

Fissuration quasi-statique et dynamique de céramiques SiC. Utilisation d'une technique de corrélation d'images

P. Forquin, François Hild

► To cite this version:

P. Forquin, François Hild. Fissuration quasi-statique et dynamique de céramiques SiC. Utilisation d'une technique de corrélation d'images. Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials, 2007, 17 (1), pp.37-54. hal-00139547

HAL Id: hal-00139547 https://hal.science/hal-00139547

Submitted on 17 Sep 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Utilisation d'une technique de corrélation d'images

Pascal Forquin^{*} — François Hild^{**}

*Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux CNRS-UMR 7554 / Université Paul Verlaine de Metz Ile du Saulcy, F-57045 Metz Cedex 1, France

pascal.forquin@univ-metz.fr

**Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT-Cachan) ENS de Cachan / CNRS-UMR 8535 / Université Paris 6 61 avenue du Président Wilson, F-94235 Cachan Cedex, France

hild@lmt.ens-cachan.fr

RÉSUMÉ. La ténacité de deux nuances de carbure de silicium est étudiée par l'intermédiaire d'essais de préfissuration et de rupture quasi statique et dynamique. Dans un premier temps, des poutres sont préfissurées à l'aide d'essais SB (Sandwiched Beam). La préfissure est détectée et suivie par un microscope longue distance et par corrélation d'images. Ces éprouvettes sont ensuite rompues par des essais SENB (Single Edge Notched Bending). Dans un deuxième temps une nouvelle technique de préfissuration et de rupture quasi statique d'éprouvettes ECC (dites « pince à linge ») est proposée. Ces essais permettent d'étudier la ténacité quasi statique d'un carbure de silicium (SiC) en mode I et en mode mixte (modes I et II). D'autres éprouvettes également préfissurées sont sollicitées par l'intermédiaire d'essais dynamiques aux barres de Hopkinson. Une augmentation de ténacité est mise en évidence sous chargement dynamique.

ABSTRACT. Different experimental configurations are developed to identify the quasi-static and dynamic toughness of two SiC ceramics. First, beams are precracked with a Sandwiched Beam set-up. A long-distance microscope coupled with a digital image correlation technique is used to detect and follow the precrack. Next, specimens are loaded to failure with an SENB device. Moreover, two testing configurations are designed and used to precrack and propagate mixed mode cracks in compact compression specimens. The quasi-static toughness of a SiC ceramic is deduced. Last, other precracked samples are used during dynamic tests performed with a Hopkinson bar. A significant increase of toughness under high loading rate is observed.

Revue. Volume X – n° x/année, pages 1 à X

MOTS-CLÉS : Ténacité quasi statique et dynamique, carbure de silicium, essais de préfissuration, éprouvettes compactes de compression, photomécanique.

KEYWORDS: Quasi-Static and Dynamic Toughness, silicon carbide, precracking tests, compact compression specimen, Photomechanics.

1. Introduction

De par leur dureté très élevée et leur densité modeste en comparaison de matériaux métalliques, les céramiques sont couramment utilisées comme matériaux de face avant de blindages bicouches. Au cours de l'impact, une onde de compression se propage dans la céramique et engendre une fissuration intense et orientée (fragmentation) de la cible. Cette fragmentation est générée par des contraintes de traction dynamique caractérisée par une vitesse de chargement très élevée ($\dot{\sigma} = 10^{15}$ - 10^{16} Pa/s). Dans le but de savoir si le niveau de contrainte d'amorçage des fissures est modifié par de telles vitesses de chargement en comparaison d'un chargement quasi statique, des essais de mesure de ténacité quasi statique et dynamique de différentes nuances de SiC ont été entrepris. Le principe de ces essais et leurs résultats sont détaillés ci-dessous.

2. Présentation des deux nuances de carbure de silicium

Les céramiques mises en œuvre dans le cadre de cette étude sont 2 carbures de silicium denses (le S-SiC et le SiC-N) pour lesquels la proportion de SiC est supérieure à 97 % en volume. Le S-SiC a été utilisé pour des essais de préfissuration et de rupture de poutres. Le second SiC dense (SiC-N) a été mis en œuvre en tant qu'éprouvettes compactes de compression (ECC dites « pince à linge ») pour des essais de préfissuration et de rupture quasi statique et dynamique. Les deux microstructures sont présentées sur la Figure 1.



