dans tous les cas supérieures à l'énergie de surface de la fracture intergranulaire ( $\gamma_{jg} \sim 0,7 \text{ J/m}^2$ ). Cette différence peut s'expliquer par le fait que la fracture n'est pas simple, et qu'à l'énergie de surface thermodynamique  $\gamma_0$  il est nécessaire d'additionner des termes supplémentaires dépendant de l'orientation de la fissure, de l'énergie  $\gamma_p$  dépensée en déformation plastique en tête de fissure, de la microfissuration  $\gamma_{mf}$  ou de toute autre forme d'énergie  $\gamma_a$  dissipée pendant la propagation telle l'énergie acoustique, cinétique ou thermique [39] soit :

$$\gamma_i = \psi \gamma_0 + \gamma_p + \gamma_{mf} + \gamma_a \quad (26)$$

où  $\psi$  est un facteur faisant intervenir l'orientation de la fissure.

Il est très difficile de chiffrer chaque terme de l'équation précédente.

On peut estimer que la surface de fracture, loin

d'être plate à l'échelle microscopique, peut multiplier l'énergie  $\gamma_0$  par un facteur 3.

Il est probable qu'il existe une plasticité très limitée en tête de fissure, comme le glissement aux joints de grains, conduisant à une microfissuration secondaire peu profonde, ainsi que le montrent les figures (-25-a-b), c'est-à-dire limitée à un grain ou deux.

Les contraintes nécessaires au glissement aux joints et à la fissuration due à celui-ci sont mal connues aussi la dépendance en température de  $\gamma_p$ , et donc celle de  $\gamma_i$ , est difficile à prévoir dans ce domaine.

#### b) INFLUENCE DE LA POROSITE

On constate expérimentalement que l'énergie d'initiation de fissure  $\gamma_i$  diminue quand la porosité augmente.

En fait, la porosité peut avoir deux effets opposés. Elle peut si les pores sont de forme sphéroïdale augmenter le facteur d'intensité critique de contrainte  $K_{IC}$  en émoussant la fissure en différents endroits sur sa longueur [40]. Réciproquement si l'angle du dièdre à l'endroit où le pore se termine entre 2 joints est très aigu, non seulement le pore n'émousse pas la fissure mais il réduit fortement l'aire des surfaces créées pendant la propagation de la fissure, réduisant donc d'autant l'énergie.

Peut-on appliquer ces remarques à nos matériaux ?

Si on considère la porosité totale, il existe une certaine partie qui est fermée. Au fur et à mesure que la porosité diminue, il est raisonnable de penser que le pourcentage de porosité fermée va augmenter, porosité fermée emprisonnant des gaz, dus à la réaction de décomposition,

dont la pression va sphéroïdiser les surfaces du pore ainsi que l'observe Crampon [8]. Inversement la porosité ouverte, et en particulier quand elle augmente et que l'assemblage des grains est fait de façon très irrégulière (voir partie expérimentale), présente de nombreux pores limités par des dièdres relativement aigus.

On voit donc que la microstructure de nos matériaux peut expliquer au moins de façon qualitative la diminution de l'énergie  $\gamma_i$  avec la porosité.

Il serait intéressant de tester des échantillons de plus faible porosité pour voir jusqu'où cet effet peut aller.

#### c) TAILLE DU DÉFAUT CRITIQUE :

La taille du défaut critique calculée dans le cas d'un défaut elliptique est de l'ordre de  $12\mu\text{m}$ , quelle que soit la porosité du matériau. Cette taille est très supérieure à ce qui pu être observé à l'intérieur de nos échantillons mais est parfaitement compatible avec celle des défauts de surfaces introduits lors de la préparation des éprouvettes (figures -33- a et b-) et cela même si le polissage de la face en tension a été fait en utilisant une grosseur finale de grain de diamant de  $0,25\mu\text{m}$ . La non dépendance de la taille du défaut avec la porosité est également un argument en faveur de cette interprétation.

La résistance à la rupture de nos échantillons est donc contrôlée dans le cas présent par les défauts de polissage mécanique, microfissures ou arrachements de grains, et est dans ce cas une résistance extrinsèque. Cet effet des défauts de préparation à également été observé par Evans et Al [30] dans le cas d'échantillons de magnésie dense; ces auteurs observent

que la contrainte de rupture est plus importante à basse température, si les éprouvettes sont polies chimiquement avant l'essai. En ce qui nous concerne, il n'est pas sûr qu'un polissage chimique améliore la résistance à la rupture dans la mesure où le bain de polissage peut pénétrer dans l'échantillon par la porosité ouverte et créer une microfissuration interne par corrosion.

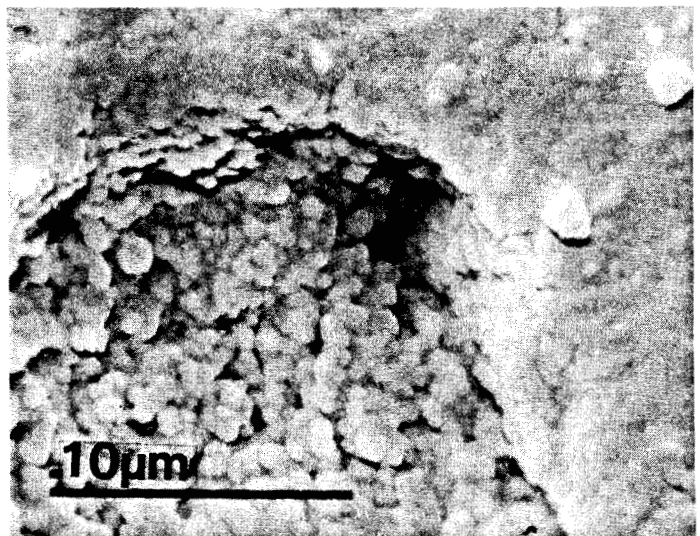
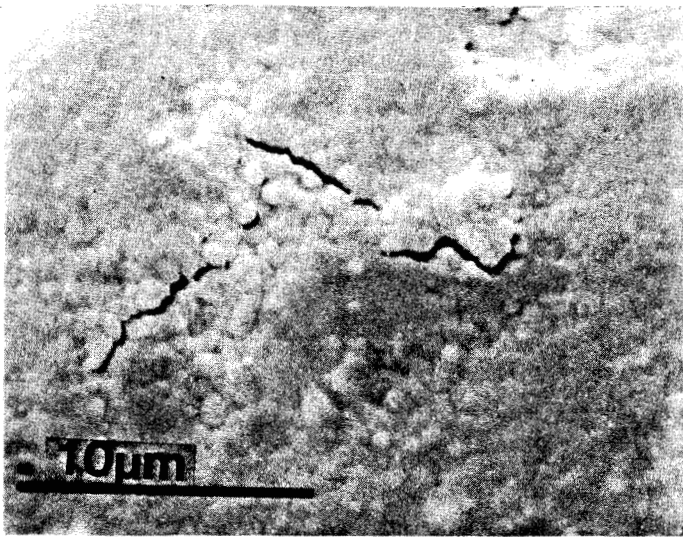


FIGURE -33- Défauts de surfaces introduits lors du polissage

### B- Domaine haute température

Ce domaine est celui où la diffusion en surface commence à être suffisamment active pour jouer un rôle non négligeable dans les mécanismes de plasticité pour nos matériaux à petits grains [18].

