



**HAL**  
open science

## Analyse d'un mode de vieillissement dans un assemblage ceramique/metal

Yann Charles, François Hild, Jean Duval, Stéphane Roux

► **To cite this version:**

Yann Charles, François Hild, Jean Duval, Stéphane Roux. Analyse d'un mode de vieillissement dans un assemblage ceramique/metal. *Mechanics & Industry*, 2005, 6, pp.101-115. 10.1051/meca:2005011 . hal-00322499

**HAL Id: hal-00322499**

**<https://hal.science/hal-00322499>**

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.

# Analyse d'un mode de vieillissement dans un assemblage céramique/métal

Yann CHARLES,<sup>a</sup> Jean DUVAL,<sup>b</sup> François HILD<sup>a,1</sup>  
et Stéphane ROUX<sup>c</sup>

<sup>a</sup>*LMT-Cachan*

*ENS de Cachan / CNRS-UMR 8535 / Université Paris 6  
61 avenue du Président Wilson, 94235 Cachan Cedex*

<sup>b</sup>*AER, 106 rue du lieutenant Petit Leroy  
94550 Chevilly Larue*

<sup>c</sup>*Laboratoire "Surface du Verre et Interfaces"  
Unité Mixte de Recherche CNRS/Saint Gobain (UMR 125)  
39 quai Lucien Lefranc, 93303 Aubervilliers Cedex*

---

<sup>1</sup> Auteur correspondant. Fax : 1-47-40 22 40 - Courriel : hild@lmt.ens-cachan.fr.

# Analyse d'un mode de vieillissement dans un assemblage céramique/métal

par

Y. Charles, J. Duval, F. Hild et S. Roux

**Résumé :** Lors de leur cycle de fabrication, des contraintes résiduelles sont générées notamment dans la partie fragile d'assemblages céramique/métal. Ces dernières sont responsables de l'amorçage et de l'arrêt des fissures générées par ce cycle, mettant en défaut les traitements probabilistes de la rupture basés sur l'hypothèse du maillon le plus faible. Un modèle probabiliste de fissuration est proposé et permet d'appréhender de tels arrêts. Une extension de ce modèle considère la fiabilité des assemblages soumis à de la fatigue statique. Une méthodologie d'identification des paramètres aléatoires microstructuraux est proposée. La démarche est ensuite appliquée à la prévision de la durée de vie d'un composant industriel.

**Mots clés :** arrêt de fissure, modèle probabiliste, propagation sous-critique, micro-indentation.

# Analysis of an ageing mode in a metal/ceramic assembly

by

Y. Charles, J. Duval, F. Hild and S. Roux

**Abstract:** During their manufacturing process, residual stresses are generated in the brittle part of ceramic/metal assemblies. Consequently cracks are initiated and can be arrested, so that the use of a probabilistic treatment based on a weakest link hypothesis is not possible. A probabilistic micro-cracking model is proposed to describe such arrest. Moreover, an extension of this model gives access to the reliability of such assemblies under static fatigue. An identification methodology of the different parameters is proposed. The approach is then used to predict the lifetime of an industrial component.

**Key words:** crack arrest, probabilistic model, sub-critical crack growth, micro-indentation.

# Nomenclature

$a, b, c$  : longueurs de fissure (m)

$b_r$  : paramètre de la loi d'écroutissage isotrope

$c_i$  :  $i^{\text{e}}$  longueur de fissure (m)

$e$  : indice

$f$  : fonction de charge (Pa)

$g$  : fonction de forme dépendant uniquement de l'angle  $\theta$

$h_K$  : densité de probabilité associée à la distribution de ténacités ( $\text{Pa}^{-1}\text{m}^{-1/2}$ )

$i$  : indice

$k$  : paramètre dépendant de l'effort appliqué lors de l'essai d'indentation ( $\text{N}^{-1}$ )

$m$  : module de Weibull (*i.e.*, il caractérise la dispersion, plus  $m$  est petit, plus la dispersion de résistance est importante)

$n$  : paramètre de la loi de propagation sous-critique

$n_p$  : paramètre de la loi viscoplastique

$p$  : exposant de la singularité (avec  $p \in ]0, 1[$ ), qui dépend de la géométrie du point singulier et, dans le cas d'une singularité générée par des bimatériaux, des propriétés mécaniques et géométriques des deux matériaux assemblés

$p^p$  : déformation plastique cumulée

$r$  : rayon (m)

$r_a, r_b$  : rayons intérieur et extérieur (m)

$t$  : temps (s)

$t_i$  : temps utilisé par la fissure pour casser le grain n°  $i$  du chemin de fissuration

$[a, b]$  (s)

$x$  : longueur de la fissure (m)

$\boldsymbol{x}$  : point courant

$A$  : constante positive et non nulle ( $\text{Pa m}^p$ )  
 $B$  : fonction eulérienne de première espèce  
 $C$  : paramètre de la loi de propagation sous-critique ( $\text{ms}^{-1}$ )  
 $C_m$  : facteur d'hétérogénéité des contraintes ( $\text{m}^{pm}$ )  
 $C_x$  : paramètre de la loi d'écrouissage cinématique ( $\text{Pa}$ )  
 $E$  : module d'Young ( $\text{Pa}$ )  
 $\mathcal{E}$  : tenseur d'élasticité  
 $F$  : force appliquée lors de l'essai d'indentation ( $\text{N}$ )  
 $J_2(\cdot)$  : second invariant d'un tenseur du second ordre  
 $K_c$  : ténacité du grain situé en pointe de fissure ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $K_{ci}$  : ténacité du  $i^{\text{e}}$  grain rencontré ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $K_I(x_i)$  : facteur d'intensité des contraintes lorsque la pointe de fissure est sur le grain n°  $i$  ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $K_c^{\min}, K_c^{\max}$  : réels bornant la distribution de ténacités ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $K_I(x)$  : facteur d'intensité des contraintes de la fissure de longueur  $x$  ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $K_s$  : facteur d'intensité des contraintes seuil en dessous duquel aucune propagation ne peut se produire ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  
 $L$  : épaisseur au niveau de la singularité ( $\text{m}$ )  
 $\mathcal{L}_\omega$  : loi de Lévy d'exposant  $\omega$   
 $\mathcal{M}_N$  : valeur maximale d'une suite de  $N$  variables aléatoires  
 $N$  : nombre de variables aléatoires  
 $N_d$  : nombre total de données expérimentales  
 $N_e$  : nombre d'éléments  
 $N_g$  : nombre de grains rencontrés par la fissure  
 $P$  : probabilité  
 $P[a, b]$  : probabilité d'extension de la fissure d'une longueur  $a$  à  $b$   
 $P[a, b, t]$  : probabilité de propagation d'une fissure d'une longueur  $a$  à une lon-

gueur  $b$  en un temps inférieur à  $t$

$P[a, b, t \rightarrow +\infty]$  : probabilité de propagation d'une fissure d'une longueur  $a$  à une longueur  $b$  en un temps infini (*i.e.*, endurance)

$P_R$  : probabilité de rupture d'une structure  $\Omega$

$P_{Re}$  : probabilité de rupture calculée sur chaque élément  $\Omega_e$  du maillage

$P_R(r_a, r_b)$  : probabilité d'amorçage d'une fissure dans une couronne repérée par les rayons  $r_a$  et  $r_b$

$Q$  : paramètre de la loi d'érouissage isotrope (Pa)

$R$  : variable d'érouissage isotrope (Pa)

$S_0$  : paramètre d'échelle relatif à une densité de référence  $\lambda_0$  ( $S_0^m/\lambda_0$  est le paramètre d'échelle de Weibull)

$S_N$  : somme de  $N$  variables aléatoires

$T$  : température (K)

$T_0$  : température de référence (K)

$V_{\text{eff}}$  : volume effectif ( $\text{mm}^3$ )

$\mathbf{X}$  : tenseur d'érouissage cinématique

$\alpha, \beta$  : puissances de la loi Bêta

$\alpha_{\text{mat}}(T)$  : coefficient de dilation thermique du matériau mat ( $\text{K}^{-1}$ )

$\gamma$  : paramètre de la loi d'érouissage isotrope

$\epsilon$  : réel positif et petit

$\epsilon$  : tenseur des déformations infinitésimales

$\epsilon^p$  : tenseur des déformations plastiques

$\epsilon^{th}$  : tenseur des déformations thermiques

$\theta$  : angle (rad)

$\kappa$  : paramètre de la loi viscoplastique (Pa)

$\lambda$  : inverse de la taille moyenne de grain ( $\text{m}^{-1}$ )

$\mu$  : constante de proportionnalité

$\mu(t)$  : fonction de vieillissement

$\nu$  : coefficient de Poisson

$\sigma^d$  : déviateur du tenseur des contraintes

$\sigma$  : tenseur des contraintes de Cauchy

$\sigma^*(\mathbf{x})$  contrainte équivalente (*e.g.*, contrainte principale maximale) en un point

$\mathbf{x}$  (Pa)

$\sigma_y$  : limite d'écoulement initiale (Pa)

$\tau$  : constante temporelle (s)

$\omega$  : exposant

$\Omega$  : structure considérée

$\langle \bullet \rangle$  : partie positive de la variable •

$\dot{\bullet}$  : dérivée temporelle de la variable •

$\mathbf{1}$  : tenseur unité d'ordre 2



## 1 Introduction

L'industrie produit des objets qui assurent directement ou indirectement le niveau de vie élevé que l'on connaît. Que ce soit par usure, par défaillance ou par obsolescence, force est de constater que ces objets ont une durée de vie limitée. L'obsolescence est la contrepartie du progrès. L'usure et la défaillance sont généralement la contrepartie de lacunes de mise au point. Les enjeux associés sont toujours économiques mais aussi et parfois catastrophiques et/ou humains. Dans ce cas, l'ingénieur se doit de traiter par anticipation le problème du vieillissement. Pour justifier la conception, il doit alors disposer des outils de modélisation fonctionnelle les plus élaborés que le scientifique est en mesure de lui proposer.

L'étude présentée dans cet article traite d'un volet de l'étude de vieillissement prédictif d'un équipement dont le rôle est de sécuriser un engin sensible du domaine aéronautique et spatial : un sectionneur accélérométrique (cf. paragraphe 2) dont la fonction est de fournir des contacts électriques secs si et seulement si un profil particulier d'accélération est reconnu, et cela avec une très grande fiabilité (*i.e.*, risque de non réalisation des contacts si les conditions sont réalisées) et une très grande sûreté (*i.e.*, risque de réalisation des contacts alors que les conditions ne sont pas réalisées). Cet équipement associant des processus fonctionnels complexes (*i.e.*, des phénomènes physiques complexes), sa structure architecturale est complexe ce qui en rend l'étude de sûreté de fonctionnement complexe.

Bien que les équipements de la série n'aient jamais connu de situation de déclenchement, leur fonction de surveillance en état de veille, les énergies accumulées du fait du processus de fabrication et l'action de l'environne-

ment font qu'ils vieillissent. Par contre, le retour d'expérience est, de fait, nul (hormis l'information fournie par les expertises en cours de vie) et n'apporte qu'une aide très limitée pour définir une évaluation anticipée de la durée de vie opérationnelle. Dès lors, la durée de vie ne peut être évaluée qu'à partir d'une étude très approfondie du système et déduite d'une modélisation poussée des processus de dégradation, couplée avec des mesures expérimentales des paramètres pilotes. On définit ainsi la durée de vie comme la durée d'emploi au delà de laquelle la probabilité de défaillance devient supérieure à une valeur de référence jugée acceptable. Comme de nombreux modes de défaillance sont possibles, il est nécessaire de les étudier individuellement et de définir les processus de vieillissement associés.

Par exemple, pour l'équipement objet de l'étude, des isolateurs en céramique, portant des contacts, sont assujettis de façon étanche à des pièces structurales métalliques, de façon à assurer le confinement d'une charge d'huile servant à la régulation du déplacement d'une masse d'inertie jouant le rôle de capteur d'accélération. La démarche d'étude prévisionnelle du vieillissement consiste, dans un premier temps, à identifier les différents modes de vieillissement (*i. e.*, perte de fonctions élémentaires) et, dans un second temps et après avoir formulé les relations décrivant les phénomènes physiques dont le couplage produit les fonctions, à modéliser les processus de dégradation associés.

Ainsi, l'élaboration d'un modèle de vieillissement passe par l'identification et la description des mécanismes de vieillissement présents, permettant une extrapolation des états mécaniques et physiques sur de grandes échelles de durée de service, incluant les variations aléatoires possibles de l'environnement. Les travaux présentés ici entrent dans le cadre de la construction d'un modèle de vieillissement prédictif dans lequel une fonction mécanique simple (*e. g.*,

l'étanchéité statique, c'est-à-dire la continuité de la matière dense) est couplée avec l'action de nombreux mécanismes annexes pouvant ruiner cette fonction simple. Les lois de comportement à prendre en compte deviennent rapidement complexes et la multiplication des couplages nécessite une stratégie de résolution élaborée.