Figure 1a. S-SiC Figure 1b. SiC-N **Figure 1.** *Faciès de rupture d'éprouvettes de flexion 3-points observés au MEB*

Le S-SiC, élaboré par la société Céramiques & Composites, est obtenu par frittage naturel sous pression atmosphérique tandis que le SiC-N commercialisé par la société CERCOM est obtenu par pressage à chaud à 2000°C sous une pression de 300 bars. La présence d'une phase intergranulaire d'alumine élimine toute porosité (Tableau 1).

Des essais de flexion 3-points ont été réalisés avec les deux nuances de céramique à partir d'allumettes ($L \times h \times b = 20 \times 5 \times 3 \text{ mm}^3$). Ces essais permettent d'obtenir la contrainte moyenne à rupture en traction σ_w , le module de Weibull m (qui indique si le comportement est aléatoire (m faible) ou déterministe (m élevé)) et le volume effectif Z_{eff} (Davies, 1973) c'est-à-dire le volume qu'aurait la structure si la contrainte y était uniforme (pour une même contrainte moyenne de rupture). Les paramètres de Weibull des deux nuances de SiC sont différents (Tableau 1). En particulier, la contrainte moyenne à rupture de la nuance S-SiC est plus faible que celle du SiC-N, alors que les dispersions sur les contraintes à rupture sont similaires (m = 9,3 pour le S-SiC et m = 7,7 pour le SiC-N). La rupture des éprouvettes de S-SiC est vraisemblablement due à des défauts de frittage (Figure 1a) tandis que les éprouvettes de SiC-N sont rompues à cause d'amas de grains de taille supérieure à la moyenne visible sur les faciès de rupture (Figure 1b) d'où la forte dispersion sur les contraintes à rupture (m = 7,7).

Nuances de SiC	S-SiC	SiC-N	
Module d'Young E (GPa)	410	442	
Coefficient de Poisson v	0,15	0,16	
Densité	3,15	3,23	
Porosité	1,8 %	0	
Taille de grains moyenne (µm)	3-4	1,5-2	
Contrainte moyenne $\sigma_w(MPa)$	370	576	
Volume effectif Z_{eff} (mm ³)	1,7	2,5	
Module de Weibull m	9,3	7,7	
Nombre d'essais	65	29	
Référence	(Denoual, 1998)	(Forquin, 2003)	

Tableau 1. Propriétés mécaniques de deux nuances de SiC

3. Préfissuration de poutres de nuance S-SiC

Des essais de rupture de type SENB (*Single Edge Notched Beam*) ont été menés avec la nuance S-SiC afin d'étudier la ténacité. Pour ce faire, les mêmes poutres que celles utilisées en flexion ont été pré-entaillées à l'aide d'une scie à fil (diamètre du fil : 50 µm). Cependant, ces éprouvettes n'ont pas été testées directement au cours

d'essais SENB mais ont fait l'objet d'une préfissuration. En effet, la ténacité mesurée à partir d'une éprouvette pré-entaillée peut se révéler différente de celle mesurée à partir d'une éprouvette réellement préfissurée, la force à rupture de l'éprouvette entaillée étant dépendante de la géométrie de l'entaille et en particulier du rayon d'entaille. Parmi les méthodes disponibles dans la littérature permettant de préfissurer des poutres, deux d'entre elles apparaissent particulièrement intéressantes : la méthode BI (*Bridge Indentation*) consiste à comprimer l'échantillon par l'intermédiaire d'un poinçon plat, l'échantillon étant disposé sur deux appuis horizontaux plus ou moins proches de la pré-entaille. Cette technique a été conçue par Nunomura et al. (1978) et utilisée sur des céramiques par Tetsuro et al. (1988). Une autre technique appelée SB (*Sandwiched-Beam*) est utilisée dans cette étude. Cette technique a été développée par Marshal et al. (1991), Pancheri et al. (1998) et utilisée par la suite par Sglavo et al. (1999) sur des céramiques. Une poutre pré-entaillée est insérée entre deux poutres en acier selon le schéma de la Figure 2. Les dimensions des trois poutres sont indiquées dans le Tableau 2.