Dans le cas présent, cette plasticité est cependant limitée à une zone relativement réduite en avant de la fissure principale. On a pu en particulier vérifier que l'épaisseur des échantillons et la longueur de la préentaille étaient toujours supérieures à  $2,5 (K_{IC}/\sigma_y)^2$ , où  $\sigma_y$  est la limite élastique.

#### a- ENERGIE D'INITIATION DE FISSURE

Au-dessus de 800°C, l'énergie d'initiation de fissure  $\gamma_i$  augmente très fortement avec la température pour atteindre vers 1150°C des valeurs de l'ordre de 35 J/m<sup>2</sup>. Ce comportement est très différent de celui observé par Evans et al [30] sur de la magnésie à taille de grain 20µm, mais tout à fait comparable au comportement à la rupture de nitrure de silicium fritté réaction [41] de taille de grain légèrement inférieure au micron. On peut également constater que dans ce domaine de température  $\gamma_i$  est peu influencé par la porosité.

Cette augmentation de l'énergie  $\gamma_i$  est due à une plasticité qui s'étend maintenant en tête de fissure dans une zone allant de quelques microns à quelques dizaines de microns suivant la température et la porosité.

Ici encore, le rôle des dislocations est très limité voir nul. En effet, des lames prélevées parallèlement à la surface de fracture et observées par M.E.T. n'ont généralement révélées, ainsi que le montre la figure -34-, que des grains libres de toute dislocation. Par contre, le glissement aux joints doit être très actif. Il sera ou non accommodé par la diffusion et provoquera la création d'ouvertures au niveau de certains joints, dont la coalescence donnera les nombreuses



microfissures secondaires très bien mises en évidence au microscope à balayage. Il faut toutefois remarquer que certaines ouvertures peuvent être dues non pas à une non accommodation par la diffusion, mais à un écoulement par diffusion de la porosité ouverte ou sans gaz afin d'accommoder les contraintes ainsi que l'a déjà remarqué Crampon [18]. Les aspérités à la base des grains des fissures secondaires pourraient alors être des témoins de cette ouverture par diffusion, ces aspérités étant absentes à température ambiante.

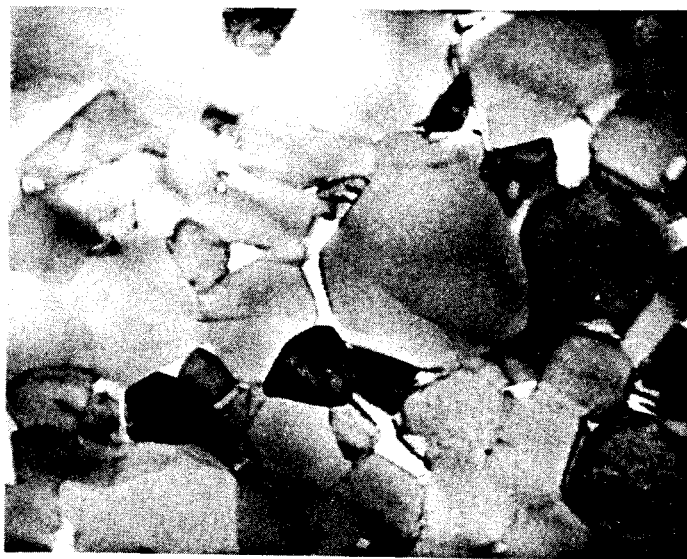


FIGURE - 34- Micrographie d'un échantillon de porosité 7% fracturé à 1180°C

Ces microfissures sont beaucoup plus nombreuses et pénètrent plus profondément dans l'échantillon que celles du domaine basse température. Ceci n'a rien d'étonnant dans la mesure où le diamètre de la zone plastique va augmenter avec la température. Tous ces mécanismes vont donc dissiper de plus en plus d'énergie avec la température accroissant du même coup l'énergie d'initiation de fissure en accord avec nos observations.

Ici, une remarque s'impose : elle concerne la présence éventuelle d'une phase vitreuse aux joints, ainsi que pourrait le faire penser la chute du module élastique et l'aspect moutonneux des surfaces de fracture.

Nous ne pensons pas que cette hypothèse soit justifiée. D'une part, la chute de module, loin d'être catastrophique, peut-être expliquée par l'apparition d'une légère plasticité le long des joints sans avoir besoin de faire intervenir une phase visqueuse, l'énergie  $\gamma_i$  en serait alors légèrement diminuée, d'autre part, l'aspect des surfaces de fracture, assez semblable à celui de basse température en ce qui concerne la fissure principale, peut-être modifié et adouci par la présence des films de carbone et d'or qui recouvrent ces surfaces. Par ailleurs, aucune seconde phase n'a jamais été révélée par microscopie électronique.

Le rôle de la porosité est ici d'accroître le rôle des mécanismes de dissipation d'énergie par plasticité contre-carrant ainsi les effets évoqués pour le domaine basse température. Il en résulte une quasi indépendance de  $\gamma_i$  avec elle.

#### b-TAILLE DES DEFAUTS CRITIQUES

Dans ce domaine la plasticité n'a pas que des effets bénéfiques. On observe que la taille des défauts critiques est maintenant de l'ordre de  $30\mu\text{m}$  à  $1000^\circ\text{C}$  et de  $50\mu\text{m}$  à  $1100^\circ\text{C}$ . Les matériaux de départ ainsi que les conditions d'usinage étant identiques à ce qu'ils étaient dans le domaine basse température, il est raisonnable de penser que la diminution de la contrainte à la rupture est liée à l'augmentation de la taille des défauts d'usinage par coalescence, en tête de fissure, d'ouvertures de joints. Si l'on calcule par exemple la correction à apporter à la taille des défauts de polissage, en considérant un rayon de zone plastique donné en état

de déformation plane par la relation [16] :

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left[ \frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right]^2 \quad (27)$$

on obtient les résultats du tableau -4-

TABLEAU -4- Rayon de zone plastique en fonction de la température pour les 3 matériaux A, B et C

magnésie	température	K <sub>IC</sub> MPa √m	σ <sub>y</sub> MPa	r <sub>p</sub> μm
A	1000	1,6	300	2
	1100	1,6	130	8
	1180	1,6	90	17
B	1000	1,2	200	2
	1100	1,25	90	11
	1180	1,3	50	35
C	900	0,8	200	1
	1000	0,9	90	6
	1100	1,1	40	40

On voit donc que même si cette correction ne suffit pas à expliquer l'accroissement total de la taille des défauts (il faut cependant noter que la détermination de la limite d'élasticité dans le cas présent où les courbes présentent un stade parabolique très étendue n'est pas aisée, et qu'une faible variation de celle-ci pourrait faire varier r<sub>p</sub> dans un rapport de 2) elle va dans le bon sens et peut justifier de l'augmentation de la taille des défauts.

Ceci montre par ailleurs que les valeurs de  $K_{IC}$  sont peu perturbée par la présence de la zone plastique en tête de fissure.

Conclusion :

A basse température la résistance de nos échantillons est contrôlée et limitée par la présence de défauts d'usinage, alors qu'à haute température, c'est l'extension de ceux-ci par coalescence, de microfissures qui la gouverne.

