



**HAL**  
open science

## Essai Disk-shaped Compact Tension pour l'analyse à rupture de comprimés pharmaceutiques

Jérémie Girardot, Jean-Benoit Kopp, Benjamin Croquelois, Pierre Tchoreloff, Stéphane Morel, Vincent Mazel

► **To cite this version:**

Jérémie Girardot, Jean-Benoit Kopp, Benjamin Croquelois, Pierre Tchoreloff, Stéphane Morel, et al.. Essai Disk-shaped Compact Tension pour l'analyse à rupture de comprimés pharmaceutiques. 25e Congrès Français de Mécanique, Aug 2022, Nantes, France. hal-04280143

**HAL Id: hal-04280143**

**<https://hal.science/hal-04280143>**

Submitted on 13 Nov 2023

**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.

# Essai *Disk-shaped Compact Tension* pour l'analyse à rupture de comprimés pharmaceutiques

J. GIRARDOT<sup>a</sup>, J.B. KOPP<sup>a</sup>, B. CROQUELOIS<sup>b</sup>, P. TCHORELOFF<sup>b</sup>, S. MOREL<sup>b</sup>, V. MAZEL<sup>bb</sup>

a. Arts et Métiers Sciences et Technologies, I2M Bordeaux, umr CNRS 5295, 33400 Talence, France

b. Univ. de Bordeaux, I2M Bordeaux, umr CNRS 5295, 33400 Talence, France

## Résumé :

*Le comprimé est la forme pharmaceutique la plus courante. Comme tout produit pharmaceutique, il doit répondre à un certain nombre d'exigences. Parmi celles-ci, la résistance mécanique joue un rôle important, et l'intégrité du comprimé doit être assurée depuis l'éjection de la presse jusqu'au patient. Pour estimer précisément l'énergie minimale de rupture nécessaire à l'initiation et à la propagation de la fissure dans ces matériaux, une géométrie d'essai appropriée est proposée dans ce travail : l'essai *Disk-shaped Compact Tension* (DCT) classiquement utilisé dans d'autres matériaux comme les bétons. A la suite des essais, il a été démontré que le concept de mécanique de la rupture élastique linéaire équivalente (eqLEFM) peut être appliqué avec succès au comportement de rupture en mode I. Dans ce cadre, la résistance à la propagation de fissure, communément appelée courbe de résistance (courbe R), du matériau étudié est obtenue et révèle le développement d'une Zone de Progrès (FPZ) précédant la propagation d'une fissure principale ce qui est symptomatique d'un comportement quasi-fragile. De plus, le chargement cyclique appliqué pendant l'essai de rupture révèle l'existence d'un second mécanisme dissipatif qui semble être principalement causé par des phénomènes de frottement au niveau de la FPZ.*

## Abstract :

*The tablet is the most common pharmaceutical form. Like any pharmaceutical product, it must meet a number of requirements. Among them, mechanical strength plays an important role, and the integrity of the tablet must be ensured from ejection from the press to the patient. To accurately estimate the minimum fracture energy required for crack initiation and propagation in these materials, a more appropriate test geometry is proposed in this work : the *Disk-shaped Compact Tension* (DCT) test which is classically used in other materials such as concrete. As a result of the tests, it has been demonstrated that the concept of equivalent Linear Elastic Fracture Mechanics (eqLEFM) can be successfully applied to a Mode I fracture behavior. In this framework, the resistance to crack propagation, commonly referred to as the resistance curve (curve R) of the studied material is obtained and reveals the development of a Fracture Process Zone (FPZ) preceding the propagation of a main crack which is symptomatic of a quasi-brittle behavior. Moreover, the cyclic loading applied during the failure test reveals the existence of a second dissipative mechanism which seems to be mainly caused by friction mechanisms inside the FPZ.*

## Mots clefs : DCT, comprimés pharmaceutiques, rupture quasi-fragile, taux de resituation, zone de progrès

### 1 Introduction

Les comprimés pharmaceutiques sont des formes courantes de systèmes d'administration de médicaments. Ils sont produits à l'aide d'un procédé de compactage et par rapport au compactage par filière utilisé dans d'autres domaines (par exemple, les céramiques ou les poudres métalliques), sa spécificité est l'utilisation de vitesses de presse relativement élevées. Le temps de compression de la poudre dans les presses rotatives utilisées dans l'industrie est de l'ordre de quelques dizaines de milliseconde [1].

Plusieurs types de défauts peuvent apparaître au cours de la fabrication de ces comprimés et parmi eux, des problèmes de fissuration sont souvent signalés où, dans certaines conditions, le comprimé se brise lors de son éjection de la matrice [2].