Figure 2. Schéma du montage SB (Sandwiched-beam)

Poutres	А	Ν	В	
Matériaux	Acier	S-SiC	Acier	
Hauteur w (mm)	5 ou 7	5	5.5	
Largeur b (mm)	9	3	9	
Longueur (mm)	30	25	30	
Module de Young (GPa)	210	410	210	
Longueur entre appuis :	20 mm,	Longueur relative	de pré-entaille :	

 $\alpha_0 = a_0/w \in [0,35-0,45]$

Tableau 2. Dimensions des poutres du montage SB (Forquin et al., 2004)

L'essai SB permet de développer des fissures stables même pour des matériaux à très faible ténacité pour la raison suivante. Comme l'indique l'équation [1], le

moment de flexion appliqué à la poutre pré-entaillée est proportionnel à sa rigidité en flexion $(EI)_n$. (en supposant négligeable le frottement entre les trois poutres)

$$M_n = M \frac{(EI)_n}{\sum_{i \in \{a,n,b\}}}$$
[1]

C'est pourquoi, lorsque la fissure se propage, le chargement qui lui est appliqué diminue rapidement même pour un effort constant. Ainsi, le facteur d'intensité des contraintes K est écrit de la même façon que pour un essai SENB en modifiant le chargement équivalent qui est appliqué à l'éprouvette de céramique P_n

$$K = \left(\frac{P_n L}{b_n w_n^{1.5}}\right) f(\alpha)$$
[2]

Ce chargement équivalent P_n est donné par l'équation [1]. Il s'agit d'une fonction qui dépend de la longueur de fissure normée $\alpha = a/w_n$ et du paramètre r_0 correspondant au rapport des rigidités entre les poutres en acier et la poutre non entaillée en céramique

$$\frac{P_n}{P} = \frac{\left(EI\right)_n}{\sum\limits_{i \in \{a,n,b\}}} = g\left(\alpha, r_0 = \frac{\left(EI\right)_a + \left(EI\right)_b}{\left(EI\right)_0}\right)$$
[3]

La Figure 3 montre l'évolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de α . Lorsque la courbe décroît, la fissure est supposée stable. C'est pourquoi, la longueur des pré-entailles est choisie supérieure à la valeur critique ($\alpha_{critique}$) correspondant à l'extremum de la courbe ($\alpha_{critique} \approx 0,3$ avec les dimensions du Tableau 2).



Figure 3. Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de α (simulations numériques et solution analytique des équations [2] et [3])

Des simulations numériques ont été faites à l'aide du code de calcul Abaqus-Standard. La comparaison entre la solution analytique et la simulation numérique de l'essai SB ($r_0 = 6,3$; f = 0, Figure 3) laisse apparaître une très bonne corrélation entre les deux approches, ce qui confirme la qualité de la solution analytique malgré ses quelques hypothèses. Comme le suggère la Figure 3, les paramètres f (coefficient de frottement) et r_0 (rapport des rigidités) apparaissent essentiels pour la stabilité des fissures. En effet, plus le coefficient de frottement f ou le paramètre r_0 sont élevés et plus le facteur d'intensité des contraintes et la valeur critique de longueur de préentaille ($\alpha_{critique}$) diminuent. La fissure est donc plus stable mais d'autre part la charge nécessaire pour préfissurer augmente.

La figure 4 présente le montage de préfissuration utilisé pour positionner et orienter les trois poutres (A, B, N) avant essai. Le bâti mobile de référence permet au cours d'un premier réglage d'imposer un parallélisme et un positionnement des trois appuis cylindriques satisfaisants. Ces conditions sont assurées grâce au V et au pied présents sur cette pièce. Une fois les poutres posées sur les appuis cylindriques inférieurs, elles sont plaquées contre le bâti mobile de référence toujours positionné par l'intermédiaire de son pied. On garantit ainsi un parallélisme entre les trois poutres, mais également un positionnement correct dans le sens de la profondeur. Ainsi ces poutres sont bien orientées orthogonalement par rapport aux appuis cylindriques. Pour finir, une demi lumière située au centre du bâti mobile de référence permet d'obtenir par translation des glissières droite et gauche un positionnement de l'entaille dans le plan de symétrie du montage avec une incertitude inférieure à la demi largeur d'entaille soit approximativement 30 à $40 \,\mu$ m.