Si l'on compare ce comportement à celui de magnésies de taille de grains  $20\mu\text{m}$  [30], il est dans l'ensemble assez semblable du point de vue contrainte de rupture, mais très différent en ce qui concerne l'énergie d'initiation de fissure. Nos valeurs sont plus faibles à basse température, ce qui tendrait à prouver que la plasticité par mouvement de dislocations est plus efficace pour réduire les concentrations de contrainte et augmenter  $\gamma_i$  dans ce domaine, par contre à haute température, l'effet des petits grains est très bénéfique en dissipant une quantité importante d'énergie et en limitant par accommodation l'extension des défauts existants.

### III-2- ESSAIS DE DOUBLE TORSION, DIAGRAMME ( $K_I, V$ )

Le diagramme ( $K_I, v$ ) de la vitesse de propagation sous critique des fissures a été établi, à température ambiante dans de l'air à 60% d'humidité, pour des éprouvettes de densité relative égale à 82%, par la méthode de relaxation. (voir annexe II).

Dans un premier temps nous avons mesuré la complaisance des éprouvettes pour différentes profondeurs de pré-entailles (de 0 à 18mm); sa variation avec la longueur a de l'entaille peut-être mise sous la forme : (équation-AIII-1-)

$$C = f/p = Ba + D$$

avec  $B = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ N}^{-1}$  et  $D = 0,2 \cdot 10^{-6} \text{ mN}^{-1}$

La figure -35- présente les courbes obtenues pour 3 éprouvettes différentes dont la longueur initiale de l'entaille était de 5 mm.

L'échantillon est chargé rapidement à  $100 \mu\text{m}/\text{min}$ . à environ 90% du  $K_{IC}$  et on stoppe la traverse. La vitesse de propagation (voir annexe II) a été calculée en mesurant directement la vitesse de la relaxation de la charge sur l'enregistrement. La correction due à l'inclinaison du front de fissure a également été faite. Pour celle-ci on trouve que le rapport  $\frac{\Delta a}{t_n}$  est environ de 1.

La durée des relaxations a été de l'ordre de 3 heures et la fissure durant ce temps s'est propagée sur une distance de l'ordre de 2 cm.

Bien que décalées les unes par rapport aux autres les 3 courbes présentent la même allure :

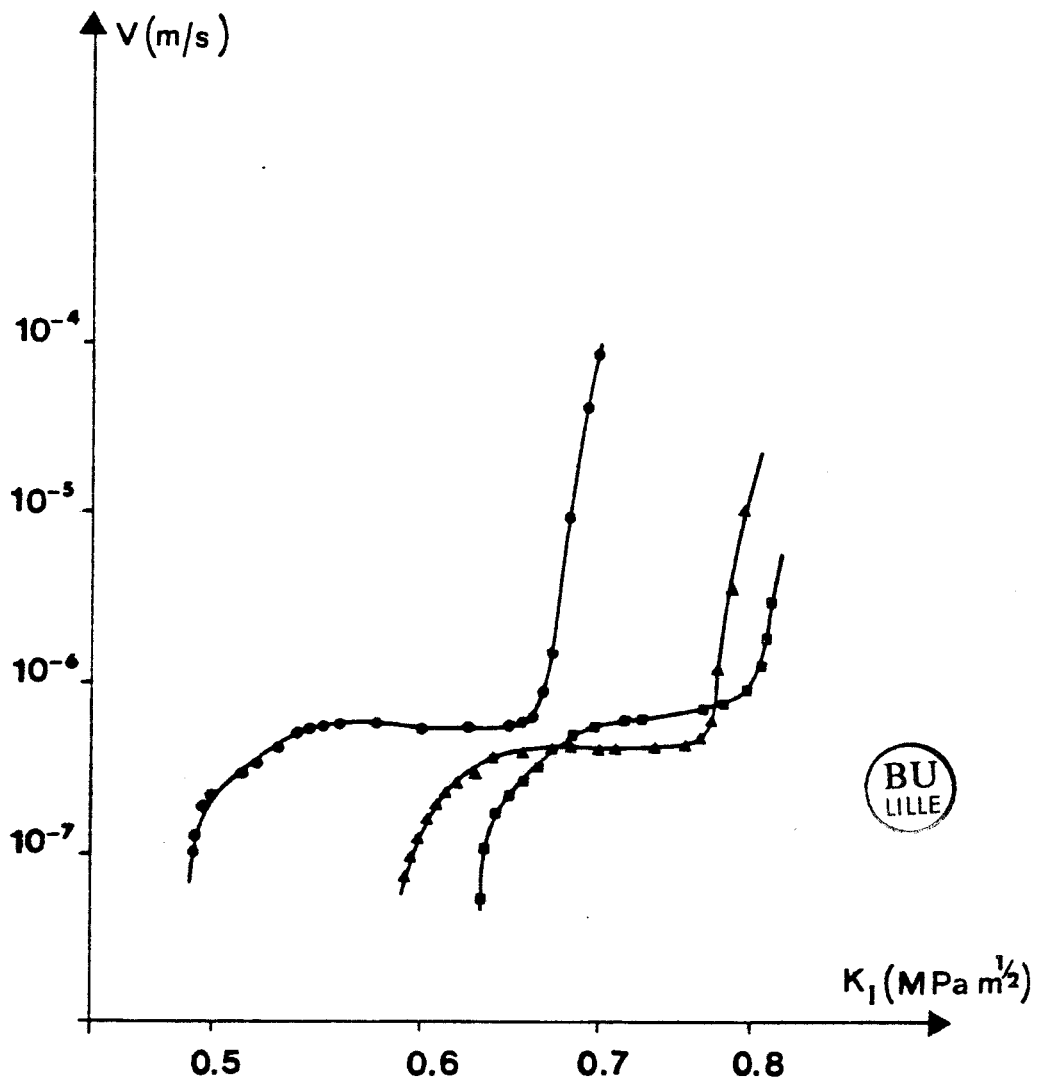


FIGURE - 35 - : Diagramme ( $K_I, V$ ) pour 3 éprouvettes de magnésie de porosité 18%.

i) pour les faibles valeurs de  $K_I$  une contrainte seuil de  $K_{IO}$  en dessous de laquelle nous n'avons pu observer de propagation;

ii) une partie I où les vitesses de fissuration  $V$  sont très faibles, inférieures au micron par seconde. Pour cette partie on a pu relier la vitesse  $V$  à  $K_I$  par la relation -13- :

$$V = AK_I^n$$

où  $n$  est de l'ordre de 14

Toutefois, cette partie semble restreinte sur notre courbe et il n'est pas sur que nous ayons pu explorer tout le domaine.

iii) Une partie II où la vitesse est quasi constante de l'ordre de  $0,5\mu\text{m/s}$ ;

iiii) Enfin, pour les valeurs de  $K_I$  plus élevées, une partie III où la vitesse  $V$  s'accélère fortement, et peut être encore reliée à  $K_I$  par une loi en  $K_I^n$  ; dans ce domaine l'exposant est de l'ordre de 90.

Les valeurs des exposants pour chacune des parties I et III sont compatibles avec les valeurs usuellement obtenues pour les oxydes.

Les différents paramètres intéressant chacune des courbes sont présentés dans le tableau-5-.