L'essai brésilien est une méthode courante depuis plusieurs décennies pour évaluer la résistance à la traction de matériaux hétérogènes et fragiles tels que les roches [3, 4], le béton [5], les céramiques [6, 7, 8] mais aussi les matériaux pharmaceutiques [9, 10, 11].

Cet essai mécanique présente de grands avantages par rapport à l'essai classique de flexion en ce qui concerne la mise en oeuvre expérimentale, en particulier pour les comprimés pharmaceutiques qui sont principalement cylindriques. Néanmoins, de fortes recommandations doivent être suivies dans la mise en place de cet essai pour éviter les effets de conditions limites de contact [12, 13] ou encore une rupture instable de l'échantillon [14]. Au final, ces limitations ne permettent pas d'obtenir une caractérisation quantitative du comportement à rupture.

Un comprimé pharmaceutique est un solide poreux et hétérogène. Des travaux récents ont proposé de relier ces défauts de porosité intrinsèques du matériau à l'évaluation de la résistance et un critère de Hiestand étendu a été proposé [15] qui donne comme perspective que le comportement des matériaux pharmaceutiques peut être mieux décrit comme un matériau quasi-fragile que comme un matériau fragile.

La théorie de la quasi-fragilité a été principalement utilisée pour les matériaux de type béton. Dans un matériau au comportement quasi-fragile, l'extrémité de la fissure principale provient de la progression d'une zone en amont appelé zone de progrès (FPZ) dans laquelle se produisent des mécanismes de dissipation tels que la microfissuration et le pontage de fissures [16, 17, 18, 19] ce qui interdit l'utilisation tel quel du formalisme de la mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM).

Le formalisme de la mécanique linéaire élastique de la rupture équivalente a ainsi été développé dans la littérature afin d'appliquer les outils de la LEFM aux comportements quasi-fragiles [20, 21, 22, 23]. Il est également connu que les mécanismes de dissipation d'énergie dus aux contacts internes et aux phénomènes de frottement qui ont lieu à l'intérieur de la FPZ doivent être pris en compte lors d'un chargement cyclique [17], afin d'éviter une surestimation du taux de libération d'énergie.

Nous proposons dans cet article d'utiliser le test Disk-shaped Compact Tension (DCT) en forme de disque. Ce test est bien connu comme étant un test de rupture naturellement auto-stabilisé [24]. Cet essai présente de nombreux avantages. Premièrement, grâce à un contrôle sur le déplacement machine via une mesure locale sur l'échantillon, il est possible de contrôler la propagation de la fissure et d'éviter ainsi toute instabilité. Deuxièmement, il peut être appliqué à la géométrie d'un comprimé pharmaceutique

(rond) qui est proche de la géométrie utilisée industriellement et qui peut être fabriquée en utilisant des conditions de compaction pertinentes. L'objectif de ce travail est donc de montrer, sur un matériau modèle, que l'essai DCT peut être appliqué à des comprimés pharmaceutiques et qu'il permet d'évaluer leur comportement à rupture.

## 2 Matériaux et méthodes

### 2.1 Fabrication de l'éprouvette

La poudre utilisée pour produire des comprimés dans cette étude est un phosphate de calcium anhydre (ACP) (Anhydrous Emcompress, JRS Pharma, Rosenberg, Allemagne). La taille moyenne des grains est d'environ 170  $\mu\text{m}$ . Tous les échantillons ont été obtenus en utilisant la même cinématique de compactage (temps de compactage total d'environ 100 ms). Une pression de 200 MPa a été choisie pour le produit sélectionné afin d'obtenir des comprimés suffisamment solides pour réaliser les tests de rupture. La hauteur de remplissage a été fixée de manière à obtenir des comprimés d'une épaisseur de 4.6 mm et d'un diamètre de 16 mm. A partir de ces échantillons cylindriques, deux trous pour l'insertion des goupilles et une entaille initiale ont été usinés. L'entaille a été réalisée au moyen d'une micro-scie à disque d'une largeur de 0.5 mm. Le diamètre des trous pour les goupilles de 2 mm et espacés de 5 mm ont été réalisés au moyen d'un forêt. La longueur de l'entaille initiale est prise de telle sorte que le rapport  $a_0/W$  soit égal à 0,35,  $a_0$  étant la longueur d'entaille initiale et  $W$  la longueur totale à fissurer.