Figure 4. Montage utilisé pour la mise en place des poutres de l'essai SB

L'amorçage de la fissure à partir de l'entaille ne laisse pas apparaître la moindre perte de rigidité globale sur la courbe force-déplacement de la traverse. Dans le but de détecter l'instant d'amorçage de la fissure mais aussi de connaître le meilleur moment de fin de chargement, une méthode particulière a été développée afin de visualiser la propagation de la fissure. La face avant de l'éprouvette de céramique est filmée à l'aide d'une caméra numérique (Kodak 8 bits) associée à un microscope longue distance (QUESTAR QM100). Des images sont enregistrées à intervalles de temps réguliers par l'intermédiaire d'un logiciel d'acquisition. Dans le cas présent, la fissure est trop fine pour être observée par une caméra numérique même couplée à un microscope longue distance. En effet, l'ouverture de fissure dans la zone observée ($\approx 2 \times 2 \text{ mm}^2$) est inférieure à 1 µm. Le nombre de pixels étant de 1024 par 1024, cette ouverture est bien inférieure à la résolution du dispositif optique. Un algorithme subpixel de corrélation d'images, CORRELI^{LMT} (Hild et al., 2002) utilisé pendant les paliers de chargement a été mis en œuvre. De plus, pour bénéficier d'un mouchetis parfaitement aléatoire même à l'échelle du pixel (2 µm), la rugosité naturelle de l'éprouvette éclairée par une source de lumière blanche est utilisée.



Figure 5c. F = 1125 N

Figure 5d. F = 1200 N

Figure 5. Champ de déplacement horizontal au cours d'un essai SB (échelle des contours: $\Delta u = 0,1$ pixel $\Leftrightarrow 0,185 \ \mu m$)

Une vingtaine d'éprouvettes a été préfissurée. La vitesse de chargement choisie est de 10 μ m / min et le montage correspond à un paramètre r_0 égal à 3,6. L'entaille obtenue à l'aide d'une scie à fil a une longueur normée de $\alpha_0 = 0,4$ au centre de l'éprouvette et de 0,43 en surface. Selon le graphique de la Figure 3, une fissuration stable doit donc se produire. La Figure 5 montre le champ de déplacement horizontal au cours d'un essai SB. On constate à partir de 1045 N un amorçage d'une fissure partant de l'entaille (Figure 5a). La fissure se propage progressivement de façon rectiligne (Figures 5b, 5c, 5d). Le chargement est stoppé lorsque la charge de 1200 N est atteinte. La fissure s'est propagée sur environ 1 mm entre 1045 et 1200 N.

4. Essais SENB sur éprouvettes poutres de nuance S-SiC

Après l'essai de préfissuration (SB), les éprouvettes ont été sollicitées au cours d'un essai SENB standard. Ces essais ont fait l'objet à leur tour d'une observation à l'aide du microscope longue distance et d'une analyse par corrélation d'images. La dernière image avant rupture de l'éprouvette de la Figure 5 est montrée sur la Figure 6. Les isocontours de déplacement des deux essais sont très similaires quelle que soit l'échelle utilisée. La fissure n'a donc pas évolué entre les deux essais.



Figure 6. Comparaison des isocontours de déplacement horizontal lors des essais SB et SENB

La longueur de fissure étant mesurée à l'aide d'images post-mortem, on en déduit le facteur d'intensité des contraintes critiques K_c à partir de la charge maximale et de la formule analytique (L / w = 4) :

$$K_1 = \left(\frac{FL}{bw^{1.5}}\right) f(\alpha), \quad f(\alpha) = 1.5 \frac{\alpha^{0.5} \left[1.99 - \alpha (1-\alpha) \left(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2\right)\right]}{(1+2\alpha)(1-\alpha)^{1.5}}$$
[4]

Les 18 essais réalisés ont fait l'objet d'un traitement statistique de la rupture de type Weibull (Forquin et al., 2004). La dispersion apparaît très faible (m = 24) pour une ténacité moyenne : $K_c = 2,85$ MPa.m^{1/2} (Figure 7). Cette valeur est légèrement plus faible que celle mesurée par Riou (1996) sur le même matériau par une méthode d'indentation ($K_c = 3,2$ MPa.m^{1/2}).



Figure 7. Résultat des essais SENB sur céramique S-SiC (modèle de Weibull).

4. Préfissuration d'éprouvette ECC (essais sandwiched-CCS, céramique SiC-N)

Parmi les solutions retenues pour solliciter une structure fissurée en chargement rapide figure l'utilisation d'éprouvettes ECC (éprouvettes compactes de compression) ou « pinces à linge » (Bui et al., 1992). De la même façon qu'il s'est avéré nécessaire de préfissurer les poutres, il est indispensable de préfissurer les éprouvettes ECC. Un montage de préfissuration appelé « *Sandwiched-CCS* » a été spécialement conçu (Figure 8). Comme dans le cas des essais SB, l'échantillon est pris en sandwich entre deux enclumes parallèles par l'intermédiaire de deux cales en acier. Contrairement au montage de préfissuration SB, la stabilité de la fissure n'est

pas obtenue par la diminution de rigidité de l'éprouvette fissurée mais par déplacement du centre de rotation équivalent (x_1) par rapport au centre de poussée des enclumes (x_2) au cours de la propagation de la fissure de longueur *a* (Figure 8).