TABLEAU -5- : Le paramètre n, vitesse du plateau (II),  $K_{I\max}$ ,  $K_{IO}$  et  $-\log A$  des courbes de figure -35-

Réf.	n	v.plateau $10^{-6}m/s$	$K_{I\max}$	$K_{IO}$	$-\log A$
●	10,06	5,4	0,7	0,492	86,8
▲	14,4	4,2	0,79	0,582	90
■	15,11	6	0,82	0,63	94

On obtient donc pour la partie I des courbes une relation moyenne liant vitesse v et facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  :

$$\log V = 14,5 K_I - 90 \quad (28)$$

Plusieurs remarques s'imposent :

a) bien que présentant une certaine dispersion, couramment observée dans ce genre d'essai [42-43], toutes les courbes sont identiques en forme et peuvent se déduire les unes des autres par une translation horizontale.

b) la dispersion peut avoir différentes causes : ce peut-être la dispersion naturelle du  $K_{IC}$  déjà observée en essais de flexion 3 points, et dont l'origine réside dans une microstructure légèrement différente d'un échantillon à l'autre; ou bien encore le degré d'humidité relative qui varie d'un essai à l'autre, car si l'on mesure l'humidité de l'air environnant au cours de l'essai rien ne prouve qu'elle corresponde à la valeur au coeur de la plaquette. En particulier



l'échantillon peut contenir lui-même dans les pores une certaine quantité de vapeur d'eau dont l'influence n'est peut être pas négligeable.

Enfin, ainsi que l'ont remarqué Mamoun et al [34] l'épaisseur de la plaquette elle-même semble avoir un effet sur la vitesse de propagation, or ici l'épaisseur de nos éprouvettes est relativement importante.

c) les valeurs obtenues pour le  $K_{IC}$  ( $0,9 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$ ) sont en moyenne 15% supérieures à celles déduites des essais de flexion 3 points, en accord avec d'autres auteurs [43,44].

d) les valeurs de  $K_{I0}$  au-dessous desquelles la propagation n'intervient plus sont des valeurs supérieures. En effet, bien que toutes les précautions aient été prises, on a souvent observé une remontée de la charge en fin de la relaxation quand la vitesse de décroissance devient très faible. Cet effet, qui ne peut s'expliquer que par des fluctuations ambiantes de température, limitait donc le temps de la relaxation et, il n'est pas sûr que des valeurs inférieures de  $K_I$  et de vitesse ne puissent être atteintes.

e) les valeurs des exposants que nous obtenons sont difficilement comparables à ceux de la littérature, dans la mesure où à notre connaissance il n'existe qu'une seule autre détermination de la vitesse de propagation lente en fonction du facteur d'intensité de contrainte [46], détermination faite à partir d'essais de fatigue statique dans l'eau. On peut simplement avancer que nos valeurs sont compatibles avec celles généralement observées dans les céramiques de type oxyde.

f) pour une meilleure compréhension de la corrosion sous contrainte en front de fissure, il serait nécessaire

d'opérer dans différents milieux et avec des éprouvettes moins épaisses.

Nous avons pour l'instant commencé une nouvelle série d'essais dans l'air à 700°C.

## CONCLUSION

Les mécanismes de rupture de polycristaux de magnésie à grains fins (0,2 - 2 $\mu$ m) ont été étudiés entre la température ambiante et 1180°C en fonction de la porosité dans la gamme 7 - 18%.

Ce travail a nécessité dans un premier temps la réalisation et la mise au point des techniques d'élaboration et de caractérisation des matériaux de départ et dans un second temps celles des différents montages de fracture susceptibles de travailler jusque 1200°C.

Cet ensemble a permis de caractériser les modes de rupture de nos échantillons. A basse température la fracture est contrôlée par l'extension de défauts superficiels introduits lors de la préparation de nos échantillons et qu'un polissage, même très poussé, ne suffit pas à éliminer. Les caractéristiques mécaniques chutent au fur et à mesure que la porosité augmente. A haute température ( $T > 800^\circ\text{C}$ ), la contrainte à la rupture décroît avec la température; la taille du défaut critique augmente par coalescence de microfissures en tête du front de fissure en accord avec l'apparition d'une zone plastique dont l'effet bénéfique est d'accroître fortement l'énergie d'initiation de fissure. A haute comme à basse température les observations au microscope à balayage ont montré que la fissuration est intergranulaire.

En comparant nos résultats à ceux publiés par d'autres auteurs, il ressort que nos matériaux (obtenus par frittage réaction) possède des caractéristiques mécaniques comparables (quelquefois meilleures) à ceux obtenus par les méthodes d'élaboration classique (pressage à chaud, pressage à froid puis frittage ...).

La propagation lente des fissures a été caractérisée à température ambiante par essai de double torsion pour des échantillons de porosité 18%. Les diagrammes ( $K_I, V$ ) obtenus présentent les 3 stades I, II et III.

Afin de mieux comprendre le rôle de la porosité, fermée en particulier, il serait intéressant d'étudier des échantillons dont la porosité totale varie de 0 à 7% afin de vérifier si, comme nous l'avancions, la porosité fermée peut émousser la tête de fissure. L'influence de l'atmosphère sur la propagation sous critique est également un point à développer pour mieux comprendre les mécanismes de propagation dans notre cas.

Enfin ces différents essais devront être corrélés aux résultats des essais de fluage rupture actuellement en cours au laboratoire afin que des lois générales concernant l'influence de la porosité et la taille de grain puissent en être déduites.

**ANNEXE-I-**  
**DÉPOUILLEMENT DE L'ESSAI DE FLEXION**  
**DANS LE DOMAINE ÉLASTIQUE**

La détermination des propriétés mécaniques de nos échantillons (contrainte de rupture, tenacité) a été faite à partir d'essais de flexion 3 points.

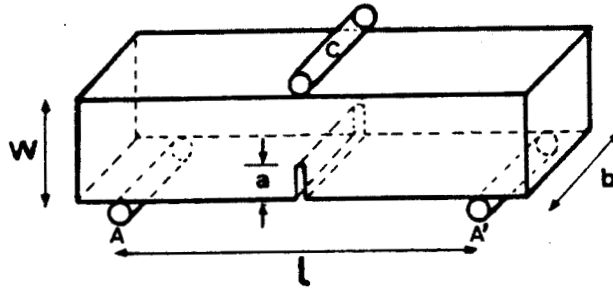


FIGURE -A-I-1- Eprouvette de flexion 3 points

L'éprouvette repose sur deux rouleaux A et A' et la charge est appliquée en leur milieu C.

La contrainte de traction-compression d'une fibre parallèle à la grande dimension est obtenue par les lois de l'élasticité linéaire.

Le moment fléchissant vaut en une section d'abscisse x, où x est la distance entre l'un des appuis externes et la section considérée,

$$m_f = \frac{P}{2} (1-x) \quad (\text{AI-1})$$

il est donc maximum en  $x = \frac{1}{2}$ , c'est à dire dans la section centrale sous le rouleau C qui applique la charge :

$$m_f = \frac{Pl}{4} = \frac{EI}{R} \quad (\text{AI-2})$$

où E le module d'Young du matériau

I le moment d'inertie =  $\frac{bW^3}{12}$

R le rayon de courbure de la fibre neutre.