Une première stratégie de résolution consisterait, après identification du mécanisme de dégradation (*e.g.*, développement de fissures postulées comme paramètre de limite de vie) à utiliser l'hypothèse du maillon le plus faible [1,2]. Dans le cas de l'assemblage céramique/métal, même en utilisant un traitement probabiliste, on montre dans le paragraphe 3 que les contraintes résiduelles de fabrication ne permettent pas d'utiliser cette hypothèse. Une autre stratégie consiste, à partir d'un état présumé de la répartition aléatoire des micro-défauts initiaux dans le matériau fragile, à, d'une part et avec des outils probabilistes, appréhender la propagation brutale mais limitée de fissures dans le matériau fragile du fait du processus de fabrication (paragraphe 4) et, d'autre part en partant de cette condition initiale, à étudier la fatigue statique. Pour cela, le modèle étant élaboré, les paramètres aléatoires liés aux matériaux étudiés auront été identifiés et le modèle sera validé (paragraphe 5).

Moyennant ces étapes préalables, cette approche est ensuite mise en œuvre sur un modèle numérique par éléments finis, simulant l'assemblage céramique/métal dans son état post-processus de fabrication (paragraphe 6). Selon la durée de propagation retenue et les charges d'environnement appliquées, on obtient une estimation de l'état mécanique le plus probable au temps considéré. On peut ensuite conclure quant à la durée de vie de l'assemblage pour le mode de vieillissement considéré.

## 2 Assemblage étudié

Le composant étudié est un sectionneur-accélérométrique. Un sectionneur est un accessoire, associé à un équipement sensible, capable de détecter un état opérationnel uniquement à partir d'une grandeur d'environnement qu'il transforme, de façon autonome, en une grandeur de commande. Il se caractérise par une conception utilisant des solutions ne mettant en œuvre que des mécanismes physiques dont les lois sont déterministes et modélisables, bien que dépendant de paramètres aléatoires. Le couvercle du sectionneur, *i.e.*, l'assemblage analysé ici, est conçu de telle manière que l'on puisse utiliser de façon simultanée les propriétés caractéristiques des matériaux ductiles et de la céramique, tout en ayant une structure monobloc. L'utilisation d'une céramique trouve ici sa justification de par ses propriétés d'isolant électrique, même à haute température, de forte résistance à l'usure et d'inertie chimique. Parallèlement, les parties ductiles permettent de lier la partie céramique au reste du composant, et de pouvoir faire office de conducteur électrique. Enfin, le brasage est effectué de telle manière que l'étanchéité soit totale.

Une des fonctions de l'assemblage étudié est d'assurer, entre autres, la séparation entre deux milieux (*i.e.*, l'intérieur et l'extérieur du composant, figure 1). Un critère de fin de service de la structure sera donc la perte d'intégrité structurale de l'assemblage étudié, et plus précisément, l'existence d'une fissure le traversant. Comme on le verra par la suite, l'amorçage de fissures dans les assemblages est inévitable, du fait même de leur mode d'obtention. On s'attachera donc à étudier les conditions de fissuration de la partie fragile de l'assemblage, dans la mesure où les fissures s'y développent préférentiellement, et par la suite, les conditions de ruine de l'assemblage.

L'élaboration d'un assemblage céramique/métal consiste à créer une liaison entre des matériaux dissemblables. Plusieurs méthodes existent. La volonté ne sera pas ici de les examiner toutes en détail, mais de donner les principaux moyens d'obtention d'assemblages, ainsi que leurs grandes lignes [3]. La technique de brasage est la plus usitée : elle consiste à insérer un métal d'apport entre le matériau métallique et la céramique. L'ensemble est ensuite porté à la température de fusion du métal d'apport, ou joint de brasage, sous atmosphère contrôlée. Comme les métaux ne mouillent généralement pas les céramiques, il est nécessaire, au préalable :

- soit de réaliser une couche intermédiaire métallique adhérent à la céramique (*e.g.*, procédé moly-manganèse pour l'assemblage étudié), ce qui permet alors au métal de brasage de pouvoir mouiller la partie céramique (ce dernier étant alors couramment un eutectique Ag-Cu comme dans le cas présent) ;
- soit de s'assurer que le métal d'apport est réactif, par le biais d'un élément actif rendant mouillable la céramique par la brasure. C'est par exemple le cas pour l'alliage de brasure Ag-Cu-Ti, le titane étant alors l'élément réactif, ou Ag-Cu-O, l'oxygène étant l'élément réactif (ce type de métal de brasure semble entraîner une fragilisation de la céramique [3]).

Il existe également des méthodes de brasage direct, consistant à générer à la surface du métal un système eutectique choisi en fonction de sa stabilité thermodynamique (systèmes métal-oxyde, métal-sulfure, métal-phosphore en général). L'ensemble alliage eutectique/céramique est ensuite porté à une température légèrement supérieure au point de l'eutectique du système, sous atmosphère spécifique. La liaison entre l'alliage eutectique et la céramique se réalise alors.

Enfin, une thermocompression (ou liaison à l'état solide [4,5,6]) peut être réalisée afin de créer des liaisons entre matériaux dissemblables : un joint

métallique est inséré entre les deux parties à assembler, et le tout est soumis à une force compressive sous une température de l'ordre de 0,5 à 0,9 fois la température de fusion du joint métallique. Ceci assure la création d'une liaison morphologique et physico-chimique entre les matériaux constitutifs de l'assemblage, et permet de surcroît d'absorber, via la déformation plastique du joint métallique, les contraintes résiduelles générées par le cycle de fabrication de l'assemblage.

L'alumine utilisée contient une phase vitreuse (figure 2), qui va servir à la métallisation. Le procédé moly-manganèse consiste en la création d'un dépôt métallique sur la surface d'une pièce céramique, afin de pouvoir procéder à un brasage ultérieur [7,3]. Le principe de ce procédé est basé sur le frittage de poudres métalliques sur la céramique. Dans le cas présent, le procédé moly-manganèse se décompose en plusieurs étapes :

- (1) dépôt au pinceau sur la surface de l'alumine d'une couche de mélange molybdène-manganèse (80 et 20% massique, respectivement), dont la taille des grains est semblable à celle de l'alumine ;
- (2) frittage de l'ensemble à 1300°-1500°C sous hydrogène humide, ce qui provoque l'oxydation totale du manganèse en oxyde de manganèse ( $MnO_2$ ), et ce dès 800°C ;
- (3) création d'un eutectique à 1200°C entre l'oxyde de manganèse et la silice ( $SiO_2$ ) de la phase vitreuse de l'alumine, ce qui favorise le mouillage de la céramique par le molybdène. Un lien est ainsi créé entre les grains de molybdène et l'alumine ;
- (4) dépôt d'une couche de nickel par pulvérisation ou au pinceau ;
- (5) traitement thermique à 850°C : le nickel mouille les grains de molybdène en tous les points où il n'y a pas de phase vitreuse. Une couche de nickel

est ainsi créée sur l'alumine, couche chimiquement reliée à l'alumine (figure 3).

Le couvercle est constitué de deux cylindres en acier inoxydable austénitique Z2CN18-10 (Norme AFNOR) ou X2CrNi18-9 (norme EN 10088) de type A304L, placés de part et d'autre d'un cylindre d'alumine à 97% de pureté, préalablement métallisée. Le tout est assemblé à l'aide d'un joint de brasage en alliage à 28% massique de cuivre et 72% massique d'argent (eutectique Ag-Cu). Les différentes parties sont assemblées à la température de fusion de l'eutectique Ag-Cu, c'est-à-dire à 780°C. Le joint de brasage se met alors en place par capillarité, et l'ensemble est refroidi de manière contrôlée jusqu'à l'ambiante (-4°C/mn jusqu'à 100°C, puis refroidissement libre). Le cycle complet de refroidissement dure trois heures.

### **3 Analyse de la fissuration lors de la fabrication**

Afin d'étudier les conditions de fissuration de la partie céramique de l'assemblage, le niveau des contraintes résiduelles doit être connu. Le refroidissement de l'assemblage est modélisé à l'aide du code de calcul par éléments finis Castem2000 afin d'obtenir une carte des contraintes résiduelles. Un modèle viscoplastique de Chaboche [8] est utilisé pour simuler le comportement de l'acier inoxydable A304L. Au joint de brasage est associé un comportement viscoplastique parfait. Le comportement de l'alumine est considéré comme élastique linéaire isotrope, quelle que soit la température appliquée (annexe A). L'assemblage est traité sous hypothèse axisymétrique. Le champ de température est considéré comme uniforme en son sein, la décroissance du champ de température appliqué (*i.e.*, -4°C/min) étant faible par rapport au rayon de

la structure étudiée (*i.e.*, 13,7 mm). Le champ des contraintes résiduelles à la fin de la modélisation du refroidissement est donné sur la figure 4. Pour les parties ductiles de l'assemblage, la contrainte équivalente correspond à celle de von Mises, et pour la partie fragile, à la contrainte principale maximale positive : ces dernières sont en effet les plus pertinentes dans le traitement de la fissuration. On peut constater, dans la partie fragile, la présence de zones en compression, ainsi que de zones de fortes contraintes, localisées au niveau des bords libres des interfaces entre le joint de brasure et la céramique. Ces zones correspondent à des champs de contraintes singuliers, responsables de l'amorçage de fissures. À partir de ces résultats, une première étude concernant la rupture de la partie fragile de l'assemblage va pouvoir être menée, en utilisant la théorie de Weibull.

Une méthode classique pour appréhender la rupture fragile de structures fragiles est l'utilisation du modèle de Weibull [1]. L'amorçage des fissures dans les matériaux se fait à partir de défauts initialement présents, et ayant des tailles, des orientations et des localisations aléatoires au sein de la structure. Ces défauts sont générés par le processus de fabrication des structures céramiques [9,10]. Le modèle se base sur une hypothèse dite "du maillon le plus faible" [2] : la rupture s'amorce à partir d'un défaut de la structure céramique, et la fissure ainsi créée se propage jusqu'à rupture totale de l'ensemble. La probabilité de rupture  $P_R$  d'une structure  $\Omega$  s'écrit alors

$$P_R = 1 - \exp \left[ -V_{\text{eff}} \lambda_0 \left( \frac{\langle \sigma_F \rangle}{S_0} \right)^m \right], \quad (1)$$

où  $V_{\text{eff}}$  est le volume effectif [11]

$$V_{\text{eff}} = \int_{\Omega} \left[ \frac{\sigma^*(\mathbf{x})}{\sigma_R} \right]^m d\mathbf{x} \quad \text{avec} \quad \sigma_R = \max_{\Omega} \sigma^*(\mathbf{x}). \quad (2)$$

En utilisant les paramètres reportés dans le tableau 1, on peut déterminer



la probabilité de rupture de l'assemblage étudié grâce aux contraintes équivalentes issues du calcul EF (figure 4). La probabilité de rupture  $P_{Re}$  est calculée sur chaque élément  $\Omega_e$  du maillage

$$P_{Re} = 1 - \exp \left[ -\lambda_0 \int_{\Omega_e} \left\{ \frac{\sigma^*(\mathbf{x})}{S_0} \right\}^m d\mathbf{x} \right], \quad (3)$$

une probabilité unitaire de rupture dans l'un de ces éléments implique dès lors une probabilité unitaire pour toute la structure du fait de l'hypothèse du maillon le plus faible. De plus, si l'on connaît la probabilité de rupture  $P_{Re}$  de chaque élément fini du maillage, on peut en déduire la probabilité de rupture globale de la structure

$$P_R = 1 - \exp \left[ \sum_{e=1}^{N_e} \ln(1 - P_{Re}) \right]. \quad (4)$$

Le résultat du post-traitement est reporté sur la figure 5. On peut ainsi constater qu'à la fin du refroidissement, le modèle de Weibull donne une probabilité de rupture unitaire pour la partie fragile de l'assemblage. En particulier, les zones de probabilités de rupture les plus fortes sont les zones proches des bords libres des interfaces bi-matériaux (*i.e.*, zones correspondant à des points singuliers). Ces zones à forte probabilité de rupture peuvent être reliées aux zones d'amorçage des fissures dans les assemblages réels. En effet, pour des exposants de singularité supérieurs à  $2/m$  (Annexe B), ce qui est le cas ici, on prévoit une rupture quasi-certaine.