Figure 8. Montage de préfissuration d'éprouvettes ECC

Ce montage a été dimensionné par calculs éléments finis réalisés à l'aide du code Abaqus-Standard. Les isocontours associés à la contrainte axiale (σ_{22}) sont tracés sur les Figures 9a et b. On constate une contrainte axiale de compression concentrée au niveau du coin gauche des cales. La position d'arrêt de la fissure apparaît donc directement liée à la position des cales (x). Leur épaisseur a été prise de même dimension que celle de l'éprouvette (10 mm) tandis que leur hauteur est de 9 mm. Le choix de la position des cales (x) a été déterminé à l'aide de simulations numériques dont quelques résultats sont détaillés sur la Figure 9. On constate (Figure 9c) une décroissance rapide du facteur d'intensité des contraintes au cours de la propagation de la fissure surtout si le paramètre x est faible (x = 14 ou 15 mm). La fissuration est donc parfaitement stable. Si x est choisi plus grand, le facteur d'intensité des contraintes redevient croissant et la fissuration instable (x > 17 mm). La fissure ne rentre pas dans le champ de compression suffisamment tôt. Le but étant de pouvoir développer une fissure stable sur environ 2 à 3 mm pour une charge de l'ordre de 10 kN, le choix x = 15 mm s'impose.

La propagation de fissure a été suivie par la même technique de corrélation d'images que ci-dessus. Le mouchetis utilisé est directement issu de l'éclairage de l'ECC à l'aide d'une lumière blanche. La rugosité de la surface des éprouvettes permet à nouveau d'atteindre un mouchetis très fin, aléatoire à l'échelle du pixel ($2 \mu m$). La force et la longueur de fissure juste après l'instant d'amorçage et lorsque le chargement est maximal sont données dans le Tableau 3.

1



Figure 9c. K₁ en fonction de la longueur de fissure (a) pour 3 positions de cales (x)Figure 9. Simulation numérique de l'essai de préfissuration (Abaqus-Standard)

N°	x (mm)	$F_a(kN)$	$\alpha_a = a'_a/w$	$F_m(kN)$	$\alpha_m = a'_m/w$
			$(F = F_a)$		$(F = F_m)$
9	15	18,3	0,08	24,0	0,18
5	15	7,14	0,04	10,0	0,22
6	15	11,2	0,17	12,0	0,17
3	15	7,2	0,05	10,0	0,17
4	15	14,0	0,31	14,0	0,31
7	15	7,2	0,07	10,0	0,21
8	15	9,23	0,22	10,0	0,23
10	15	8,3	0,04	10,0	0,18
16	15	9,75	0,22	11,0	0,25

Fissuration quasi-statique et dynamique de céramiques SiC 12

(F_a et α_a : force et longueur de fissure à l'amorçage, F_m et α_m : force maximale et longueur de fissure correspondante)

Tableau 3. Résultats des essais de préfissuration d'éprouvettes ECC de SiC-N

En conclusion, on observe une dispersion relativement importante concernant le niveau de chargement à l'amorçage de la fissure. En revanche, une très bonne corrélation est observée entre la charge maximale et la longueur de préfissure finale (faible dispersion). Les éprouvettes préfissurées ont été soumises ensuite à un essai de ténacité quasi statique ou dynamique. Les résultats de ces essais sont détaillés ciaprès.

5. Rupture d'éprouvette ECC en mode mixte (céramique de nuance SiC-N)

Un montage de rupture MML-CCS (*Mixed Mode Loading of Compact Compression Samples*) a été développé et utilisé pour solliciter en mode I ou en mode mixte les éprouvettes ECC préfissurées (Figure 10a). Le montage permet selon la position de l'appui inférieur (*y*) de privilégier un mode I (écartement maximal des appuis inférieurs) ou un mode II privilégié ($y \approx 0$). L'essai a fait l'objet d'un dimensionnement à l'aide du code de calcul Abaqus-Standard (Figure 6). Le graphique de la figure 6 présente l'influence de la position (*y*) sur la mixité du chargement (K_{II} / K_I) pour 2 longueurs de fissures (a = 12 et 14 mm). On constate alors que ce rapport K_{II}/K_I peut même dépasser une valeur de 3 pour une position « *y* » d'environ ½ mm. Au cours des différents essais réalisés avec ce montage, deux valeurs de *y* ont été sélectionnées (y = 3 et 5 mm).