### 2.2 Stabilisation de la propagation

La mise en oeuvre de ce test a nécessité le développement d'un dispositif expérimental illustré sur la figure 1. La partie supérieure de l'échantillon est reliée à une machine conventionnelle de traction-compression MTS d'une capacité de 50 kN grâce à un fil d'acier flexible de 3 mm de diamètre, permettant la rotation de l'échantillon qui reste dans sa position optimale pendant le chargement. La partie inférieure du dispositif est fixée au châssis de la machine pour éviter toute rotation indésirable pendant les phases de déchargement.

Pour mesurer la force, une cellule de force de 100 Newtons. Un système d'extensométrie numérique a été utilisé à partir de caméras (une de chaque côté de l'échantillon). En suivant le mouvement d'un mouchetis frais appliqué sur les deux côtés de l'échantillon, la valeur du déplacement mesurée par chaque extensomètre (à partir du logiciel Vic2D) est prise sur les deux petites zones d'intérêt (zone en rouge sur la figure 1) qui sont situées dans l'alignement des goupilles, de part et d'autre de l'entaille initiale et à proximité immédiate des goupilles. Ainsi, la moyenne de ces déplacements conduit à une estimation du déplacement de la charge appliquée à l'éprouvette relié au travail extérieur apporté à celle-ci.

Pour assurer une propagation stable de la fissure principale, pendant le chargement et le déchargement, l'éprouvette est sollicitée en tension (Mode I) en imposant une vitesse d'ouverture de fissure contrôlée via l'extensomètre numérique. Un contrôleur proportionnel,-intégral-dérivateur (PID) a été ajusté entre le déplacement de la machine (i.e. le déplacement de l'axe supérieur) et le déplacement mesuré optiquement.

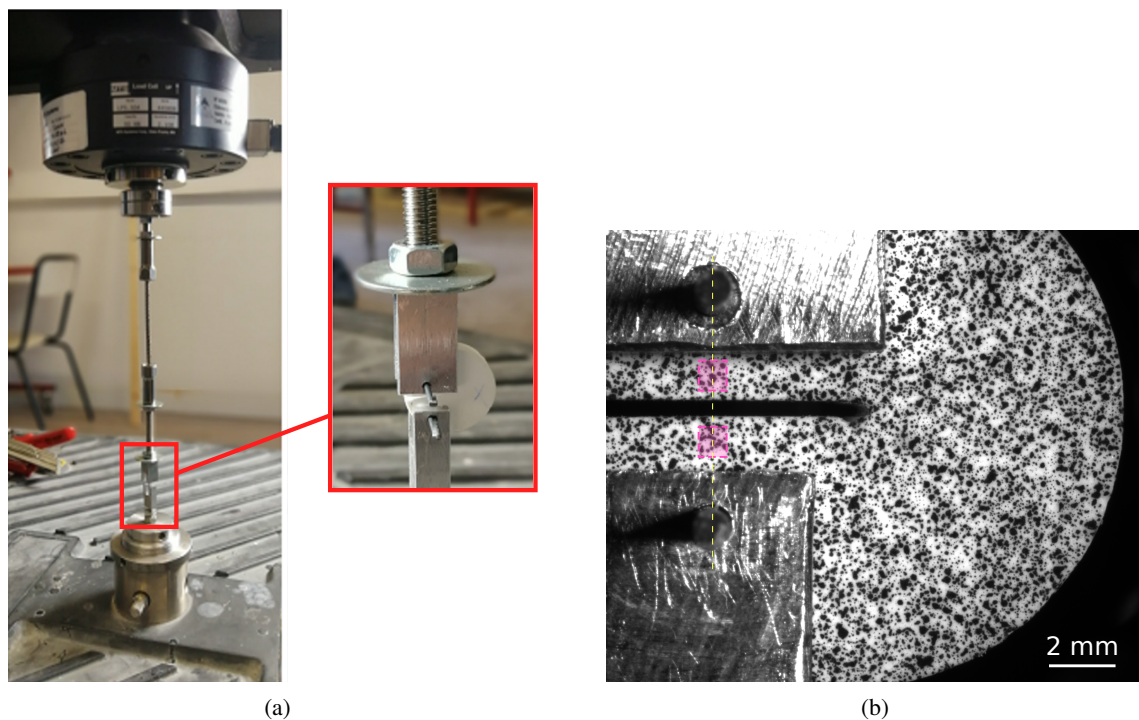


FIGURE 1 – Photographie du dispositif expérimental avec un échantillon sans mouchetis (a). Détail d'une face d'un échantillon avec mouchetis mise en position avant le démarrage de l'essai (b).

En effet, un essai DCT monotone a d'abord été effectué à partir d'une vitesse de déplacement constante de la traverse (sans contrôleur PID). Une rupture brutale se produit alors sur tous les échantillons testés juste après avoir atteint la force maximale. Lorsque le déplacement est piloté par l'ouverture de fissure, la propagation est stable et un signal force-déplacement caractéristique est tracé en rouge sur la figure 2.