Deux conclusions peuvent être tirées de cette première étude. Tout d'abord, la statistique de Weibull est inapte à modéliser l'état de fissuration de l'assemblage céramique/métal à la fin de son cycle de refroidissement (la structure réelle n'étant pas rompue à la fin de sa fabrication). Par extension, cela signifie que l'hypothèse du maillon le plus faible ne peut en aucun cas être appliquée dans des configurations de chargement complexe, mêlant fortement traction

et compression, comme c'est le cas dans le problème étudié : des fissures sont amorcées, mais du fait des zones compressives (ou de la décharge consécutive à leur propagation), elle se trouvent arrêtées. Ensuite, la corrélation entre les zones réelles d'amorçage des fissures et les lieux (prévus numériquement) de probabilité de rupture unitaire permet de dire que le modèle de Weibull est par contre tout à fait utilisable pour tout ce qui a trait à l'amorçage des fissures au sein de la partie fragile des assemblages. Un modèle de propagation des fissures au sein des matériaux fragiles sous chargement quelconque doit donc être développé, de manière à pouvoir être en mesure de prédire l'état de fissuration des assemblages considérés à la fin du cycle de fabrication d'une part, et leur comportement en fatigue en service d'autre part.

#### **4 Modèle probabiliste de fissuration de matériaux fragiles**

Afin de pouvoir appréhender la propagation d'une fissure dans un matériau fragile (*e.g.*, des céramiques), la microstructure est modélisée de façon simple. Les céramiques étant obtenues par compactage et frittage [9,10], on considérera ces dernières composées par des grains dont l'orientation cristallographique est une variable aléatoire par rapport à un repère donné, variable se réalisant de manière indépendante d'un grain à l'autre. Ainsi, les caractéristiques mécaniques de chaque grain, et en particulier la ténacité, deviennent également des variables aléatoires constantes sur chaque grain. Dans une configuration bidimensionnelle, le chemin de fissuration sera considéré comme une ligne prédéfinie, dont l'intersection avec un grain du milieu est un segment de longueur constante égale à  $1/\lambda$  (cf. figure 6, la taille de grain est égale à  $1/\lambda$ ). Cette hypothèse suppose un mode de fissuration transgranulaire.

Considérons une fissure de longueur  $x$  dans une céramique soumise à un chargement en mode I. Cette dernière se propagera au travers d'un grain si [12]

$$K_I(x) \geq K_c. \quad (5)$$

La probabilité de rupture du grain  $i$  est la probabilité que le facteur d'intensité des contraintes soit toujours supérieur à la ténacité lors de sa traversée est

$$P \left( \min_{\text{grain } i} K_I(x) \geq K_{ci} \right). \quad (6)$$

Du fait de l'indépendance des réalisations de la ténacité d'un grain à l'autre, la probabilité que la fissure traverse  $n$  grains se déduit de l'équation (6)

$$\prod_{i=1}^{N_g} P \left( \min_{\text{grain } i} K_I(x) \geq K_{ci} \right). \quad (7)$$

Si le nombre  $N_g$  de grains rencontrés est important dans le chemin de fissuration  $[a,b]$ , alors l'équation (7) peut être approchée par

$$P[a, b] = \exp \left[ \lambda \int_a^b \ln \{ P(K_I(x) \geq K_c) \} dx \right]. \quad (8)$$

Seule la densité de probabilité caractérisant la distribution aléatoire de ténacités  $h_K$  (avec  $P(K_I(x) \geq K_c) = \int_0^{K_I(x)} h_K(K_c) dK_c$ ) est alors à déterminer pour pouvoir utiliser l'équation (7) ou (8).

On peut également considérer que l'intersection entre les grains et le chemin de fissuration dans le cas d'une propagation transgranulaire est un segment de longueur aléatoire qui suit une loi de Poisson [13]. Dans cette configuration,  $1/\lambda$  est la longueur moyenne des intersections entre les grains et le chemin de fissuration. Des résultats très semblables sont alors obtenus. Cependant l'extension à de la fatigue statique est plus délicate.

L'expression de  $P[a, b]$  déterminée pour une fissuration transgranulaire [équation (8)] peut être étendue à la fissuration intergranulaire, l'aléa concer-

nant dès lors l'orientation des joints de grains par rapport à la direction de mode I [14] ainsi que la ténacité. Dans un cas général, la ténacité est la seule caractéristique mécanique que l'on considérera aléatoire lors de la propagation d'une fissure. Ceci est possible dans la mesure où tous les autres aléas mécaniques peuvent être reportés sur la ténacité en plus de sa variabilité propre.

En reprenant les hypothèses énoncées précédemment, on peut étendre le modèle à la fatigue statique : une fissure peut se propager même si le critère de Griffith (5) n'est pas vérifié. Ainsi, plusieurs domaines de propagation peuvent être définis :

- propagation brutale ( $K_I(x) \geq K_c$ );
- fissuration sous-critique ( $K_s < K_I(x) < K_c$ );
- pas de propagation possible ( $K_I(x) \leq K_s$ ).

En postulant les mêmes hypothèses pour  $K_s$  que pour  $K_c$ ,  $K_s$  est alors constant sur chaque grain et devient une variable aléatoire que l'on peut relier à la valeur de  $K_c$  par

$$K_s = \mu K_c, \quad (9)$$

avec  $\mu$  une constante *unique* telle que  $\mu \in ]0, 1[$ , que l'on peut déterminer par analogie macroscopique. En utilisant une loi de propagation d'Evans-Wiederhorn [15,16] modifiée, l'évolution de la taille de la fissure s'écrit

$$\frac{dx}{dt} = C \left( \frac{\langle K_I(x) - K_s \rangle}{\langle K_c - K_I(x) \rangle} \right)^n. \quad (10)$$

On voit dès lors que si l'on considère un temps infini d'étude de la fissure soumise à un chargement constant (*i.e.*, fatigue statique), cette dernière se propagera tant que la condition de fissuration sous-critique sera vérifiée (*i.e.*,  $K_I(x) > K_s$ ). La probabilité de propagation d'une fissure d'une longueur  $a$  à une longueur  $b$  en un temps infini  $P[a, b, t \rightarrow +\infty]$  se déduit donc de

l'équation (8)

$$P[a, b, t \rightarrow +\infty] = \exp \left[ \lambda \int_a^b \ln \{ P (K_I(x) \geq K_s) \} dx \right], \quad (11)$$

et en utilisant la relation entre  $K_s$  et  $K_c$  [équation (9)], l'équation (11) peut être réécrite

$$P[a, b, t \rightarrow +\infty] = \exp \left[ \lambda \int_a^b \ln \left\{ P \left( \frac{K_I(x)}{\mu} \geq K_c \right) \right\} dx \right]. \quad (12)$$

On peut ensuite montrer l'existence d'une fonction continue de vieillissement  $\mu(t)$  permettant de relier la probabilité de propagation brutale [équation (8)] et la probabilité de propagation à l'endurance [équation (12)]. La probabilité de propagation d'une fissure d'une longueur  $a$  à une longueur  $b$  pour un temps  $t$  en fatigue statique  $P[a, b, t]$  s'écrit alors

$$P[a, b, t] = \exp \left[ \lambda \int_a^b \ln \left\{ P \left( \frac{K_I(x)}{\mu(t)} \geq K_c \right) \right\} dx \right]. \quad (13)$$

On peut démontrer (cf. Annexe C) que  $\mu(t)$  s'exprime par [17,18]

$$\mu(t) = \frac{1 + \mu[(1 + 1/n)\lambda C t]^{1/n}}{1 + [(1 + 1/n)\lambda C t]^{1/n}}. \quad (14)$$

La fonction de vieillissement  $\mu(t)$  tend vers 1, lorsque  $t \rightarrow 0$  et on retrouve l'équation (8) à l'aide de l'équation (13). À l'endurance (*i.e.*, lorsque  $t \rightarrow +\infty$ ), la probabilité de propagation est décrite par l'équation (12) car  $\mu(t) \rightarrow \mu$ . On constate dès lors, qu'en plus des paramètres de fissuration sous-critique (*i.e.*,  $C, n, \mu$ ), seule la densité de probabilité associée aux ténacités se doit d'être identifiée pour une utilisation du modèle sur des configurations réelles.

## 5 Identification de la densité de probabilité associée aux ténacités

Il existe de nombreuses méthodes d'obtention de la ténacité, mais dans la mesure où l'on cherche des valeurs locales de cette dernière, une expérience de micro-indentation (figure 7) est la plus appropriée. Diverses formulations reliant ce type d'expérience à la ténacité locale du matériau étudié [19,20] peuvent être résumées par [21,22]

$$K_c = k \frac{F}{c^{3/2}}, \quad (15)$$

lorsque  $c/2a > 1$ . Des séries d'indentation ont été effectuées sur de l'alumine pure à 97%, polie préalablement, en utilisant différentes charges  $F$  (*i.e.*, 2 N, 3 N, 5 N et 10 N). En utilisant l'équation (15), et en considérant les essais d'indentation qui ont généré le plus grand nombre de fissures exploitables (*i.e.*,  $F = 3N$ ), une identification de la densité de probabilité associée à la ténacité a pu être obtenue. En supposant que la fonction  $h_K$  est décrite par une loi Bêta

$$h_k(K_c) = \frac{(K_c - K_c^{\min})^{\alpha-1} (K_c^{\max} - K_c)^{\beta-1}}{B(\alpha, \beta) (K_c^{\max} - K_c^{\min})^{\alpha+\beta-1}}, \quad (16)$$

et en appliquant une méthode de moindres carrés pour relier les données théoriques et expérimentales, quatre paramètres ont pu être identifiés, en posant  $\lambda = 5 \times 10^5 \text{m}^{-1}$  (valeur correspondant à l'inverse de la taille moyenne des grains); à savoir  $\alpha, \beta, K_c^{\min}/(K_c^{\max} - K_c^{\min}), k\lambda^{3/2}/K_c^{\max}$  (cf. tableau 2). La valeur de  $K_c^{\max}$  est alors déterminée à partir d'essais de flexion trois points sur éprouvette préfissurée où l'on fait correspondre la ténacité moyenne prédite et mesurée [17]. La figure 8 montre les résultats obtenus pour les quatre charges. On remarque que grâce à l'approche probabiliste, une valeur constante du paramètre  $k$  peut être prise et conduit à des prévisions en bon accord avec les mesures.

## 6 Prévision de la durée de vie de l'assemblage

Une fois que les différents paramètres microstructuraux ont été déterminés, une étude de fiabilité relative à la structure réelle peut être effectuée. Afin de pouvoir calculer la probabilité de survie de l'assemblage, des fissures sont amorcées près des points singuliers générés par les interfaces des bi-matériaux. Lors de leur propagation ultérieure, le taux de restitution est calculé. Le facteur d'intensité des contraintes, ramené à une configuration bidimensionnelle, permet de déterminer les probabilités de propagation des fissures alors créées dans le maillage.

### 6.1 Démarche suivie

Prenant la configuration mécanique issue du calcul EF décrit au paragraphe 3, on considère que l'amorçage des fissures a lieu à la fin du cycle de refroidissement. Dans les faits, cela ne se passe pas ainsi et l'amorçage a lieu dès la mise en charge de la structure (soit dès que la température extérieure baisse de manière suffisante, générant des exposants de singularités supérieurs à  $2/m$ , ce qui est probable dans la mesure où à la fin du refroidissement, les probabilités de rupture sont unitaires au niveau de ces singularités). L'état de fissuration évolue alors en fonction de la température. Cependant, considérer une fissuration concomitante au refroidissement de la structure n'est pas facile (surtout en terme de temps de calcul). De plus, au fur et à mesure que la température de la structure diminue, les contraintes résiduelles augmentent, et donc les niveaux de chargements les plus importants (*i.e.*, les plus à même de générer les fissures les plus longues) sont atteints à la fin du cycle de refroidissement : la configuration mécanique la plus défavorable est celle à la fin du cycle de

fabrication (*i. e.*, 20°C). Les niveaux de contraintes utilisés pour simuler la propagation seront ceux issus du calcul EF du cycle de refroidissement complet de la pièce intacte ou fissurée lors des calculs de réactualisation des contraintes.