N°	v (mm)	K_{II}/K_{I}	a (mm)	$F_r(N)$	K_{I}^{c}	K_{a}^{c}
		CORRELI			$(MPa.m^{1/2})$	$(MPa.m^{1/2})$
6	mode 1	-	13.7	884	<i>5,15±0,4</i>	5,15±0,4
9	<i>y</i> = 5	0,24	14.7	3197	5,2±0,4	5,5±0,5
3	<i>y</i> = 5	0,35	14.1	2901	<i>4,9±0,3</i>	5,2±0,3
4	<i>y</i> = <i>3</i>	0,43	14.0	4000	4,6±0,3	4,85±0,3
5	<i>y</i> = <i>3</i>	0,28	14.6	4013	5,1±0,3	5,5±0,3

Fissuration quasi-statique et dynamique de céramiques SiC 13

Tableau 4. Résultats des essais de rupture sur ECC

Les résultats des essais sont donnés dans le Tableau 4. Le rapport des ténacités (K_{II} / K_I) est déduit des mesures de champs données par CORRELI^{LMT}. La ténacité quasi statique moyenne mesurée $(K_C = 5,25\pm0,4 \text{ MPa.m}^{1/2})$ est analogue à celle donnée par la littérature $(K_C = 5,2 \text{ MPa.m}^{1/2})$ (Feng et al., 1997).



Figure 10a. Montage

Figure 10b. Contrainte σ_{11} (a=14 mm, y=3 mm, F=1kN)



*Figure 10c. Facteurs d'intensité des contraintes K*₁ *et K*₁₁ *pour différents y* **Figure 10.** *Principe de l'essai MML-CCS de rupture d'ECC en mode mixte*

6. Essais de ténacité dynamique (éprouvettes ECC, céramique SiC-N)

Des essais de ténacité dynamique ont été réalisés à partir d'éprouvettes ECC de nuance SiC-N au préalablement préfissurées par la méthode *Sandwiched-CCS*. Pour ce faire, l'éprouvette ECC est accolée contre l'extrémité d'une barre de Hopkinson (barre d'entrée), cette barre étant impactée à son autre extrémité par un projectile cylindrique de même diamètre. Le côté opposé de l'échantillon est laissé libre. L'absence de barre de sortie présente deux intérêts : d'une part, cette disposition permet de s'affranchir du défaut de parallélisme existant généralement entre la barre d'entrée et la barre de sortie d'un dispositif de barres de Hopkinson. D'autre part, elle permet d'imposer un chargement fortement dissymétrique à l'éprouvette ECC. Cette dissymétrie est utilisée par la suite pour déduire précisément l'instant d'amorçage.

La méthode mise en œuvre est la suivante : des simulations numériques incluant l'éprouvette ECC et la barre d'entrée sont conduites avec le code de calcul explicite aux éléments finis Pamshock. Le chargement imposé à la barre d'entrée correspond au signal mesuré au cours des essais par la jauge de déformation placée sur la barre d'entrée. Ainsi la simulation numérique 3D de chaque essai permet de connaître à posteriori l'histoire du chargement subi par l'ECC jusqu'à l'amorçage de la fissure, le comportement de la céramique étant supposé élastique. La mixité du chargement (rapport K_{II} / K_I) est alors déduite en fonction du temps ainsi que l'évolution des facteurs d'intensité des contraintes. L'angle d'amorçage étant mesuré a posteriori

grâce aux images post-mortem, on en déduit l'instant d'amorçage ainsi que la ténacité dynamique (c'est-à-dire le facteur d'intensité des contraintes à l'instant d'amorçage).

Un résultat de simulation numérique est montré sur la Figure 11. On peut constater un chargement dissymétrique en pointe de fissure pour les instants t = 75 et 80 µs. Le chargement en pointe de fissure s'accroît toujours après t = 85 µs. L'absence de barre de Hopkinson de sortie ne semble pas influencer le chargement en point de fissure avant l'instant t = 80 µs.