La courbe présente une première partie linéaire correspondante au régime élastique du spécimen, puis un comportement non-linéaire jusqu'à atteindre l'effort maximal, suivi d'un régime post-pic dans lequel la force diminue progressivement. Ce comportement non linéaire qui se produit dans le régime pré-pic et qui se poursuit dans le régime post-pic, est symptomatique d'un comportement d'adoucissement dans une FPZ, comme prévu dans le cas d'un comportement quasi-fragile. Ainsi, le comportement du matériau ACP est typique d'un comportement quasi-fragile et prouve qu'il doit être analysé comme tel. Il confirme également que la force maximale obtenue lors d'un essai brésilien n'est clairement pas suffisante pour caractériser ce matériau.

Néanmoins, si l'essai de chargement monotone est suffisant pour analyser un comportement quasi-fragile du matériau, il ne permet pas de s'assurer que la propagation de la fissure principale n'implique seulement qu'une dissipation d'énergie élastique et qu'aucune autre énergie n'est dissipée par un autre moyen. Afin d'analyser ce dernier point, des essais à chargement cyclique sont nécessaires.

Un déplacement cyclique progressif a donc ensuite été appliqué. Les conditions aux limites sont restées les mêmes que pour l'essai monotone via le contrôle de l'ouverture de l'entaille. Le chargement a été divisé en 20 cycles et la réponse charge-déplacement est représentée en noir sur la figure 2. La courbe enveloppe du chargement cyclique est comparable à la réponse obtenue par le chargement monotone ce qui était attendu et permet de montrer que l'essai est correctement contrôlé et répétable.

L'élément supplémentaire important dans ces essais est la confirmation de la présence d'un déplacement

résiduel au cours de la propagation. En effet, chaque raideur élastique dans la phase de chargement a été représentée par une droite qui doit passer par l'origine si la FPZ n'implique que des mécanismes tels que la microfissuration et le pontage de fissures associés ou non à la propagation de la fissure principale, ce qui n'est pas le cas ici. Les données seront présentées plus bas dans l'article dans la section 3 mais il est clair que le déplacement résiduel augmente et l'ACP ne peut donc pas être considéré comme un matériau purement élastique endommageable.

En ce sens, l'énergie de rupture  $G_F \approx 6.17 \text{ J m}^{-2}$  estimée à partir de l'aire sous la courbe enveloppe rouge intègre à la fois l'énergie de rupture réelle du matériau ACP et l'énergie liée au mécanisme de microfrottement accompagnant les phénomènes de fracture. En conséquence, dans la suite de ce travail, seuls les essais cycliques seront considérés et une analyse spécifique est nécessaire pour dissocier l'énergie réelle de la rupture et l'énergie liée à d'autres mécanismes de dissipation, regroupés autour du terme *plasticité* et qui sera utilisé dans la suite de cet article.