Pour simuler la propagation, on procède de manière itérative : considérant des fissures courtes existantes situées au voisinage des points singuliers, leur propagation en mode I est analysée sous des contraintes imposées. On notera que la distance entre la singularité et les amorces de fissure, ainsi que leurs orientations par rapport à la surface libre sont des variables aléatoires (bien que des valeurs très probables puissent être identifiées). On se limitera à l'étude d'un cas que l'on estime représentatif des configurations les plus nocives pour la structure. Les contraintes imposées, situées au niveau de l'interface joint de brasage-alumine, correspondent à l'effort engendré par le refroidissement de la structure. Afin de prendre en compte la décharge mécanique qu'engendre la propagation, ces efforts sont réactualisés régulièrement par un cycle numérique de refroidissement de la structure fissurée. Cela revient donc à considérer que les fissures se propagent de manière instantanée dès que la température extérieure à l'assemblage commence à diminuer, mais que le chemin de fissuration qui leur est associé correspond à un mode I à la fin du cycle de refroidissement. On arrête la propagation des fissures dès que le taux de restitution d'énergie devient de l'ordre de quelques  $\text{J.m}^{-2}$  (figure 9). On peut remarquer que le mode I de propagation est celui observé dans les assemblages céramique/métal [23,24]. Cependant, comme on le verra dans la suite, les fissures ont tendance à se diriger vers les interfaces céramique-joint de brasage (ce qui est en adéquation avec des observations expérimentales [25]). Certaines fissures se propagent alors en mode mixte.



## 6.2 Analyse de la propagation à la fin du cycle de fabrication

La structure est maillée à l'aide d'éléments triangulaires à six nœuds (figure 10). On étudie exclusivement les fissures amorcées par les singularités des bi-matériaux (repérées 1, 2, 3 et 5) : les probabilités d'amorçage au voisinage de la singularité n°4 sont faibles (figure 4), et de plus, il est probable que la décharge mécanique la plus importante soit engendrée par une rupture provoquée par le point singulier n°3. Enfin, les fissures que l'on amorce près du point n°4 ont une très faible propagation et rejoignent ainsi toutes les microfissures potentiellement créées près du joint de brasage et non prise en compte ici. De par l'éloignement des zones de propagation des quatre fissures, ces dernières ont été considérées comme indépendantes. De manière numérique, on constate en effet que la propagation d'une des fissures influe sur le taux de restitution d'énergie des trois autres de manière relativement marginale, de l'ordre de quelques  $\text{J.m}^{-2}$  (mais cette dépendance peut devenir relativement forte au fur et à mesure que les fissures avancent, en particulier pour celles amorcées près des points singuliers n°3 et 5).

Au vu des résultats relatifs à la propagation des fissures précédemment amorcées (figure 10), deux types de fissuration apparaissent. Tout d'abord, les fissures générées par les point singuliers n°1 et 2. Ces dernières se propagent en convergeant vers l'interface joint de brasage/céramique, au mieux en étant parallèles à cette dernière, et arrivent ainsi au niveau de la zone de compression engendrée par le frettage. Cette propagation n'altère que de manière très marginale cette zone de compression : les fissures ne se propagent que de manière à diminuer le cisaillement présent au niveau de l'interface joint de brasage/céramique, mais ne modifient en rien ce qui est relatif à la com-

pression. Ces fissures sont donc courtes, arrêtées par cette zone compressive, et nullement dangereuses pour l'intégrité de la structure et cela tant que la zone de compression est présente (sauf peut-être en créant des chanfreins si l'une de ces fissure se dirige vers l'extérieur du cylindre d'alumine).

La propagation des fissures engendrées par les points singuliers n°3 et 5 correspond à une logique inverse. En effet, cette zone connaît des effets antagonistes de compression causée par le cylindre en acier inoxydable extérieur et de traction (et de cisaillement) liée au cylindre intérieur. Au fur et à mesure du refroidissement, la plastification du cylindre intérieur est différée par rapport à une configuration non fissurée du fait de la fissuration au niveau des points singuliers n°3 et 5 (contrairement au cylindre supérieur, qui subit, quel que soit l'état de fissuration de la partie céramique, une résistance radiale équivalente à celle produite par le cylindre d'alumine intact). La fissure correspondant au point singulier n°3 se propage initialement en augmentant son taux de restitution d'énergie avec sa propagation. À partir d'un certain état de fissuration de la céramique, le cylindre intérieur (aidé en cela par la plastification du joint de brasage) atteint un état de plasticité limite tel que la fissuration de la partie céramique s'effectue avec des taux de restitution d'énergie décroissants avec l'augmentation de la taille des fissures (la propagation se fait alors sous des déplacements imposés, et non plus en contrainte imposée). Les fissures amorcées par les point singuliers n°3 et 5 sont donc celles qui conditionneront la durée de vie de la structure.

Sur la figure 11, seules trois probabilités de propagation apparaissent : la fissure associée au point singulier n°2 a une probabilité de propagation (quasi) nulle (*i. e.*, le facteur d'intensité des contraintes qui lui est associé est extrêmement faible). A priori, aucune des fissures étudiées ne conduit à la rupture à la fin

du refroidissement de l'assemblage (*i.e.*, de 780°C à 20°C).

### 6.3 Extension à la propagation sous-critique

En conservant les chemins de fissuration déterminés précédemment, on va pouvoir établir les longueurs maximales que les fissures peuvent atteindre en propagation sous-critique. Dans cette configuration, la température est considérée comme constante (ou variant peu). Elle est fixée à 20°C, ce qui permet de réutiliser les facteurs d'intensités des contraintes déjà déterminés. Par un raisonnement analogue à celui effectué au paragraphe 4, on peut calculer les longueurs (aléatoires) maximales des fissures à l'endurance. Les probabilités correspondantes de propagation à 20°C sont données sur la figure 12. Après un temps infini sous une température extérieure de 20°C, on peut constater que l'état de fissuration progresse, mais ne varie pas suffisamment pour rompre la structure. La fissure amorcée près du point singulier n°3, qui initialement (à la fin du refroidissement) a une longueur extrêmement faible, s'est propagée jusqu'à atteindre une longueur proche du millimètre et demi. On peut enfin noter que, en termes de probabilités de propagation, il y a eu inversion des fissures les plus longues : la fissure associée au point singulier n°3 a pu se propager en fissuration sous-critique, et du fait de la croissance initiale de son facteur d'intensité des contraintes, atteindre une taille supérieure à la fissure associée au point singulier n°1 (dont le facteur d'intensité des contraintes n'est que décroissant).

Enfin, on peut noter que l'état de fissuration limite (*i.e.*, à l'endurance) est atteint au bout de temps relativement courts. Pour la fissure associée à la singularité n°5 (figure 13), celle-ci a déjà pratiquement atteint sa longueur

extrémale après 1 heure sous des conditions de température constante, et que, après 1 an de stockage sous des conditions extérieures constantes, l'état de fissuration n'évolue quasiment plus. Ainsi, si la pièce n'est pas rompue au bout d'une heure (à plus forte raison au bout d'une journée), on peut en déduire qu'elle ne cassera jamais sous des sollicitations extérieures constantes. En extrapolant avec des calculs à l'endurance sous des températures d'utilisation extrêmes de l'assemblage (*i.e.*, variant de  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $+70^{\circ}\text{C}$ ), la même conclusion est faite, à savoir que les variations de contraintes engendrées par les changements de température ne sont pas suffisants pour ré-amorcer la fissuration de manière critique, et donc pour mettre en danger la structure [17].

## 7 Conclusions

Cette étude s'est placée dans un contexte de prévision du vieillissement. Dans le cas présent, un assemblage céramique/métal a servi de base à l'étude. De par son élaboration à haute température, sont présentes des contraintes résiduelles induites par le refroidissement de la structure jusqu'à température ambiante. Elles sont dues à la différence entre les coefficients de dilation thermique des matériaux utilisés. Cette différence génère des points singuliers, et engendre l'apparition de fissures amorcées près de ces derniers dans la céramique.

Le caractère extrêmement hétérogène du champ de contraintes résiduelles a nécessité la mise en place d'un modèle de propagation probabiliste : il y a amorçage de manière quasi-certaine, près de points singuliers, mais également arrêt possible, dans la mesure où ces amorçages ne conduisent pas à la rupture complète de l'assemblage. Ce dernier point empêche dès lors d'utiliser des modèles probabilistes établis sur l'hypothèse du maillon le plus faible. Cette

approche est rendue possible par l'intermédiaire d'une discrétisation du milieu de propagation (fragile). À chaque élément de cette discrétisation (simulant un grain du milieu réel) est affecté un paramètre aléatoire de résistance à la rupture : avec ce peu d'hypothèses, un modèle de propagation probabiliste brutale est proposé. Décliné sous des hypothèses de fatigue statique, il peut être généralisé aux cas associés au vieillissement par fissuration sous-critique.

Une étude expérimentale de l'aléa lié aux ténacités de chaque grain ou joint de grain a été développée. Des essais de micro-indentation (sous plusieurs charges) ont été menés sur la céramique de l'assemblage. Ceux-ci permettant d'obtenir localement des valeurs de ténacité, la caractérisation statistique de celle-ci peut alors avoir lieu. Des densités de probabilité associées aux ténacités ont pu être déterminées. Elles ont également été validées par la prévision de fissuration sous indentation à d'autres charges que celles ayant servi à l'identification. En introduisant des paramètres de fissuration sous-critique identifiés à partir d'essais macroscopiques, on peut alors étendre les zones de dispersions de pointes de fissures prévues au cas de la fissuration en fatigue statique. Ainsi, on peut prévoir la durée de vie de la structure, si seule la fissuration est limitante.

Afin de valider cette hypothèse, on a modélisé l'assemblage céramique/métal en utilisant un calcul par éléments finis, et moyennant un amorçage près des points singuliers, des chemins de fissuration ont été définis. Connaissant le chargement en chaque point, une probabilité de propagation brutale, puis en fatigue statique leur est associée. Il ressort de cette étude numérique, que la fissuration macroscopique n'est pas un facteur limitant la durée de vie de l'assemblage. Même si des fissures se développent dans la partie céramique de l'assemblage, elles se trouvent arrêtées à la fin du processus de fabrication, et

dès lors, leurs tailles n'évoluent plus de manière sensible au cours du temps (pas assez en tous les cas pour conduire à une rupture de la structure).

## **Remerciements**

Les observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées avec l'aide d'Olivier Arnould (LMT-Cachan).

## Références

- [1] W. Weibull, *A Statistical Theory of the Strength of Materials*, (Roy. Swed. Inst. Eng. Res., 151, 1939).
- [2] A. M. Freudenthal, Statistical Approach to Brittle Fracture, in : *Fracture*, H. Liebowitz, ed., (Academic Press, New York (USA), 1968), 591-619.
- [3] A. Kara-Slimane, *Assemblages métal-céramiques (oxydes, nitrures) par métallisation brasage : influence des interactions chimiques dans les zones interfaciales*, (thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 1996).
- [4] M. Courbière, *Étude des liaisons céramique/métal : application au couple cuivre/alumine*, (thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 1986).
- [5] B. Serier, *Étude et caractérisation des liaisons des métal-céramique élaborées par thermocompression : application au couple argent/alumine*, (thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 1991).
- [6] B. Mbongo, *Liaison métal-céramique par thermocompression. Influence de l'état initial des matériaux et de la pression partielle d'oxygène*, (thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 1994).
- [7] P. Fell, Active Metal Braze Alloys for Joining Metals to Ceramics, *Proceedings Advances in Joining Technology*, (the British Association for Brazing and Soldering, 1994).
- [8] J. Lemaitre et J.-L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, (Dunod, Paris (France), 1985).
- [9] W. D. Kingery, H. K. Bowen et D. R. Uhlmann, *Introduction to Ceramics*, (John Wiley and Sons, Inc., New York (USA), 1976).
- [10] J.-L. Chermant, *Les céramiques thermomécaniques*, (Presses du CNRS, 1989).
- [11] D. G. S. Davies, The Statistical Approach to Engineering Design in Ceramics, *Proc. Brit. Ceram. Soc.* **22** (1973) 429-452.

- [12] A. A. Griffith, The Phenomenon of Rupture and Flow in Solids, *Phil. Trans. Roy. Soc. London* **A221** (1921) 163-197.
- [13] D. Jeulin, Fracture Statistics Models and Crack Propagation in Random Media, *Appl. Mech. Rev.* **47** [1] (1994) 141-150.
- [14] Y. Charles et F. Hild, Crack Arrest in ceramic/steel assemblies, *Int. J. Fract.* **15** [3] (2002) 251-272.
- [15] A. G. Evans, A Method for Evaluating the Time-Dependent Failure Characteristics of Brittle Materials - and its Application to Polycrystalline Alumina, *J. Mater. Sci.* **7** (1972) 1137-1146.
- [16] A. G. Evans et S. M. Wiederhorn, Crack Propagation and Failure Prediction in Silicon Nitride at Elevated Temperature, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 270-278.
- [17] Y. Charles, *Identification d'un mode de vieillissement dans un assemblage céramique/métal*, (thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, 2002).
- [18] Y. Charles, F. Hild et S. Roux, Long-Term Reliability of Ceramics : the Issue of Crack Arrest, *ASME J. Eng. Mat. Tech.* **125** (2003) 333-340.
- [19] C. B. Ponton et R. D. Rawlings, Vickers Indentation Fracture Toughness Test - Part 1 - Review of Literature and Formulation of Standardized Indentation Toughness Equations, *Mat. Sci. Tech.* **5** (1989) 865-872.
- [20] C. B. Ponton et R. D. Rawlings, Vickers Indentation Fracture Toughness Test - Part 2 - Application and Evaluation of Standardized Indentation Toughness Equations, *Mat. Sci. Tech.* **5** (1989) 961-976.
- [21] B. R. Lawn, A. G. Evans et D. B. Marshall, Title, *J. Am. Ceram. Soc.* **63** [9-10] (1980) 574-581.
- [22] P. Laval, *Étude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus*, (thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995).