La déformation d'une fibre à la distance d de la fibre neutre s'écrit :

$$\epsilon = d/R = \frac{\sigma}{E}$$

pour les fibres externes  $\epsilon = \epsilon_{\max} = \frac{W}{2R} = \frac{\sigma_{\max}}{E}$  (AI-3)

soit  $\sigma_{\max} = \frac{3P_1}{2bW^2}$  (AI-4)

La contrainte à la rupture est obtenue en remplaçant P par la charge à la rupture dans AI-3 soit :

$$\sigma_{\text{rup}} = \frac{3 P_{\text{rup}} l}{2bW^2} \quad (\text{AI-5})$$

la déformation de la fibre externe s'écrit :

$$\epsilon_{\max} = \frac{\sigma_{\max}}{E} = \frac{3P \cdot l}{2bW^2 E} \quad (\text{AI-6})$$

et en introduisant la flèche

$$f = \frac{Pl^3}{48EI} \quad (\text{AI-7})$$

on obtient :  $\epsilon_{\max} = \frac{6Wf}{l^2}$  (AI-8)

en dérivant on obtient la vitesse de déformation de cette fibre

$$\dot{\epsilon}_{\max} = \frac{6W}{l^2} \dot{f} \quad (\text{AI-9})$$

le module d'Young est calculé en inversant (AI-7)

$$E = \frac{Pl^3}{4bW^3} \frac{1}{f} \quad (\text{AI-10})$$

Le facteur d'intensité de contrainte critique est déterminé en introduisant une préentaille de profondeur  $a$  dans la section centrale, il s'obtient par :

$$K_{IC} = \sigma_{rup} Y \sqrt{a} = \frac{3P_{rup} \cdot l}{2bW^2} Y \sqrt{a} \quad (\text{AI-II})$$

où  $Y$  est le facteur de forme : il vaut flexion 3 points [16] :

$$Y = A_0 + A_1 (a/W) + A_2 (a/W)^2 + A_3 (a/W)^3 + A_4 (a/W)^4 \quad (\text{AI-12})$$

Avec :

$l/W$	$A_0$	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_4$
8	+1,96	-2,75	+13,66	-23,98	+25,22
4	+1,93	-3,07	+14,53	-25,11	+25,80

Dans le mesure où pour nos échantillons le rapport  $l/W$  est compris entre 4 et 8 (de l'ordre de 5,3), la valeur de  $Y$  pour nos essais a été interpolé linéairement.

**ANNEXE -II-**  
**THÉORIE DE LA DOUBLE TORSION**

L'essai de double torsion est un essai commode pour caractériser la fissuration lente des matériaux céramiques [26,27,42,43] .

Une plaque rectangulaire du matériau à tester est posée sur deux appuis parallèles et la charge est appliquée en leur milieu (figure AII-1)

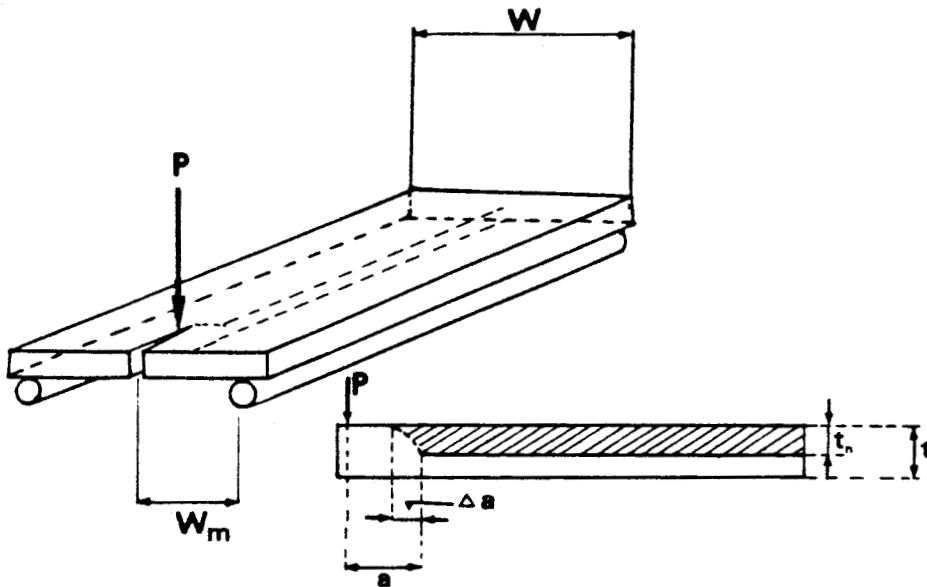


FIGURE -AII-1) : Disposition schématique de l'essai de D.T.

De nombreuses expériences [46,47,48] ont montré que le rapport de la flèche  $f$  à l'effort  $P$  correspondant, est proportionnel à la longueur de la fissure  $a$ . Ce rapport est appelé compliance ou complaisance  $C$ .



$$C = f/p = Ba + D \quad (\text{AII-1})$$

avec B et D deux constantes dépendantes de la géométrie de l'éprouvette. Kies et al [48] ont montré que la valeur théorique de B est donnée par :

$$B = \frac{6 (1+\nu) W m^2 k'}{E W t^3} \quad (\text{AII-2})$$

avec  $k' = 1$  en condition de contrainte plane  
 $k' = (1-\nu)$  en condition de la déformation plane  
 W largeur de l'éprouvette, t épaisseur de l'éprouvette  
 tn épaisseur de la matière à fracturer  
 2Wm distance entre les 2 appuis inférieurs  
 D constante expérimentale.

Le facteur d'intensité de contrainte est obtenue à partir de la valeur d'énergie effective de surface déterminée par la méthode de la compliance (19) soit :

$$\gamma_i = -\frac{f^2}{2} \left( \frac{\partial K}{\partial A} \right) = \frac{P^2}{2} \left( \frac{\partial C}{\partial A} \right) \quad (\text{AII-3})$$

ou A est l'aire des surfaces apparues au cours de la propagation soit ici :

$$A = 2 \cdot a \cdot tn$$

$$\gamma_i = \frac{P^2}{4tn} \left( \frac{\partial C}{\partial a} \right) = \frac{P^2}{4tn} B = \frac{P^2}{4tn} \frac{6Wm^2}{E W t^3} (1+\nu) \quad (\text{AII-4})$$

soit :

$$K_{IC} = P W m \left[ \frac{3(1+\nu)}{t n t^3 W} \right]^{1/2} \quad (\text{AII-5})$$

Il existe deux méthodes pour obtenir le diagramme  $(K_I, V)$  à partir de l'essai de double torsion.

a) Méthode des inrèments [4 7]

On déforme l'échantillon à vitesse constante  $\dot{Y}$  jusqu'à ce qu'un palier de contrainte soit atteint (figure -AII-2).

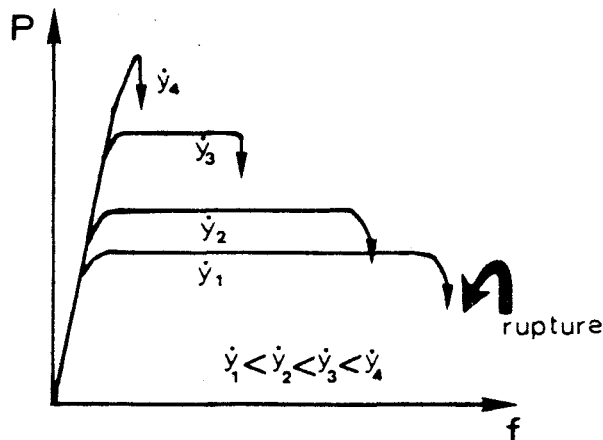


FIGURE -AII-2- : Effet de la vitesse de déplacement sur l'évolution de la charge.