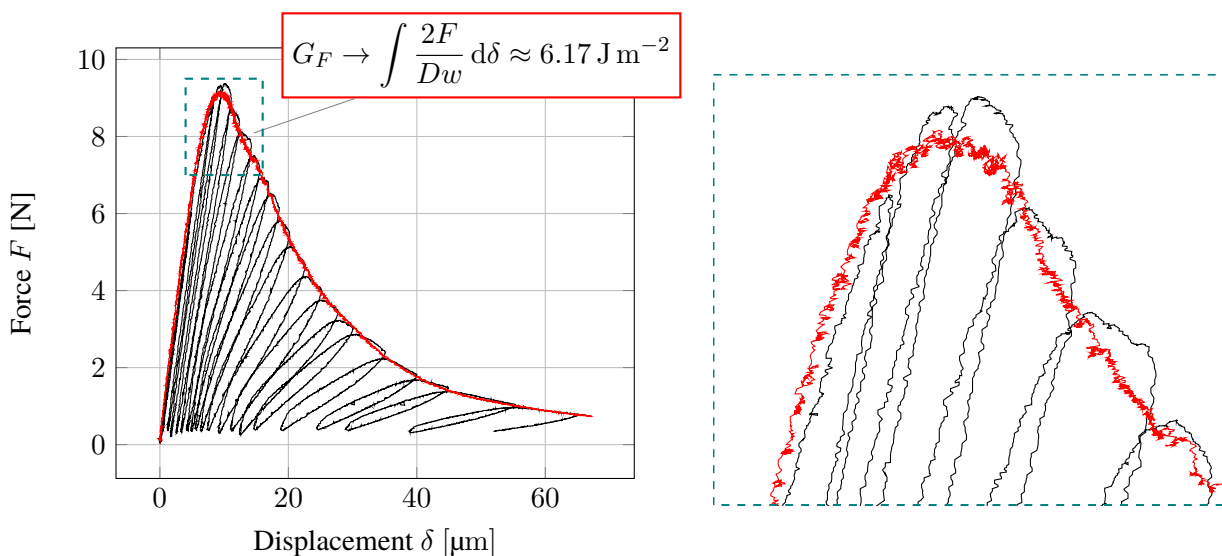


FIGURE 2 – Courbes force-déplacement obtenues à partir d'essais monotones et cyclés, avec un détail donné sur la zone du maximum d'effort où le travail du contrôleur PID peut être apprécié. Pour le calcul de  $G_F$ ,  $D$  et  $w$  sont respectivement le diamètre et l'épaisseur de l'éprouvette.

## 2.3 Procédure d'analyse

### 2.3.1 Raideurs et des déplacements résiduels

Une procédure graphique appliquée sur les courbes force-déplacement a été développée et est illustrée sur la figure 3. Il s'agit d'identifier la raideur élastique à la charge de chaque cycle ainsi que le déplacement résiduel de chaque cycle en mesurant l'intersection de la courbe rouge (celle de la raideur) avec l'axe des abscisses.

### 2.3.2 Energies

Afin de dissocier les énergies liées à la rupture et aux autres mécanismes dissipatifs à chaque cycle, la méthode suivante est proposée et également illustrée pour un couple de cycles consécutifs (cycle

numéro 15 et 16) sur la figure 3. La zone orange est utilisée pour évaluer la perte d'énergie élastique par endommagement. La zone bleue résiduelle est alors la différence entre l'aire totale pendant un cycle et la zone orange.

L'énergie dite 'élastique' est enfin estimée à partir de la surface représentée par la surface orange et l'énergie dite 'plastique' est estimée à partir de la surface bleue. L'énergie élastique sera utilisée pour estimer la résistance à la propagation de fissures du matériau ACP, également appelée courbe de résistance ou courbe R.

### 2.3.3 Increment de fissure équivalente

Afin de construire la courbe de résistance du matériau, le formalisme LEFM équivalent est utilisé. Dans le cas d'une rupture quasi-fragile, le développement de la FPZ en amont de la pointe fissure principale interdit l'utilisation directe de la LEFM à cause :

- des mécanismes d'endommagement non-linéaires au sein de la FPZ;
- de la difficulté d'estimer l'emplacement du front de fissure.

Néanmoins, l'adaptation de la LEFM appelée *équivalente* fournit une longueur de fissure élastique linéaire équivalente (appelée longueur de fissure LEFM équivalente) [21]. Une simulation numérique 3D de l'essai a été construite pour simuler une propagation de fissure dans les mêmes configurations expérimentales mais en supposant un comportement élastique purement linéaire. A chaque libération de noeud sur le chemin de fissure, une rigidité numérique  $K$  est évaluée de la même manière qu'expérimentalement en prenant le rapport entre la force nodale au niveau des broches et le déplacement pris au même endroit que les extensomètres numériques. La donnée entre la raideur courante et la raideur initiale  $\frac{K}{K_0}$  en fonction de l'incrément de longueur de fissure noté  $\Delta a$  est obtenue et tracée sur la figure 4. Cette donnée sera ainsi utilisée pour relier la rigidité expérimentale à chaque cycle à sa longueur de fissure LEFM équivalente via une interpolation linéaire.

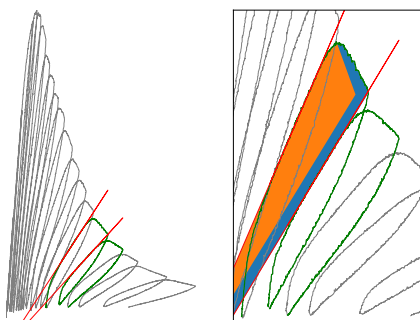


FIGURE 3 – Construction graphique utilisée sur le couple de cycles [15-16] pour évaluer les raideurs élastiques à la charge des cycles ainsi que pour dissocier les énergies 'élastiques' et 'plastiques' du cycle 15.