- [23] Z. Suo, Failure of Brittle Adhesive Joints, *Appl. Mech. Rev.* **43** (1990) S276-S279.
- [24] N. A. Fleck, J. W. Hutchinson et Z. Suo, Crack Path Selection in Brittle Adhesives Layer, *Int. J. Solids Struct.* **27** (1991) 1683-1703.
- [25] J. M. McNaney, R. M. Cannon et R. O. Ritchie, Near-Interfacial Crack Trajectories in Metal-Ceramic Layered Structures, *Int. J. Fract.* **66** (1994) 227-240.
- [26] G. Lovato, *Rhéologie des joints brasés : étude expérimentale et détermination par méthode inverse*, (thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995).
- [27] D. Leguillon, Calcul du taux de restitution d'énergie au voisinage d'une singularité. *C. R. Acad. Sci. Paris* **309** [Série II b] (1989) 945-950.
- [28] J. W. Lindeberg, Eine neue Herleitung des Exponentialgesetzes in der Wahrscheinlichkeitsrechnung, *Math. Zeitschrift* **15** (1922) 211-225.
- [29] P. Lévy, Théorie des erreurs. La loi de Gauss et les lois exceptionnelles, *Bull. Math. Soc.* **52** (1924) 49-85.
- [30] P. Lévy, *Théorie de l'addition des variables aléatoires*, (Gauthier-Villars, Paris (France), 1954).
- [31] W. Feller, *An Introduction to Probability Theory and its Applications*, (John Wiley and Sons, Inc., New York (USA), 1966).

## Annexe A : lois de comportement utilisées

Un modèle viscoplastique de Chaboche [8] est utilisé pour simuler le comportement de l'acier inoxydable. Pour ce dernier, les paramètres reportés dans le tableau 3 ont été identifiés [26]. La loi élastique s'écrit

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathcal{E}(\boldsymbol{\epsilon} - \boldsymbol{\epsilon}^p - \boldsymbol{\epsilon}^{th}), \quad (17)$$

avec

$$\boldsymbol{\epsilon}^{th} = \alpha_{A304L}(T)(T - T_0)\mathbf{1}. \quad (18)$$

La fonction de charge est définie par

$$f = J_2(\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X}) - R - \sigma_y, \quad (19)$$

telle que

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p = \frac{2}{3} \frac{\boldsymbol{\sigma}^d - \mathbf{X}}{J_2(\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X})} \dot{p}^p \quad \text{et} \quad \dot{p}^p = \left( \frac{\langle f \rangle}{\kappa} \right)^{n_p}, \quad (20)$$

et les lois d'écroûissage

$$\dot{\mathbf{X}} = \frac{2}{3} C_x \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p - \gamma \mathbf{X} \dot{p}^p \quad \text{et} \quad \dot{R} = b_r (Q - R) \dot{p}^p. \quad (21)$$

Au joint de brasage est associé un comportement viscoplastique parfait, par rapprochement avec le comportement mécanique d'une brasure réactive (59% massique d'argent, 27,25% de cuivre, 12,5% d'indium, et 12,5% de titane [26]).

Une loi viscoplastique parfaite est décrite par

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p = \frac{2}{3} \left( \frac{\langle J_2(\boldsymbol{\sigma}) - \sigma_y \rangle}{\kappa} \right)^{n_p} \frac{\boldsymbol{\sigma}^d}{J_2(\boldsymbol{\sigma})} \quad (22)$$

Les paramètres associés à cette loi pour la brasure réactive sont reportés dans le tableau 4.

Le comportement de l'alumine est considéré comme élastique linéaire isotrope, et ce quelle que soit la température appliquée. Les paramètres utilisés sont

donnés dans le tableau 1.

## Annexe B : analyse de la rupture près de singularités avec un modèle de Weibull

Un cas particulier de l'amorçage concerne la présence d'un champ de contrainte singulier [27]. La statistique de Weibull et l'hypothèse du maillon le plus faible permettent de déterminer la probabilité d'amorçage au voisinage d'un point singulier. Le champ de contrainte équivalente au voisinage d'un tel point s'écrit

$$\sigma^*(\mathbf{x}) = \frac{A}{r^p} g(\theta). \quad (23)$$

Si l'on calcule la probabilité d'amorçage  $P_R(r_a, r_b)$  d'une fissure dans une couronne repérée par les rayons  $r_a$  et  $r_b$  par la statistique de Weibull, on obtient, lorsque  $pm \neq 2$ ,

$$P_R(r_a, r_b) = 1 - \exp \left[ -\lambda_0 LC_m \frac{r_b^{2-pm} - r_a^{2-pm}}{2 - pm} \right] \quad (24)$$

et lorsque  $pm = 2$ ,

$$P_R(r_a, r_b) = 1 - \exp \left[ -\lambda_0 LC_m \ln \frac{r_b}{r_a} \right] \quad (25)$$

où  $C_m$  s'exprime par

$$C_m = \frac{A^m}{S_0^m} \int_{\theta} \langle g(\theta) \rangle^m d\theta. \quad (26)$$

En faisant tendre  $r_a$  vers 0, on obtient la probabilité d'amorçage au voisinage d'un point singulier : son comportement ne dépend que du produit  $pm$ , *i.e.*, entre le module de Weibull et l'exposant de la singularité. Ainsi, lorsque  $pm \geq 2$ , alors

$$\lim_{r_a \rightarrow 0} P_R(r_a, r_b) = 1, \quad (27)$$

et dans le cas contraire

$$\lim_{r_a \rightarrow 0} P_R(r_a, r_b) \leq 1. \quad (28)$$

L'équation (27) signifie que si le produit  $pm$  est supérieur à deux, alors il y aura presque sûrement amorçage au voisinage de la singularité.

## Annexe C : calcul de la fonction de vieillissement $\mu(t)$

On peut déterminer le temps  $t$  utilisé par une fissure pour traverser un grain de longueur  $1/\lambda$  considérée comme petite devant la taille de la fissure  $x$  à partir de la loi de propagation (10)

$$\lambda C t = \left( \frac{\langle K_c - K_I(x) \rangle}{\langle K_I(x) - K_s \rangle} \right)^n. \quad (29)$$

Le temps  $t$  est une variable aléatoire induite par l'aléa sur  $K_c$  (et  $K_s$ ) de densité de probabilité dépendant des paramètres associés à  $K_c$  et aux constantes  $C, n, \lambda$  et  $\mu$ . Cette variable aléatoire prend ses valeurs sur  $[0, +\infty[$ , et la probabilité que se produise l'événement  $\{t \rightarrow +\infty\}$  est généralement non nulle [*i.e.*, c'est la probabilité  $P(K_I(x) < K_s)$ ]. La probabilité que la fissure considérée se propage le long d'un chemin de fissuration donné  $[a, b]$  en un temps inférieur à  $t$  s'écrit

$$P[a, b, t] = P \left[ \sum_{i=1}^{\lambda(b-a)} t_i \leq t \right]. \quad (30)$$

Du fait que les variables aléatoires  $t_i$  peuvent être infinies avec une probabilité non nulle, et que la probabilité  $P(a, b, t)$  est conditionnée par une somme de variables aléatoires, l'obtention de l'expression de  $P[a, b, t]$  n'est pas simple. Pour les valeurs importantes de  $t$ , on peut déterminer la probabilité  $P(t_i > t)$  que le temps  $t_i$  mis par la fissure pour casser le grain n° $i$  du chemin de fissuration soit supérieur à  $t$ . Le facteur d'intensité des contraintes  $K_I(x_i)$  correspondant au temps de propagation  $t$  (considéré comme grand) peut se mettre sous la forme

$$\frac{K_{ci}}{K_I(x_i)} = \frac{1}{\mu} - \epsilon. \quad (31)$$

En utilisant l'équation (29), on peut relier  $t$  à la valeur de  $\epsilon$

$$t = \frac{1}{\lambda C} \left( \frac{1 - \mu}{\mu \epsilon} \right)^n. \quad (32)$$

La probabilité  $P(t_i > t)$  peut être décomposée en deux parties

$$\begin{aligned} P(t_i > t) &= \int_{K_I(x_i)/\mu - \epsilon}^{K_I(x_i)/\mu} h_K(K_c) dK_c + \int_{K_I(x_i)/\mu}^{+\infty} h_K(K_c) dK_c \\ &= P(t < t_i < +\infty) + P(t_i \rightarrow +\infty). \end{aligned} \quad (33)$$

Pour les faibles valeurs de  $\epsilon$ ,  $P(t < t_i < +\infty)$  peut être approchée par son développement de Taylor au premier ordre

$$P(t < t_i < +\infty) \approx h_K\left(\frac{K_I(x_i)}{\mu}\right) \epsilon. \quad (34)$$

En utilisant l'équation (32),  $P(t < t_i < +\infty)$  peut alors être exprimée comme une fonction de  $t$

$$P(t < t_i < +\infty) \approx h_K\left(\frac{K_I(x_i)}{\mu}\right) \left(\frac{\tau}{t}\right), \quad (35)$$

où  $\tau$  est une constante définie à partir de l'équation (32)

$$\tau = \frac{1}{\lambda C} \left(\frac{1 - \mu}{\mu}\right)^n. \quad (36)$$

L'équation (36) montre que, pour des fortes valeurs de  $t$ , la probabilité cumulée  $P(t < t_i < +\infty)$  peut être remplacée par une simple loi puissance d'exposant  $\omega = 1/n$ . Cette propriété asymptotique permet de déterminer l'expression donnée en (30). On a à considérer la somme de  $\lambda(b - a)$  variables aléatoires  $t_i$ , dont la probabilité cumulée a la forme asymptotique définie précédemment. Il est important de constater que cette dernière est telle que l'on ne peut pas définir son écart type pour des valeurs de  $n$  supérieures à 1/2 et que même sa moyenne ne peut l'être dès que  $n > 1$ . Ce résultat interdit l'utilisation du théorème central limite dans la détermination de la somme considérée [28]. Cependant, pour des variables aléatoires  $u$  de probabilité cumulée telle que

$$P(u \geq U) \approx U^{-\omega}, \quad (37)$$

Lévy [29,30] a montré que la somme  $S_N$  (pondérée par  $N^{1/\omega}$ ) définie par

$$S_N = \sum_{i=1}^N u_i \quad (38)$$

converge vers une loi stable  $\mathcal{L}_\omega$  appelée loi de Lévy, et caractérisée par l'exposant  $\omega$  ; en d'autres termes

$$\lim_{N \rightarrow +\infty} S_N = N^{1/\omega} \mathcal{L}_\omega(S_N^{1/\omega}). \quad (39)$$

On ne détaillera pas les propriétés de la fonction  $\mathcal{L}_\omega$ , mais on précisera juste que si  $\mathcal{M}_N$  caractérise la valeur maximale d'une suite de  $N$  variables aléatoires  $u_i$  de probabilité cumulée décrite par l'équation (37), *i.e.*,

$$\mathcal{M}_N = \max(u_i, i \in \{1, \dots, N\}), \quad (40)$$

alors le rapport  $S_N/\mathcal{M}_N$  converge pour des  $N$  importants [31]

$$\lim_{N \rightarrow +\infty} \frac{S_N}{\mathcal{M}_N} = \frac{1}{1 - \omega}. \quad (41)$$

L'équation (41) permet ainsi d'approcher la somme  $S_N$  par la valeur maximale des éléments qui la composent. Appliqué au problème industriel, cela implique que le temps dépensé par la fissure pour casser  $N$  grains consécutifs a été principalement utilisé pour casser l'un d'entre eux, *i.e.*, celui dont le rapport  $K_{ci}/K_I(x_i)$  est maximal. Pour de fortes valeurs de  $N$ , on peut alors en conclure que

$$P\left(\sum_{i=1}^N u_i < U\right) \approx P\left(\max_{i \in \{1, \dots, N\}} u_i < (1 - \omega)U\right), \quad (42)$$

c'est-à-dire

$$P\left(\sum_{i=1}^N t_i < t\right) \approx P\left(\max_{i \in \{1, \dots, N\}} t_i < \left(1 - \frac{1}{n}\right)t\right). \quad (43)$$

Cette dernière équation est alors équivalente à

$$P\left(\sum_{i=1}^N t_i < T\right) \approx P\left(\forall i \in \{1, \dots, N\}, t_i < \left(1 - \frac{1}{n}\right)t\right), \quad (44)$$



et en utilisant le même raisonnement que celui utilisé pour calculer  $P[a, b]$  (cf. paragraphe 4),  $P[a, b, t]$  est alors décrite par

$$P[a, b, t] = \exp \left[ \lambda \int_a^b \ln \left\{ P \left( \frac{K_I(x)}{\mu(t)} > K_c \right) \right\} dx \right], \quad (45)$$

avec

$$\mu(t) = \frac{1 + [(1 + 1/n)\lambda Ct]^{1/n}}{1 + \mu[(1 + 1/n)\lambda Ct]^{1/n}}. \quad (46)$$

## Liste des tableaux

- |   |   |    |
|---|---|----|
| 1 | Paramètres mécaniques de l'alumine.<br><i>(Mechanical parameters of alumina.)</i>   | 42 |
| 2 | Paramètres de la répartition de ténacité pour une alumine pure à 97%.<br><i>(Parameters of the toughness distribution of a 97% pure alumina.)</i>           | 43 |
| 3 | Paramètres de la loi viscoplastique pour l'acier inoxydable.<br><i>(Parameters of the viscoplastic law describing the behavior of the stainless steel.)</i> | 44 |
| 4 | Paramètres de la loi viscoplastique pour la brasure.<br><i>(Parameters of the viscoplastic law describing the behavior of the brazing joint.)</i>           | 45 |

TAB. 1

Paramètres mécaniques de l'alumine.