En partant de la relation AII-1 et en la dérivant on obtient :

$$\dot{f} / P = B\dot{a} + D = \dot{Y}/P$$

soit : 
$$V = \frac{\dot{Y}-DP}{BP} \quad (\text{AII-6})$$

des sauts de vitesses permettent ainsi d'accéder à plusieurs couples de points  $(K_I, V)$ .

b) Méthode de la relaxation [47]

L'échantillon est chargé rapidement jusqu'à une valeur  $P_i$  égale à  $\sim 95\%$  de la charge à la rupture  $P_c$ , la

traverse de la machine est alors arrêtée. La fissure se propage selon la rainure du guidage et on enregistre la décroissance de la charge avec le temps (figure AII-3)

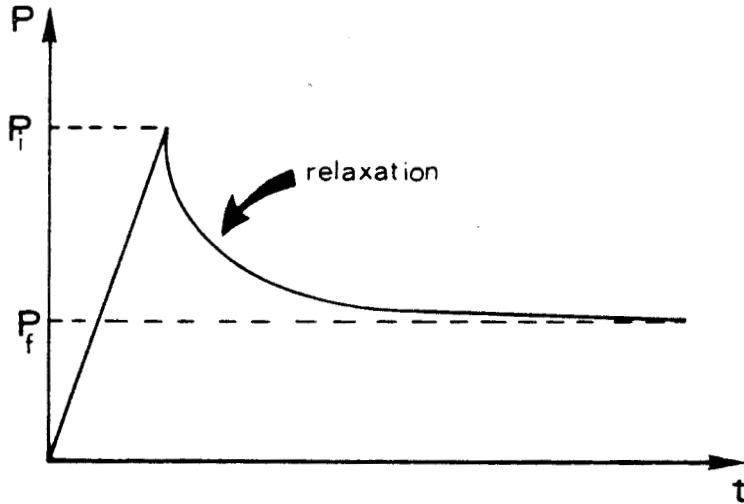


FIGURE-AII-3- Représentation schématique d'un essai de relaxation

Au cours de la relaxation, à moins d'asservir le déplacement de la traverse sur la flèche de l'échantillon, c'est la somme de la flèche échantillon et de la flèche machine qui est maintenue constante soit :

$$\frac{d}{dt} (f_m + f) = 0 = \kappa \frac{dP}{dt} + (Ba + D) \frac{dP}{dt} + PB \dot{a} \quad (\text{AII-7})$$

où  $\kappa$  est la compliance de la machine

$$\dot{a} = v = - \frac{Ba + D + \kappa}{PB} \frac{dP}{dt} \quad (\text{AII-8})$$

au temps initial,  $a = a_i$ ,  $P = P_i$

$$\kappa P_i + (Ba_i + D) P_i = \kappa P + (Ba + D) P \quad (\text{AII-9})$$

$$V = -\frac{(Ba_j + D + \kappa)}{B} \frac{P_i}{P^2} \frac{dP}{dt} \quad (\text{AII-10})$$

le même calcul pourrait-être fait avec l'instant final, on peut ainsi déterminer l'ensemble du diagramme  $(K_I, V)$  à partir d'un seul essai de relaxation.

Malgré les nombreux avantages de l'essai de double torsion, il reste encore l'objet de reproches de la part de beaucoup d'auteurs, d'une part à cause de la courbure du front de fissure qui n'est pas perpendiculaire aux faces, d'autre part à cause du caractère mixte du mode d'ouverture de la fissure : I et III [49,50,51], la fissure se déplace plus rapidement dans la zone en traction que dans celle en compression. Nadeau [52] a observé que le profil du front de fissure dépendait de la nature du matériau, quant à Virkar et Gordon [53], ils montrent que la forme de la fissure dépend elle-même de l'allure de la courbe.

Pour la correction du profil du front de fissure, nous avons utilisé celle proposée par Evans [47], qui consiste à remplacer le front de fissure par une droite se déplaçant parallèlement à elle-même à une vitesse moyenne  $V_m$  égale à :

$$V_m = \phi V \quad \text{avec} \quad \phi = \frac{tn}{\sqrt{tn^2 + (\Delta a)^2}} \quad (\text{AII-11})$$

Dans notre cas  $\phi$  varie entre 0,7 et 0,8

<p style="text-align: center;"><b>ANNEXE III</b></p> <p style="text-align: center;"><b>RUPTURE "DUCTILE - FRAGILE"</b></p>
--

Si à basse température la fissure se propage de manière instable même pour des faibles vitesses de déformation (10 $\mu$ m/min) il n'en est plus de même à haute température où la zone plastique en avant du front de fissure devient relativement importante et réduit l'acuité des défauts; l'effet des faibles vitesses de déformation est alors de "ductiliser" la fracture dans la mesure où la relaxation plastique a plus le temps pour se produire. Ceci mène à une propagation très stable de la fissure et une rupture de type ductile dans notre cas. Dans ces conditions où la zone plastique de fond devient très importante la mécanique linéaire de la rupture n'est plus applicable.

La figure (AIII-2) présente quelques micrographies d'une éprouvette entaillée, de porosité 14%, déformée à 1180°C à 50 $\mu$ m/min, déchargée au moment correspondant au point D (figure AIII-1), puis cassée à l'ambiante. On distingue nettement deux régions A et B dans le faciès de rupture (figure AIII-2a).

. La région A (rupture "ductile"), très irrégulière, contenant des cavités de dimensions importantes ( $>$  100 $\mu$ m) et de nombreuses microfissures.

. La région B (rupture fragile), très plane, émoussée et contenant une densité de microfissures plus importante que celle observée dans les échantillons de porosité comparable déformés

à l'ambiante. Ces microfissures sont la preuve des dimensions très importantes de la zone plastique de haute température.

La propagation des fissures dans de telles conditions n'a pas été étudiée plus en avant pour le moment mais est cependant très importante à connaître dans la mesure où la fracture des échantillons chargés sous contrainte constante (fluage rupture) se produit dans ces conditions.