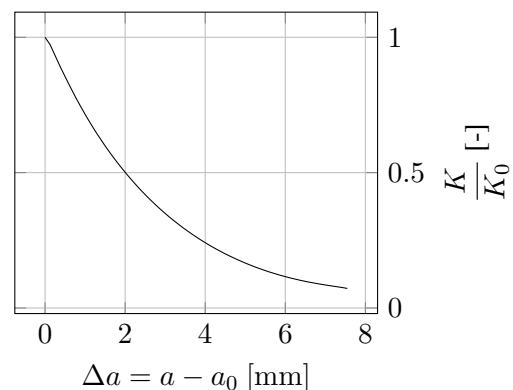


FIGURE 4 – Perte de raideur en fonction de l'incrément de longueur de fissure, simulée par éléments finis via l'ouverture des noeuds sur le chemin de fissure.

## 3 Résultats

En utilisant les procédures détaillées dans la section précédente, huit essais ont été réalisés et analysés. L'évolution de la raideur élastique pour chaque cycle, le déplacement résiduel cumulé ainsi que l'avancé

de la fissure sont représentés pour chaque cycles de chaque essais sur la figure 5.

Pour tous les essais, la raideur initiale présente une valeur autour de  $1.2 \text{ N } \mu\text{m}^{-1}$  avec un écart type de 15%. Sa diminution est bien observée et répétable sur les huit essais et atteint une valeur proche de 0 au cycle numéro 20. Dans le même temps, le déplacement résiduel cumulé augmente pour tous les échantillons testés, en partant de 0 et en atteignant des valeurs comprises entre 10 et  $40 \mu\text{m}$ . La grande différence sur les valeurs à la fin des cycles peut s'expliquer par la variabilité naturelle de la microstructure du matériau et aussi par la construction graphique de la raideur élastique qui peut induire aussi une variabilité concernant son intersection avec l'axe des x. Néanmoins, sur l'ensemble des huit essais, la tendance est claire et le déplacement résiduel augmente pendant la propagation de la fissure. Enfin, via les données de la figure 4, chaque cycle est donc relié à son incrément de longueur de fissure équivalente, qui croît bien au cours de l'essai.

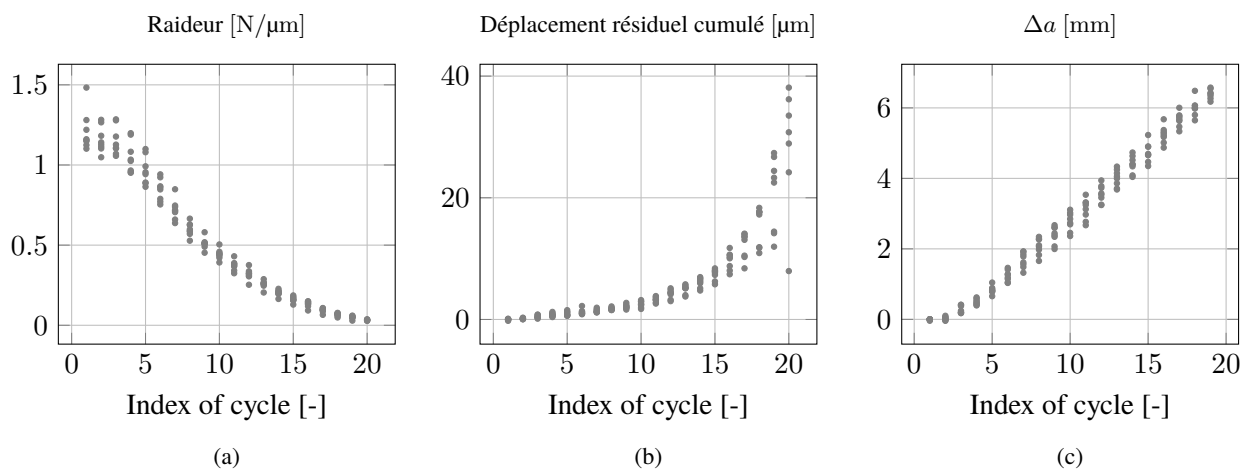


FIGURE 5 – Résultats des huit essais DCT pour (a) l'évaluation de la raideur élastique courante, (b) l'évolution du déplacement résiduel cumulé et (c) l'incrément de longueur de fissure au sens de la LEFM équivalente.

Grâce aux valeurs précédentes, la résistance à la propagation de fissure, noté  $G_R$  est tracée pour chaque essais en fonction de sa longueur de la fissure équivalente sur la figure 6-(a).  $G_R$  est obtenue en divisant l'énergie dite élastique" par l'incrément de longueur de la fissure équivalente et la largeur de l'échantillon (4.6 mm), c'est-à-dire l'incrément surface équivalente de la fissure. Une énergie équivalente dite "plastique", notée  $G_P$ , est également obtenue en divisant l'énergie correspondante par l'incrément équivalent de la surface de la fissure et tracée sur la figure 6-(b).