*(Mechanical parameters of alumina.)*

$E$	$\nu$	$\alpha_{AL_2O_3}$	$\sigma_0$	$\lambda_0$	$m$	$C$	$n$	$\mu$
(GPa)		( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	(MPa)	( $\text{mm}^{-3}$ )		$\text{m s}^{-1}$		
330	0,26	7,9	200	1	10	$2,1 \times 10^{-5}$	7,2	0,57

Charles et al.

TAB. 2

Paramètres de la répartition de ténacité pour une alumine pure à 97%.

*(Parameters of the toughness distribution of a 97% pure alumina.)*

$\alpha$	$\beta$	$K_c^{\min}$	$K_c^{\max}$	$k$
		(MPa $\sqrt{\text{m}}$ )	(MPa $\sqrt{\text{m}}$ )	(N $^{-1}$ )
2,8	9,1	0	5,31	4,5

Charles et al.

TAB. 3

Paramètres de la loi viscoplastique pour l'acier inoxydable.

*(Parameters of the viscoplastic law describing the behavior of the stainless steel.)*

$T$	$E$	$\nu$	$\alpha_{A304L}$	$\sigma_y$	$Q$	$b_r$	$C_x$	$\gamma$	$\kappa$	$n_p$
(°C)	(GPa)		( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	(MPa)	(MPa)		(MPa)		(MPa)	
20	196	0,29	15,7	250	60	8	162	2800	151	24
600	137	0,29	19,4	130	80	10	24	300	150	12

Charles et al.

TAB. 4

Paramètres de la loi viscoplastique pour la brasure.

*(Parameters of the viscoplastic law describing the behavior of the brazing joint.)*

$T$ (°C)	$E$ (GPa)	$\nu$	$\alpha_{bras}$ ( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	$\sigma_y$ (MPa)	$\kappa$ (MPa)	$n_p$
20	95	0,37	18,2	247	85	10,1
100	95	0,37	18,2	183	79	9,3
200	95	0,37	18,2	87	38	7,2
300	95	0,37	18,2	40	31	6,9
400	95	0,37	18,2	27	13	4,9
500	95	0,37	18,2	13	7	3,2
600	95	0,37	18,2	6	6	1,2
700	95	0,37	18,2	2	6	1,2

Charles et al.

## Table des figures

1	Assemblage étudié. <i>(Studied assembly.)</i>	49
2	Alumine utilisée avec une taille moyenne de grain $1/\lambda$ de l'ordre de $2 \mu\text{m}$ . On notera la phase intergranulaire vitreuse utile pour le procédé moly-manganèse. <i>(Alumina used in the study with an average grain size <math>1/\lambda</math> of the order of <math>2 \mu\text{m}</math>. One can note the glassy intergranular phase useful for the molybdenum-manganese process.)</i>	50
3	Métallisation d'une alumine à l'aide du procédé moly-manganèse. <i>(Metallization of alumina with a molybdenum-manganese process.)</i>	51
4	Contraintes résiduelles dans l'assemblage après le cycle de refroidissement. <i>(Residual stresses in the assembly at the end of the fabrication process.)</i>	52
5	Probabilité de rupture à $t = 0^+$ (i.e., fin de cycle de refroidissement) en chaque élément du maillage. <i>[Failure probability at <math>t = 0^+</math> (i.e., end of fabrication) in each element of the mesh.]</i>	53
6	Intersection entre le milieu et le chemin de fissuration. <i>(Intersection between the random medium and the crack path.)</i>	54

7	Fissures générées par l'indentation d'un matériau fragile. <i>(Cracks generated by the indentation of a brittle material.)</i>	55
8	Probabilité de propagation en fonction de la longueur des fissures créées par micro-indentation avec quatre charges différentes (temps d'application de la charge : 15 s). <i>[Propagation probability vs. crack length in indentation tests with four different load levels (load duration : 15 s).]</i>	56
9	Démarche suivie pour la simulation de la propagation des fissures. <i>(Procedure used to propagate cracks by simulation.)</i>	57
10	Contraintes résiduelles dans l'assemblage après le cycle de refroidissement avec propagation de fissures. Zoom du maillage au voisinage de la pointe de l'une fissure. <i>(Residual stresses in the assembly at the end of the fabrication process when cracks have propagated. Detail of the mesh around a crack tip.)</i>	58
11	Probabilités de propagation le long des chemins de fissuration à la fin du refroidissement ( <i>i.e.</i> , $t = 0^+$ ). <i>[Propagation probability along different crack paths at the end of the fabrication process (<i>i.e.</i>, <math>t = 0^+</math>)].</i>	59
12	Probabilités de propagation à l'endurance ( <i>i.e.</i> , $t \rightarrow +\infty$ ) le long de chemins de fissuration. <i>[Propagation probability at endurance (<i>i.e.</i>, <math>t \rightarrow +\infty</math>) along different crack paths.]</i>	60



- 13 Propagation sous-critique de la fissure associée à la singularité  
n°5 en un temps inférieur à  $t$ .

*(Subcritical crack growth for the crack associated to singularity  
no. 5 for a time less than  $t$ .)*

61

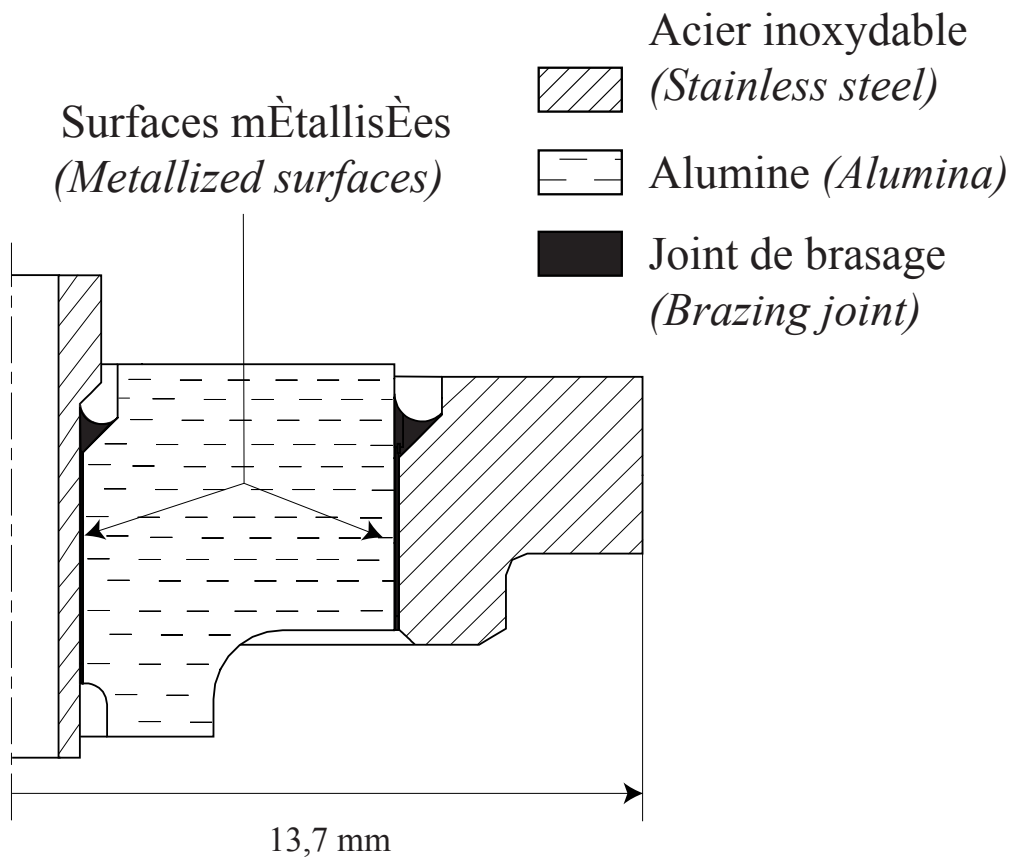
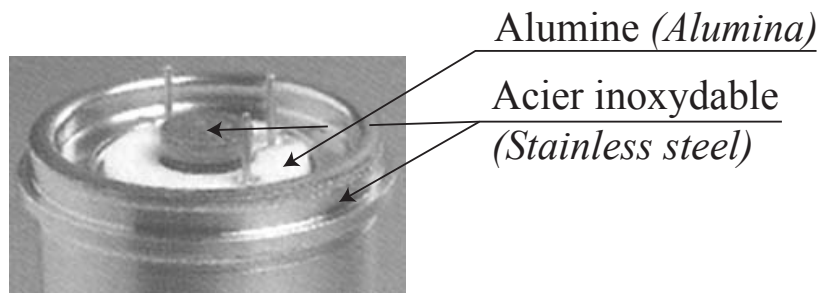


FIG. 1. Assemblage étudié. (*Studied assembly.*)

Charles et al.

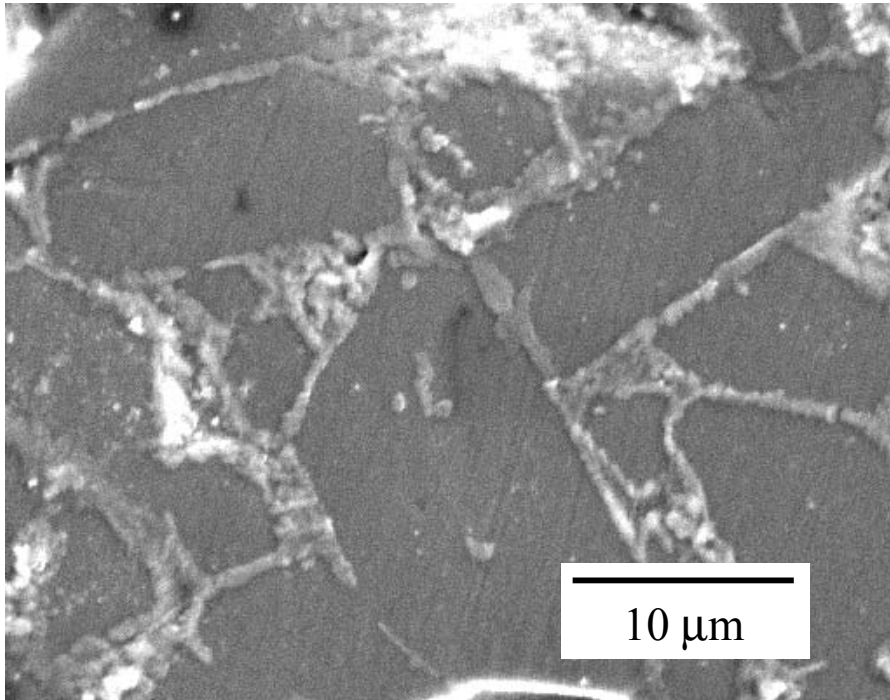


FIG. 2. Alumine utilisée avec une taille moyenne de grain  $1/\lambda$  de l'ordre de  $2 \mu\text{m}$ .  
On notera la phase intergranulaire vitreuse utile pour le procédé moly-manganèse.  
(*Alumina used in the study with an average grain size  $1/\lambda$  of the order of  $2 \mu\text{m}$ .  
One can note the glassy intergranular phase useful for the molybdenum-manganese process.*)

Charles et al.