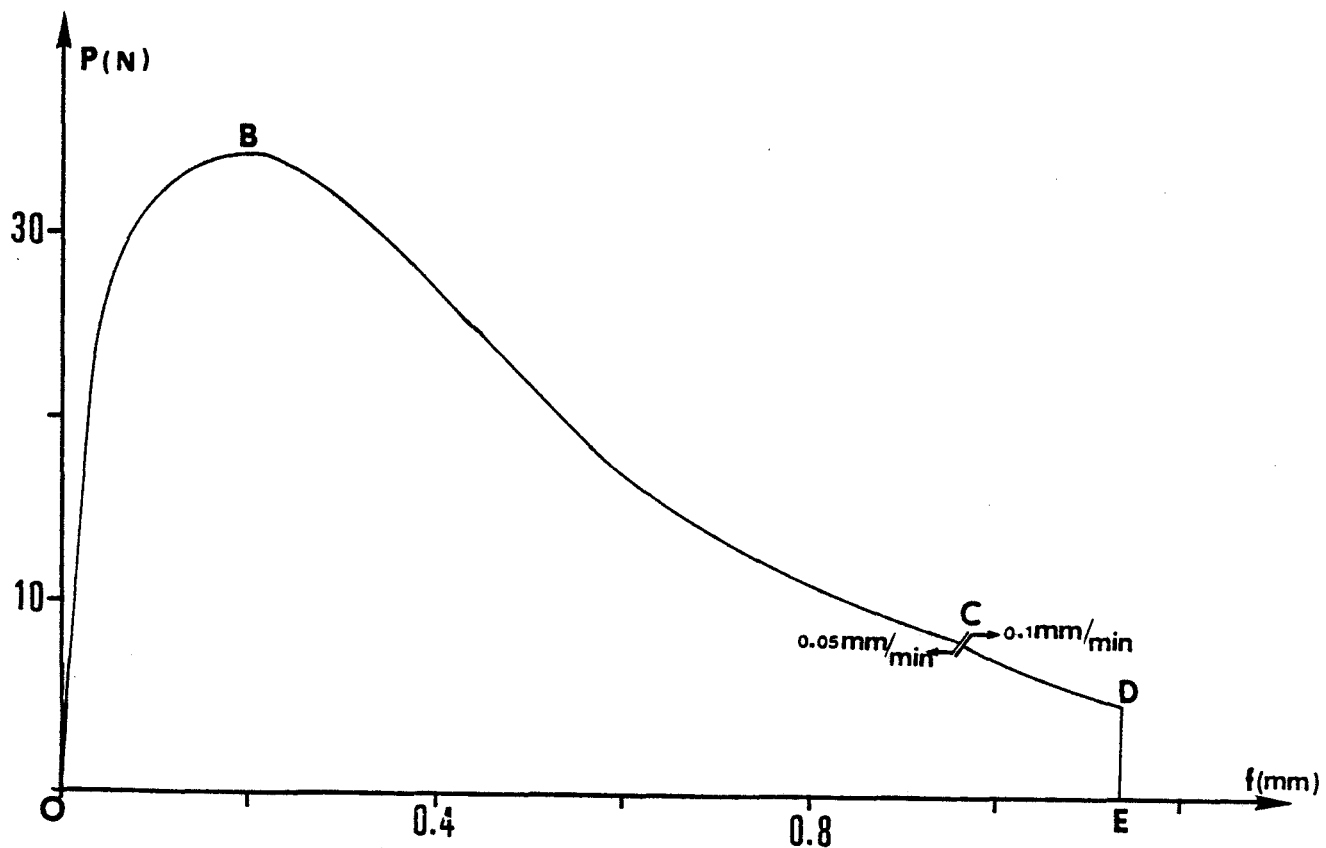


FIGURE (AIII-1) : Charge - flèche d'un échantillon de porosité 14%, fracturé à 1180°C (OBCD) puis à l'ambiante (DE)

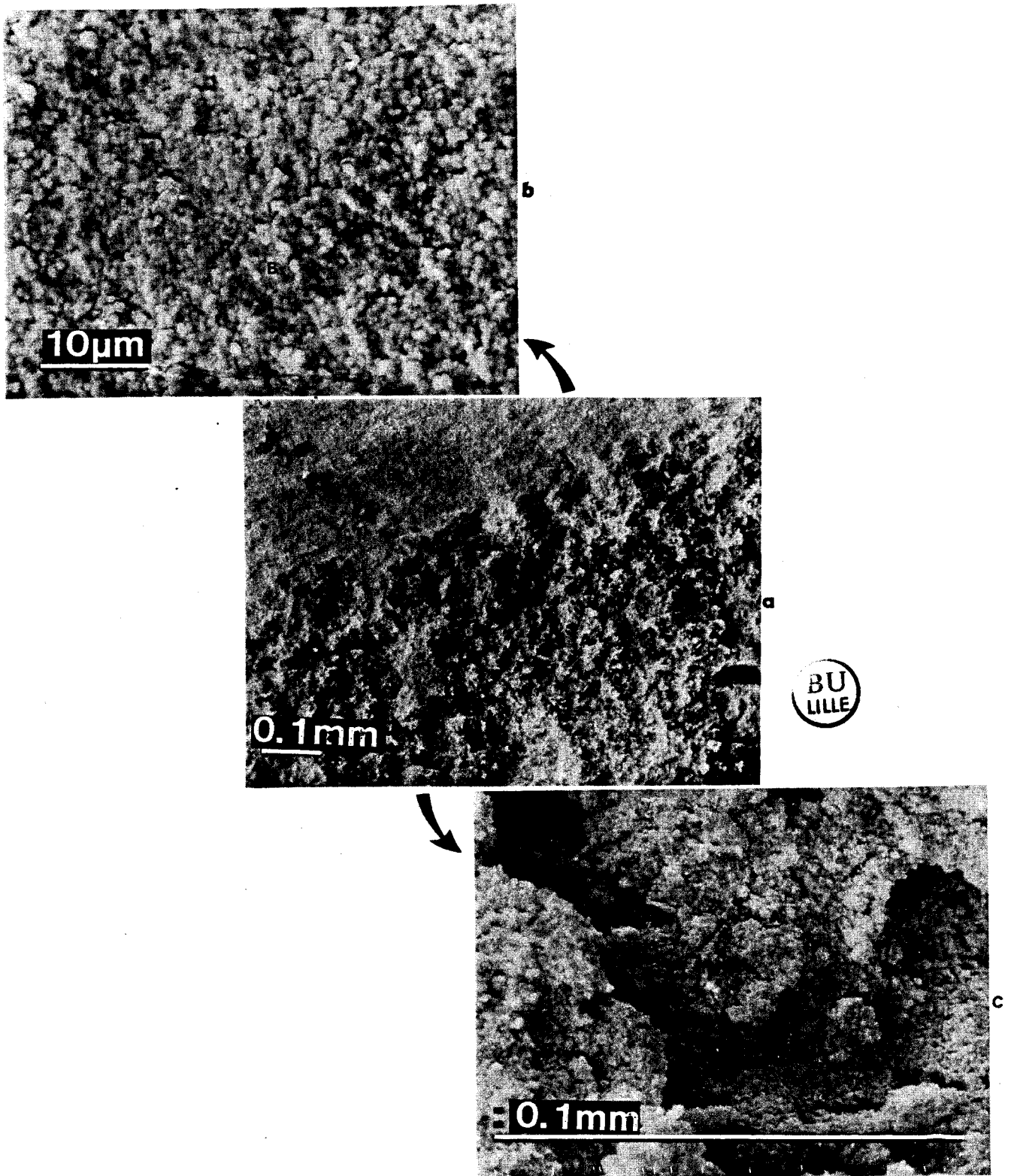


FIGURE - AIII-2- : Faciès de rupture d'un échantillon, de porosité 14%, fracturé à 1180°C (A), puis à l'ambiante (B)

**BIBLIOGRAPHIE**  
-----

- [1] C. CARRY and A. MOCELLIN  
Proc. Brit. Ceram. Soc., 3, (1983), 101.
- [2] T.E. CHUNG, T.J. DAVIES  
Acta. Metall., 27, (1979), 627.
- [3] J. CRAMPON and B. ESCAIG  
J. Amer. Ceram. Soc., 63, (1980), 680.
- [4] A. KELLEY  
Strong Solids, Clarendon Press, Oxford, (1966), 1.
- [5] A.A. GRIFFITH  
Phil. Trans. Roy. Soc. A221, (1920), 163.
- [6] P.C. PARIS, and G.C.M. SIH  
A.S.T.M., S.T.P., 381, (1965), 30.
- [7] C.E. INGLIS  
Trans. Inst. Nav. Archit., 55, (1913), 219.
- [8] G.R. IRWIN  
J. Appl. Mech., 24, (1957), 361.
- [9] G.R. IRWIN  
"Fracture" Encyclopedia of physics Springer, VI, (1958), 551.
- [10] H.M. WESTERGAARD  
J. appl. Mech., 6, (1939), A49.
- [11] W.B. HILLING and R.J. CHARLES  
"High Strength Materials", Edited by J. Willy, New York (1965), 682.