Les données de  $G_R$  montrent une tendance à l'augmentation jusqu'à atteindre une valeur constante, ce qui est une réponse typique observée dans le cas d'un comportement quasi-fragile. En se basant sur des travaux précédents [25, 26] une fonction spécifique a été ajustée par minimisation au sens des moindres carrées. Le résultat est tracé sur la figure 6 par la fonction en bleu et permet de donner des valeurs aux deux paramètres :  $\Delta a_c = 2 \text{ mm}$  et  $G_{Rc} = 4.68 \text{ J m}^{-2}$ .

La partie ascendante de la courbe R reflète le développement de la FPZ depuis l'entaille initiale jusqu'à atteindre une taille maximale à  $\Delta a = \Delta a_c$ . Ainsi, cet incrément de longueur de fissure critique correspond à ce que l'on appelle la longueur élastique linéaire équivalente de la FPZ. Pour des incréments de longueur de fissure tels que  $\Delta a > \Delta a_c$ , la résistance à la croissance de la fissure présente une valeur plateau  $G_{Rc}$  qui souligne une propagation de fissure autosimilaire. Ce régime correspond à la propa-



gation de la fissure principale avec sa FPZ critique et cette propagation a lieu de manière autosimilaire soulignant que la FPZ critique peut être considérée dans un état énergétique stable [21].

De plus, pour chaque essai, l'incrément de longueur de fissure équivalent correspondant à l'effort maximal au cours de tous les cycles, noté  $\Delta a_u$  a également été évalué avec les mêmes méthodes d'interpolation. Toutes les valeurs de  $\Delta a_u$  sont inférieures à l'incrément de longueur de fissure critique équivalent  $\Delta a_c$ , ce qui indique que la FPZ n'est pas encore complètement développée l'effort atteint son maximum dans le cas du matériau ACP, et que le régime auto-similaire n'est pas atteint.

Ainsi, l'essai DCT proposé dans ce travail peut être considéré comme valide dans la mesure où il permet le libre développement de la FPZ à partir de l'entaille initiale et une propagation autosimilaire.

Enfin, la valeur  $G_{Rc}$  de  $4.68 \text{ J m}^{-2}$  doit être comparée à l'énergie de rupture moyenne  $G_F$  de  $6.17 \text{ J m}^{-2}$  qui démontre clairement la contribution d'autres mécanismes dissipatifs pendant le processus de rupture pour l'ACP, quantifiés sur la figure 6-(b).

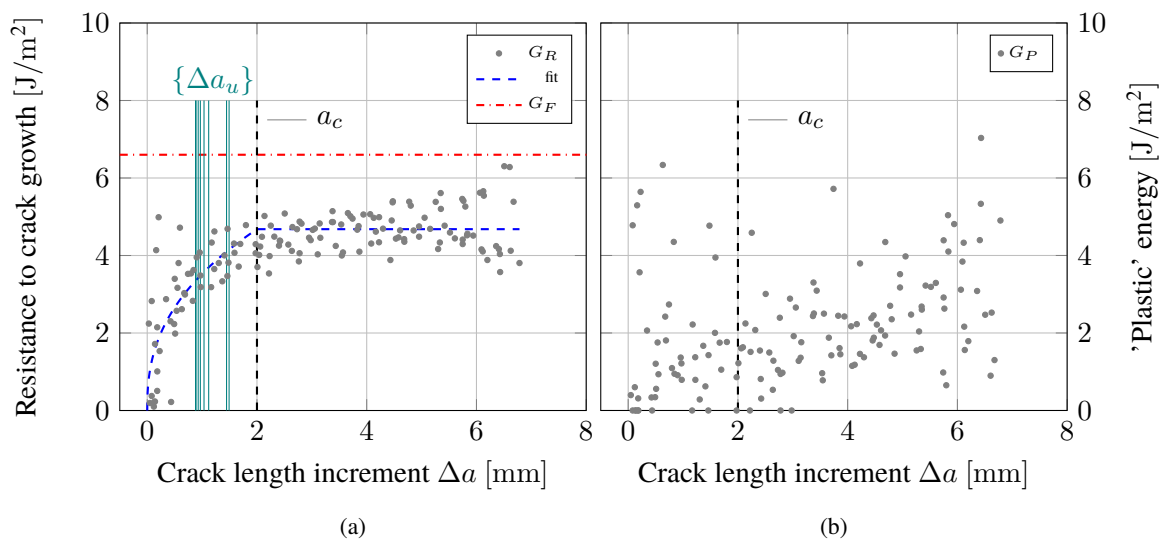


FIGURE 6 – Final R-curve for the ACP (a) and its corresponding 'plastic' energy curve (b).