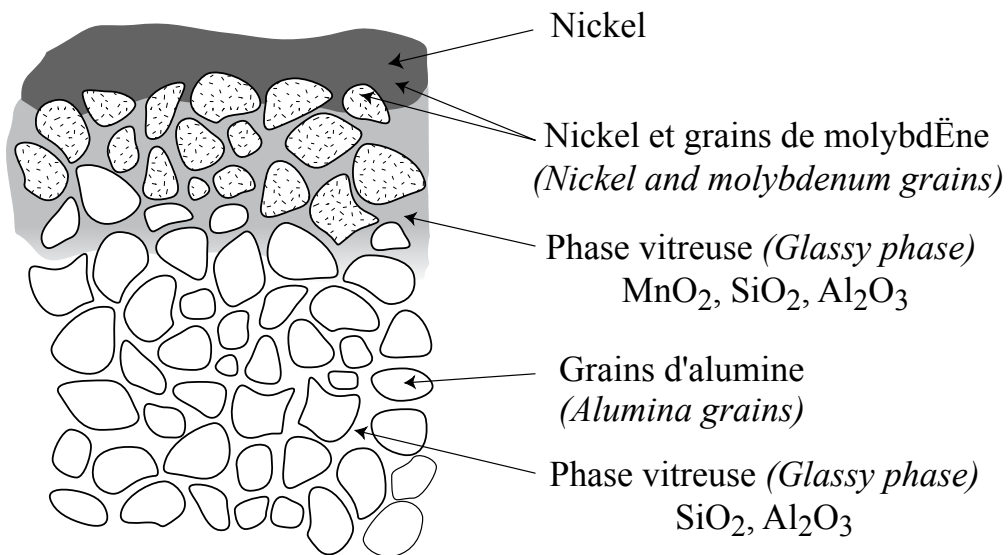


FIG. 3. Métallisation d'une alumine à l'aide du procédé moly-manganèse.  
*(Metallization of alumina with a molybdenum-manganese process.)*

Charles et al.

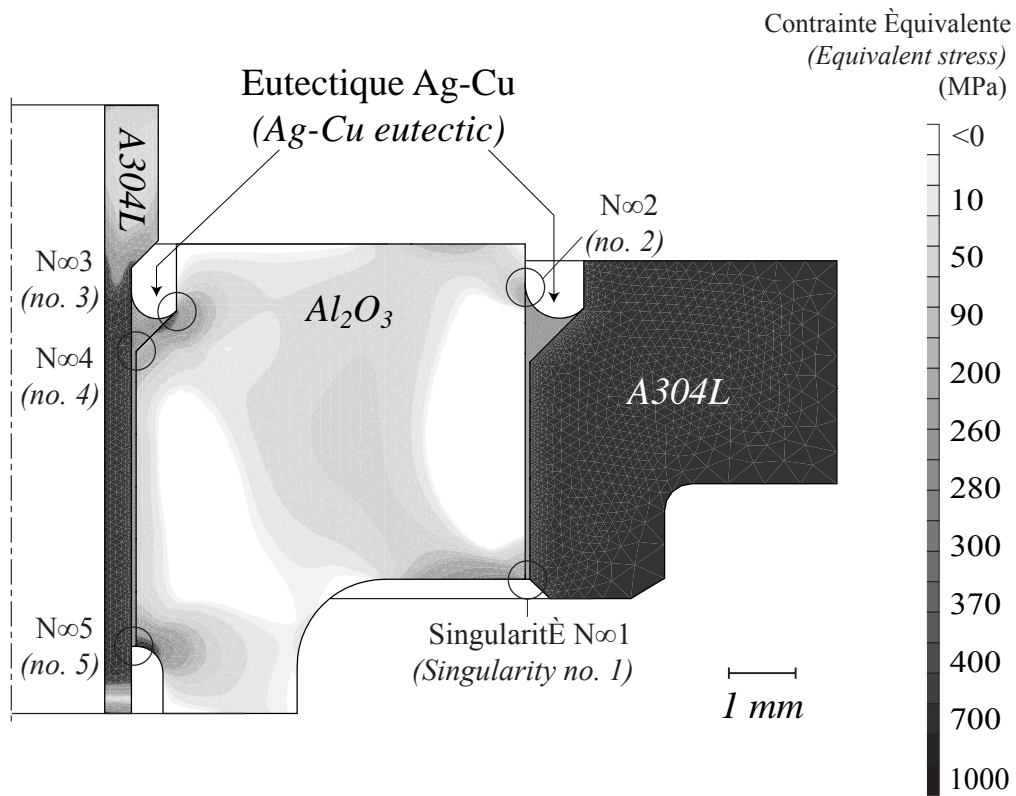


FIG. 4. Contraintes résiduelles dans l'assemblage après le cycle de refroidissement.  
*(Residual stresses in the assembly at the end of the fabrication process.)*

Charles et al.

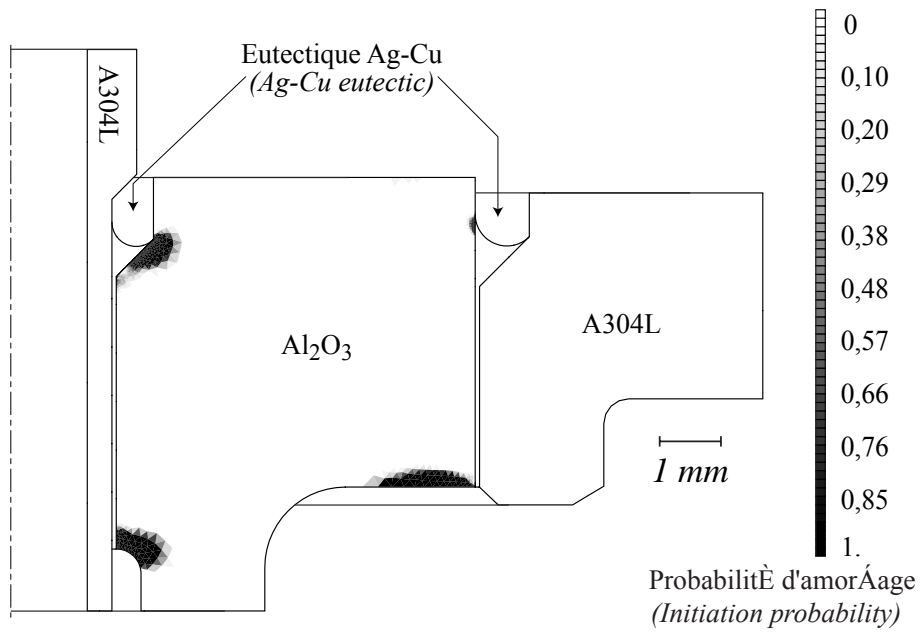


FIG. 5. Probabilité de rupture à  $t = 0^+$  (*i.e.*, fin de cycle de refroidissement) en chaque élément du maillage.

[Failure probability at  $t = 0^+$  (*i.e.*, end of fabrication) in each element of the mesh.]

Charles et al.

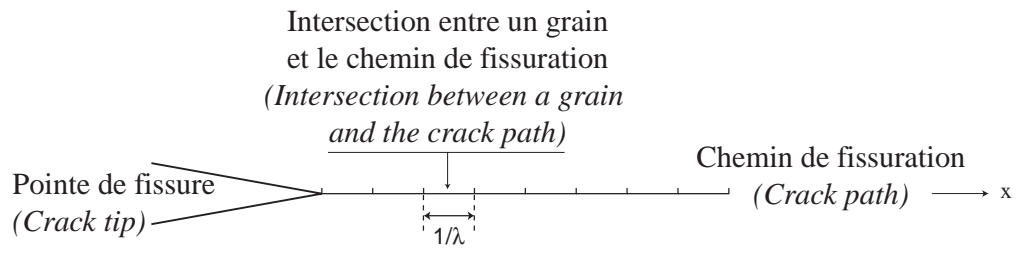


FIG. 6. Intersection entre le milieu et le chemin de fissuration.

*(Intersection between the random medium and the crack path.)*

Charles et al.

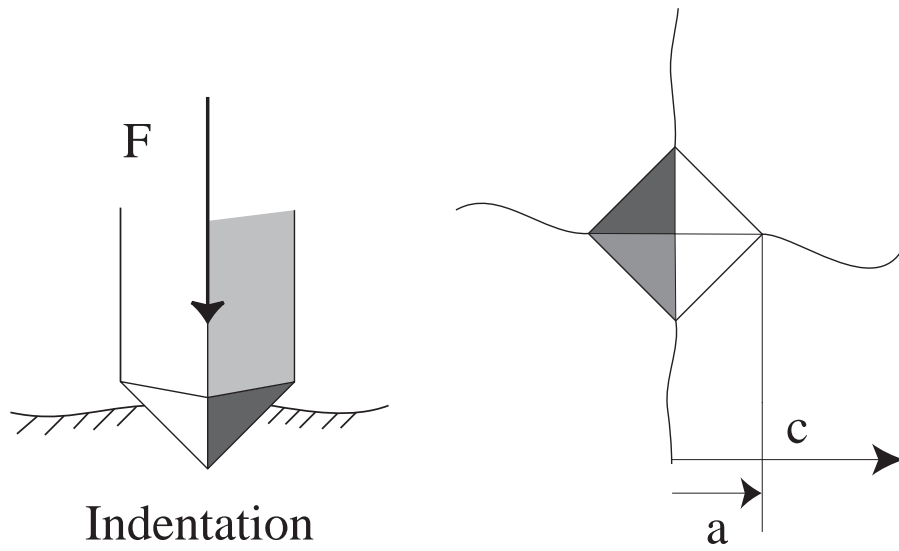


FIG. 7. Fissures générées par l'indentation d'un matériau fragile.  
(*Cracks generated by the indentation of a brittle material.*)

Charles et al.



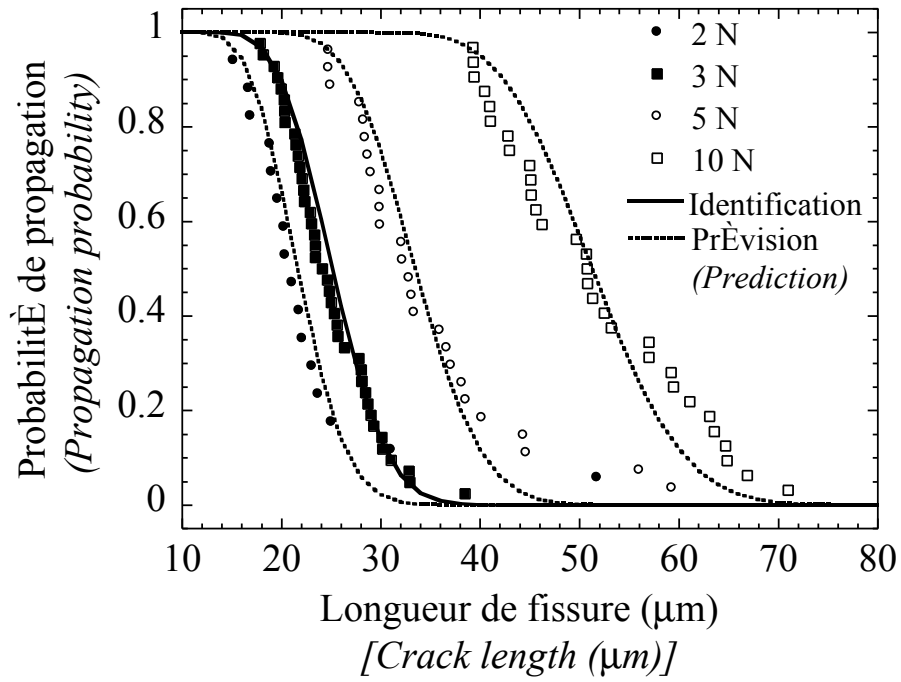


FIG. 8. Probabilité de propagation en fonction de la longueur des fissures créées par micro-indentation avec quatre charges différentes (temps d'application de la charge : 15 s).

*[Propagation probability vs. crack length in indentation tests with four different load levels (load duration : 15 s).]*

Charles et al.