- [12] R.N. STEVENS and R. DUTTON  
Mater. Sci. Eng., 8, (1971), 220 .
- [13] S.M. WIEDERHORN  
J. Amer. Ceram. Soc., 50, (1970), 543 .
- [14] H.G. NELSON, A.S. TETELMAN and D.P. WILLIAMS  
Proc. of the Int. Conf. on corrosion fatigue. Storrs, Conn.  
june 1971.
- [15] F.F. LANGE  
J. Amer. Ceram. Soc. , 57, (1974), 84 .
- [16] W.F. BROWN and J.E. SRAWLEY  
A.S.T.M., S.T.P., n° 410 (1966)
- [17] S.M. WIEDERHORN  
"Fracture Mechanics of Ceramics", 2, Edited by R.C. Bradt,  
D.P.H. Hasselman and F.F. Langué, New York, (1974), 613.
- [18] J. CRAMPON  
Thèse d'Etat, Université de Lille (1983)
- [19] A.C.D. CHAKLADER, L.G. Mc KENZIE  
Bull. Amer. Ceram. Soc., 43, (1964), 892 .
- [20] A.C.D. CHAKLADER  
Nature, 24, (1965), 392 .
- [21] J. WOHLBERG  
"Physical Properties of Rocks", a, edited by G. Angenheister  
Heidelberg. New York (1982), 66 .
- [22] R.W. RICE  
"Ultrafine Grain Ceramics", edited J.J. Burke, Syracuse  
University Press, Syracuse, New York, (1970), 203 .

- [ 23] W.H. DUCK WORTH  
J. Amer. Ceram. Soc., 34, (1951), 1.
- [ 24] C.W. MARSCHAL and A. RUDNICK  
"Fracture Mechanics of Ceramics", 1, edited by R.C. Gradt;  
D.P.M. Hasselman and F.F. Lange, (1974), 69.
- [ 25] R.G. HOAGLAND, C.W. MARSCHALL and W.H. DUCKWORTH  
J. Amer. Cer. Soc., 59, (1976); 189.
- [ 26] A.G. EVANS and S.M. WIEDERHORN  
J. Mater. Sei. , 9, (1974), 270.
- [ 27] J.C. METRAS et F. CHAMPONIER  
Mémoires scientifiques, Rev. Metall., 1, (1980), 61.
- [ 28] W. DUCKWORTH  
J. Amer. Cer. Soc., 36 (1953), 68 .
- [ 29] J.C. KNIGHT, T.F. PAGE and J.E. WESTON  
Proc. Brit. Ceram. Soc., 3, (1983), 101 .
- [ 30] A.G. EVANS, D. GILLING and R.W. DAVIDGE  
J. Mater. Sei., 5 (1970), 187 .
- [ 31] K.R. IANOWSKI and R.C. ROSSI  
J. Amer. Ceram. Soc. , 50 (1967), 599 .
- [ 32] R.M. SPRIGGS  
J. Amer. Ceram. Soc., 45, (1962), 94 .
- [ 33] R.K. HANNA and W.B. GRANDALL  
Bull. Amer. Ceram. Soc., 41 , (1962), 311 .
- [ 34] R.W. RICE, S.W. FREIMAN, R.C. POHANKA, J.J. MECHOLSK'Y and C. CM. WU.  
"Fracture Mechanics of Ceramis", 4, edited by R.C. Bradt, D.P.H  
Hasselman, and F.F. Lange, New York (1978), 849 .

- [ 35] P.L. PRATT  
"Mechanics and physics of fracture",II , Cambridge (1980), 363.
- [ 36] F.F. LANGUE  
"Fracture Mechanics of ceramics", 1, edited by R.C. Bradt  
D.P.H. Hasselman, and F.F. Langue, New York (1974), 3.
- [ 37] T. VASILOS, J.B. MITCHELL and R.M. SPRIGGS  
J. Amer. Ceram. Soc. 47, (1964), 606.
- [ 38] R.W. RICE  
Proc. Brit. Cer. Soc., 20, (1972), 329.
- [ 39] A.G. EVANS  
Phil. Mag., 22 (1970), 841.
- [ 40] E.M. PASSMORE, R.M. SPRIGGS and T. VASILOS  
J. Amer. Ceram. Soc. 48 (1965), 1.
- [ 41] G. ORANGE  
Thèse de Docteur Ingénieur (1980) Université de Lyon I
- [ 42] J.P. HENRY  
Thèse Doctorat d'Etat (1980), Université de Lille I.
- [ 43] A. MAMOUN, G. FANTOZZI et G. ORANGE  
Rev. Int. Hautes temper. Rerfract., 19, (1982), 207.
- [ 44] B.J. PLETKA and S.M. WIEDERHORN  
"Fracture Mechanics of ceramics",4, edited by R.C. Bradt, D.P.H.  
Hasselman and F.F. Langue, New York (1978), 745 .
- [ 45] W.H. RHODES, R.M. CANNON, IR, and T. VASILOS  
"Fracture Mechanics of ceramics", 2, edited by R.C. Bradt.  
D.P.H. Hasselman and F.F. Langue , New York (1974), 709 .

- [46] D.P. WILLIAMS and A.G. EVANS  
J. testing and evaluation, 1, (1973), 264 .
- [47] A.G. EVANS  
J. Mater. Sei., 7, (1972), 1137.
- [48] A.J. KIES, A.B.J. CLARK  
"Fracture" (Chapman and Hall Ltd, London) (1969), 483.
- [49] R.F. PABST, K. KROMP and G. POPP  
Proc .. Brit. Ceram. Soc. 32 (1982), 89.
- [50] D. FRANCOIS  
J. Phys. Coll. C9., 12 (43) 1982, 571.
- [51] P.S. LEEVERS  
J. Mater. Sci. 17, (1982), 2469 .
- [52] J.S. NADEAU  
J. Amer. Ceram. Soc., 57, (1974), 303 .
- [53] A.V. VIRKAR and R.S. GORDON  
J. Amer. Ceram. Soc., 58, (1975), 536 .



## RÉSUMÉ

Les mécanismes de rupture d'oxydes de magnésium polycristallins obtenus par frittage réaction ont été étudiés entre la température ambiante et  $1130^{\circ}\text{C}$  en fonction de la porosité dans la gamme 7 - 18 %.

A basse température ( $T < 800^{\circ}\text{C}$ ), la fracture est gouvernée par l'extension de défauts de surface. Toutes les caractéristiques mécaniques sont insensibles à la température et décroissent au fur et à mesure que la porosité augmente. A haute température ( $T > 800^{\circ}\text{C}$ ) la contrainte à la rupture décroît alors que l'énergie d'initiation de fissure croît rapidement avec la température, en accord avec l'apparition d'une certaine plasticité en fond de fissure. A basse comme à haute température, les observations au microscope à balayage ont montré que la fissuration est intergranulaire.

Enfin, la propagation lente des fissures a été caractérisée à température ambiante par essai de double torsion pour des échantillons de 18 % de porosité.

MOTS CLEFS : MAGNÉSIE, OXYDE, FRACTURE, POROSITÉ, POLYCRISTAL.