De plus, une caméra ultrarapide a été mise en œuvre au cours de ces essais (Figure 12). L'ECC est mise en mouvement par la seule barre d'entrée (à droite de l'échantillon de céramique). On constate, à $t = 86,3 \mu$ s, l'apparition d'une fissure inclinée et amorcée à partir de la préfissure droite. L'amorçage en mode mixte est correctement obtenu. A $t = 117,2 \mu$ s, la fissure bifurque et revient dans le plan de symétrie de l'éprouvette. Une fissure est créée au même instant dans le bras droit de l'ECC. Ces images permettent de vérifier que cette fissure ne précède pas l'amorçage de la fissure à partir de la préfissure de l'ECC, ce qui valide le calcul de la Figure 11.



Figure 11. Simulation numérique de l'essai de rupture dynamique (Pamshock)



 $t = 86,3 \ \mu s$ $t = 117,2 \ \mu s$ $t = 198,1 \ \mu s$ **Figure 12.** Photos de caméra ultrarapide réalisées à partir de l'ECC n° 16 (vitesse d'impact : 4,9 m/s)

L'évolution des facteurs d'intensité des contraintes en fonction du temps est donnée grâce à la simulation numérique 3D de chaque essai. Les courbes correspondant à un des essais sont données sur la Figure 13. Les facteurs d'intensité des contraintes augmentent rapidement avec le temps. Cependant, conformément aux isocontours de la figure 11, le facteur d'intensité des contraintes en mode I croît plus vite que celui en mode II. C'est pourquoi la mixité du chargement (rapport K_{II}/K_I) décroît rapidement avec le temps entre 67 et 77 µs. On constate également que la vitesse de chargement (dK_I/dt) augmente avec le temps pour atteindre 2 MPa.m^{1/2}/µs à t = 77 µs.



Figure 13. Evolution des facteurs d'intensité des contraintes au cours d'un essai dynamique (chargement généré par un impacteur à bout plat)

Les résultats des trois essais dynamiques réalisés sont détaillés dans le Tableau 5. Les vitesses d'impacteur pour les trois essais sont similaires. Cependant un impacteur à bout plat a été utilisé pour les éprouvettes n° 7 et 16 alors qu'il s'agit d'un impacteur à bout rond dans le cas de l'ECC n° 8. Le front d'onde étant plus raide avec l'impacteur à bout plat, la vitesse de chargement atteinte est plus élevée. Comme expliqué auparavant, la longueur de préfissure et l'angle d'amorçage sont déduits des mesures réalisées à partir de macrographies post-mortem. En supposant un angle d'amorçage qui rend les contraintes orthoradiales maximales en pointe de fissure, on en déduit le rapport (K_{II}/K_I). Les facteurs d'intensité des contraintes à l'instant d'amorçage sont déduits des simulations numériques (cf. exemple de la Figure 13).

N°	Vimpact	a	$\theta_{mesuré}$	K_{II}/K_I	t _{amorçage}	K_{Ic}	$K_{\theta c}$	dK_I/dt
	(m/s)	(mm)	(°)		(μs)	(MPa.m ⁺)	$(MPa.m^{m})$	$(MPa.m^{-}/\mu s)$
8	5,1	15,5	36 ± 2	$0,\!41 \pm 0,\!1$	$74{,}4\pm0{,}7$	$6,3\pm1,1$	$7,6\pm1,2$	1,5
16	4,9	15,1	43 ± 2	$0,58\pm0,1$	$76,6 \pm 0,7$	$6,7\pm1,1$	$9,1 \pm 1,2$	2,1
7	4,7	14,8	43 ± 2	$0,58\pm0,1$	$76,\!6\pm0,\!7$	$6,7\pm1,1$	$9,1\pm1,2$	2,1
So	urce :	Post-r	nortem	$Max(\sigma_{\theta\theta})$	Données Pamshock (cf. Figure 13)			gure 13)

Tableau 5. Résultats des essais de rupture d'ECC

Le résultat des essais dynamiques est disponible dans le Tableau 5. La ténacité dynamique $K_{\theta c}$ est de 7,6 et 9,1 MPa.m^{1/2} pour des vitesses respectives de 1,5 et 2,1 MPa.m^{1/2}/µs à comparer à la ténacité mesurée en quasi-statique (5,25 MPa.m^{1/2}). Ces essais font donc apparaître une augmentation sensible de la ténacité à des vitesses de chargement de l'ordre de quelques MPa.m^{1/2}/µs en comparaison des valeurs de ténacité quasi statique.