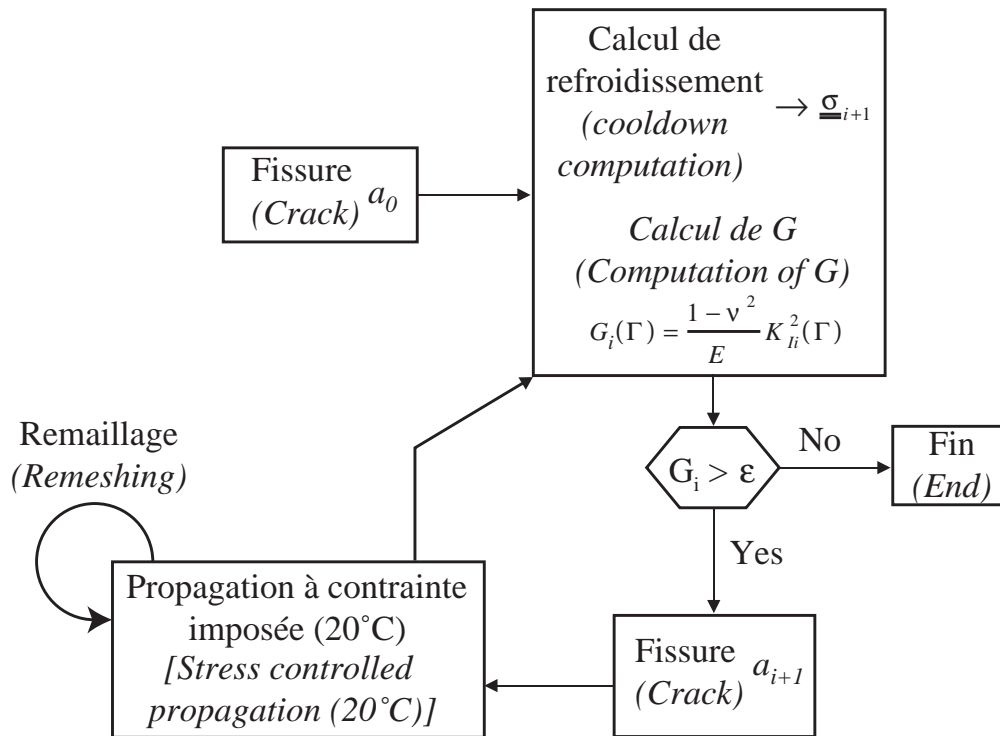


FIG. 9. Démarche suivie pour la simulation de la propagation des fissures.

(Procedure used to propagate cracks by simulation.)

Charles et al.

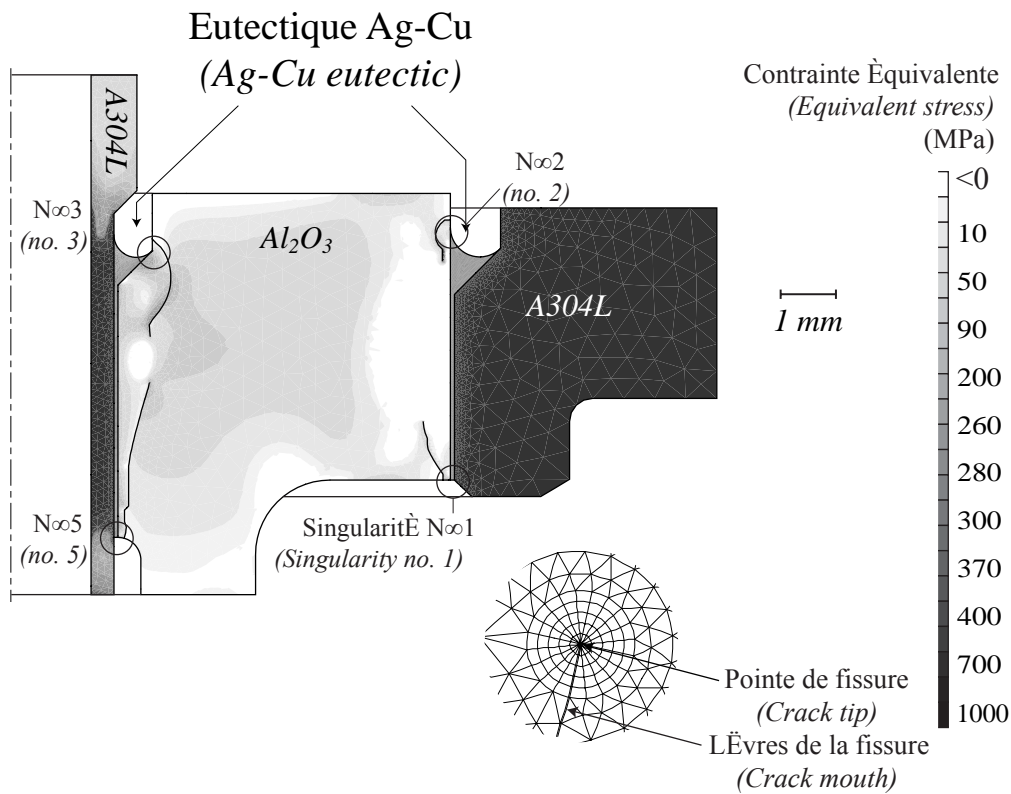


FIG. 10. Contraintes résiduelles dans l'assemblage après le cycle de refroidissement avec propagation de fissures. Zoom du maillage au voisinage de la pointe de l'une fissure.

*(Residual stresses in the assembly at the end of the fabrication process when cracks have propagated. Detail of the mesh around a crack tip.)*

Charles et al.

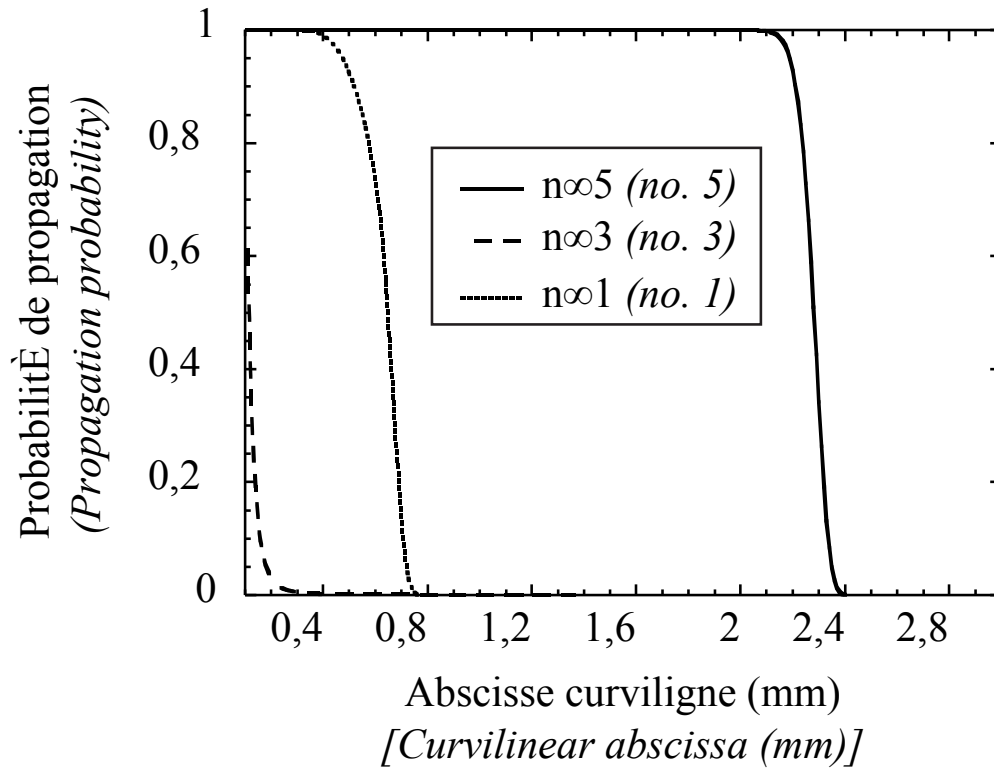


FIG. 11. Probabilités de propagation le long des chemins de fissuration à la fin du refroidissement (*i.e.*,  $t = 0^+$ ).

*[Propagation probability along different crack paths at the end of the fabrication process (*i.e.*,  $t = 0^+$ )].*

Charles et al.

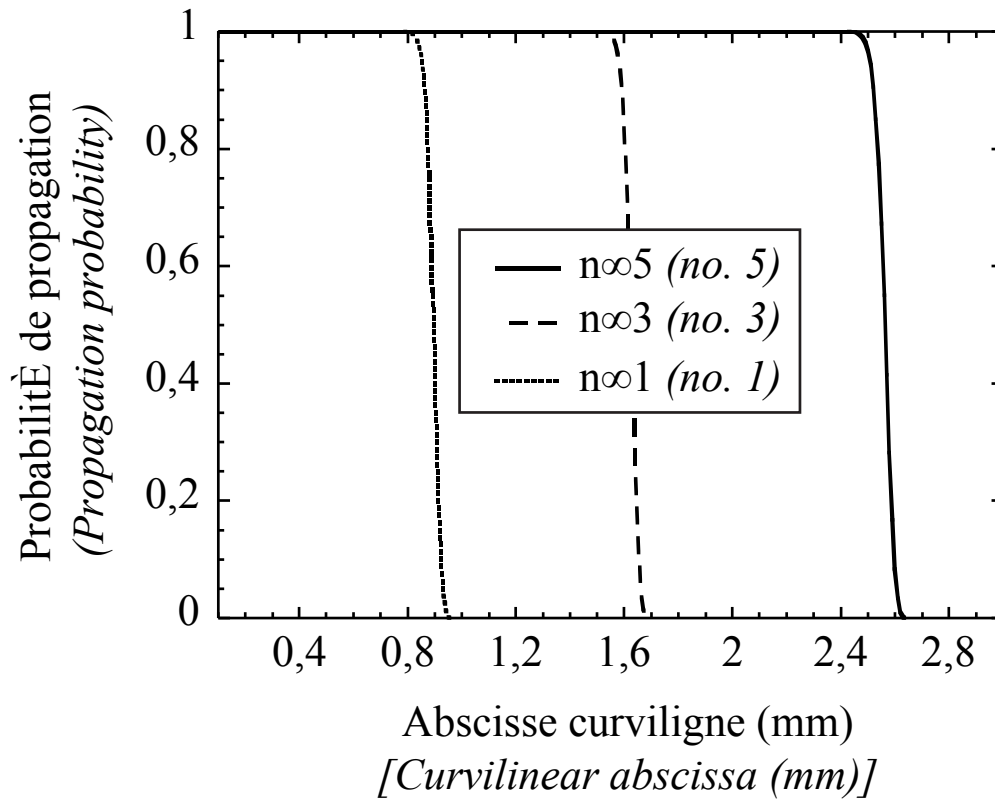


FIG. 12. Probabilités de propagation à l'endurance (*i.e.*,  $t \rightarrow +\infty$ ) le long de chemins de fissuration.

*[Propagation probability at endurance (*i.e.*,  $t \rightarrow +\infty$ ) along different crack paths.]*

Charles et al.

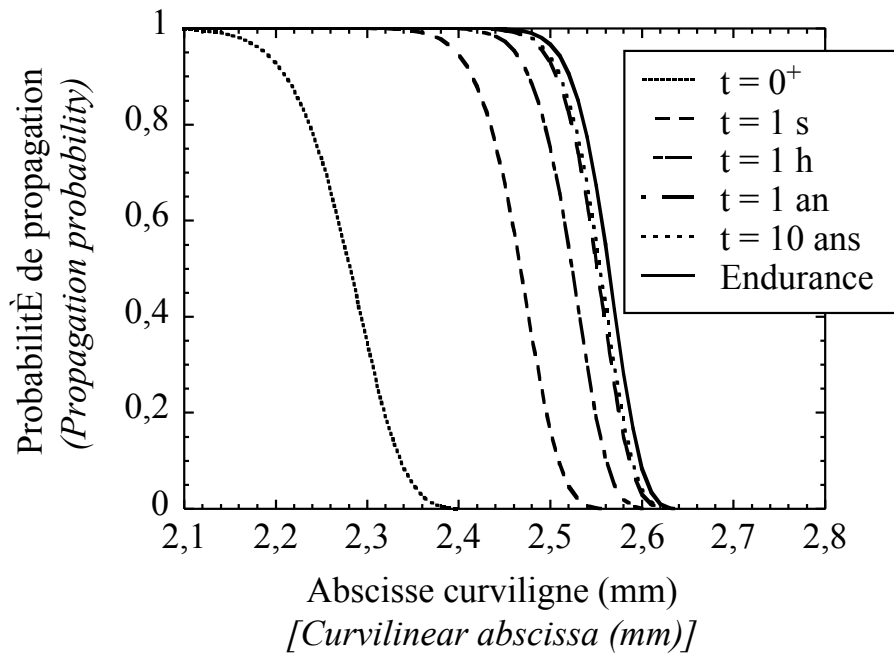


FIG. 13. Propagation sous-critique de la fissure associée à la singularité n°5 en un temps inférieur à  $t$ .

*(Subcritical crack growth for the crack associated to singularity no. 5 for a time less than  $t$ .)*

Charles et al.