Conclusion

Cinq configurations expérimentales ont été mises en œuvre dans cette étude sur deux nuances de carbure de silicium (S-SiC et SiC-N). Deux dispositifs expérimentaux, l'essai SB (*Sandwiched-Beam*) et l'essai S-CCS (*Sandwiched-Compact Compression Samples*) ont permis de préfissurer respectivement des éprouvettes de type poutre et ECC. Au cours de ces essais, une technique de mesure de champs de déplacement par microscope longue distance et corrélation d'images a été mise en œuvre pour détecter l'instant d'amorçage de la fissure (instant aléatoire) et pour suivre sa propagation au cours du chargement. Une fois préfissurées, les éprouvettes ont été chargées de manière quasi statique à l'aide de deux dispositifs expérimentaux, l'essai SENB (*Single-Edge Notched Beam*) et l'essai MML-CCS (*Mixed Mode Loading of Compact Compression Specimens*). A nouveau, la technique de corrélation d'images a été mise en œuvre. Elle a permis en particulier

de contrôler la taille de la préfissure avant propagation instable mais aussi la mixité du chargement dans le cas des essais MML-CCS. Les valeurs de ténacité quasi statique sont similaires à celles disponibles dans la littérature sur les mêmes nuances de SiC.

Enfin, une nouvelle méthodologie expérimentale a été mise en œuvre pour mesurer la ténacité dynamique d'éprouvette ECC. Au cours de ces essais, un chargement dynamique est appliqué aux éprouvettes à l'aide d'une barre de Hopkinson unique (la barre d'entrée). Cette technique permet d'imposer un chargement en mode mixte dont la mixité (rapport K_{II}/K_I) est connue grâce à une simulation numérique de l'essai. L'angle d'amorçage étant mesuré a posteriori, on en déduit l'instant d'amorçage ainsi que le facteur d'intensité des contraintes au moment de l'amorçage (ténacité dynamique). Le résultat des essais laisse apparaître une augmentation sensible de ténacité à des vitesses de chargement de l'ordre de l à 2 MPa.m^{1/2}/µs en comparaison des valeurs obtenues sous sollicitation quasi statique.

Références

- Bui, H. D., Maigre, H., Rittel, D., A new approach to the experimental determination of the dynamic stress intensity factor. *International Journal of Solids and Structures* 29, 1992, p. 2881-2895.
- Davies, D. G. S., The Statistical Approach to Engineering Design in Ceramics. Proc. Brit. Ceram. Soc., 22, 1973, p. 429-452.
- Denoual, C., Approche probabiliste du comportement à l'impact du carbure de silicium : application aux blindages moyens. Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1998.
- Feng, R., Raiser, G. R., Gupta, Y. M., Material strength and inelastic deformation of silicon carbide under shock wave compression. J. Appl. Phys. 83, 1997, p. 79-86.
- Forquin, P., Endommagement et fissuration de matériaux fragiles sous impact balistique, rôle de la microstructure. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2003.
- Forquin, P., Charles, Y., Rota, L., Hild, F., A Method to Determine the Macroscopic Toughness Scatter of Brittle Materials - Int. J. Fracture, 125 (1), 2004, p. 171-187.
- Hild, F., Raka, B., Baudequin, M., Roux, S., Cantelaube, F., Multi-scale displacement field measurements of compressed mineral wood samples by digital image correlation. *Appl. Optics* **IP** (41), 2002, p. 6815-6828.
- Marshall D.B., Ratto J.J., Lange F.F., Enhanced fracture toughness in layered microcomposites of Ce-ZrO2 and Al2O3, J. Am. Ceram. Soc., 74 n°12, 1991, p. 2979-87.
- Nunomura S., Jitsukawa S., Fracture toughness evaluation for bearing steels by indentation cracking under multi-axial stress (in japanese), *Tetsu to Hagane*, 64, 1978, S853.

- Pancheri P., Bosetti P., Maschio R.D., Sglavo V.M., Production of sharp cracks in ceramic materials by three-point bending of sandwiched specimens, *Eng. Fract. Mech.*, 59 n°4, 1998, 447-56.
- Riou P., Contribution à l'étude de l'endommagement du Carbure de Silicium lors d'un impact de basse énergie : application aux blindages. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.
- Sglavo V.M., Bosetti P., Trentini E., Ceschini M., Sandwiched-beam procedure for precracking brittle materials, *J. Am. Ceram. Soc.*, 82 n°8, 1999, p. 2269-72.
- Tetsuro N., Toshimitsu F., Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a singleedge precracked beam method, *J. Am. Ceram. Soc.*, 71, n°5, 1988, p. 328-33.