## 4 Discussion & Conclusions

A la lumière de cette campagne expérimentale, le matériau phosphate de calcium anhydre qui a été étudié dans ce travail révèle un comportement quasi-fragile dans le sens où des mécanismes non linéaires se produisent à la pointe de la fissure à l'intérieur d'une FPZ. Ainsi, la valeur de force maximale dans le cadre d'un essai sur ce matériau ne peut pas être utilisée pour établir un critère de conception.

D'autres essais de rupture sur d'autres excipients provenant du domaine pharmaceutique sont actuellement en cours. Comme tous ces matériaux sont fabriqués par le même procédé de compactage de poudre, il est attendu qu'ils donnent également un comportement quasi-fragile et peuvent donc être analysés avec la méthodologie proposée composée de : - la stabilisation de l'essai par un contrôle en ouverture de fissure ; - le chargement cyclique afin de quantifier tous les autres mécanismes dissipatifs ; - le formalisme LEFM équivalent pour obtenir la courbe de résistance du matériau peut être obtenue.

La perspective finale de ce travail est de construire une loi cohésive contenant tous les mécanismes observés et quantifiés dans ces essais. L'implémentation est en cours en utilisant des développements très

récents basés sur la méthode des éléments discrets [27] qui permettra de simuler des cas d'application réels lors du processus de fabrication des comprimés pharmaceutiques comme l'étape finale et la plus critique à savoir l'éjection du comprimé après la compaction.

## Remerciements

Travaux réalisés avec le soutien de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) dans le cadre du projet ANR-17-CE08-0015 (projet CliCoPha) et de l'Equipex XYLOFOREST-ANR-10-EQPX-16 (Plateforme Xyloplate). Les auteurs remercient aussi Mr Bernard Solbes pour la mise en oeuvre du contrôleur PID de ces essais de rupture.

## Références

- [1] G. Alderborn, "Tablets and compaction," in *Pharmaceutics - The science of dosage form design*, vol. 2, Churchill Livingstone, London, 2001.
- [2] V. Mazel, H. Diarra, J. Malvestio, and P. Tchoreloff, "Lamination of biconvex tablets : Numerical and experimental study," *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 542, pp. 66–71, May 2018.
- [3] M. Thiercelin and J. C. Roegiers, "Fracture toughness determination with the modified ring test," in *Proceedings of the International Symposium on Engineering in Complex Rock Formations* (L. Chengxiang and Y. Ling, eds.), pp. 284–290, Pergamon, Jan. 1988.
- [4] L. Tutluoglu and C. Keles, "Effects of geometric factors on mode I fracture toughness for modified ring tests," *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, vol. 51, pp. 149–161, Apr. 2012.
- [5] M. P. Wagoner, W. G. Buttlar, and G. H. Paulino, "Disk-shaped compact tension test for asphalt concrete fracture," *Experimental Mechanics*, vol. 45, pp. 270–277, June 2005.
- [6] M. P. Wagoner, W. G. Buttlar, and G. H. Paulino, "Disk-shaped compact tension test for asphalt concrete fracture," vol. 45, pp. 270–277, June 2005.
- [7] C. J. Gilbert, J. J. Cao, L. C. Jonghe, and R. O. Ritchie, "Crack-growth resistance-curve behavior in silicon carbide : Small versus long cracks," vol. 80, pp. 2253–2261, Jan. 2005.
- [8] H. Kim, M. P. Wagoner, and W. G. Buttlar, "Numerical fracture analysis on the specimen size dependency of asphalt concrete using a cohesive softening model," vol. 23, pp. 2112–2120, May 2009.
- [9] J. T. Fell and J. M. Newton, "Determination of tablet strength by the diametral-compression test," *Journal of Pharmaceutical Sciences*, vol. 59, pp. 688–691, May 1970.
- [10] V. Mazel, S. Guerard, B. Croquelois, J. Kopp, J. Girardot, H. Diarra, V. Busignies, and P. Tchoreloff, "Reevaluation of the diametral compression test for tablets using the flattened disc geometry," *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 513, pp. 669–677, Nov. 2016.
- [11] I. C. Sinka, K. G. Pitt, and A. C. F. Cocks, "Chapter 22 The strength of pharmaceutical tablets," in *Handbook of Powder Technology* (A. D. Salman, M. Ghadiri, and M. J. Hounslow, eds.), vol. 12 of *Particle Breakage*, pp. 941–970, Elsevier Science B.V., Jan. 2007.
- [12] G. E. Andreev, "A review of the Brazilian test for rock tensile strength determination. Part I : calculation formula," *Mining Science and Technology*, vol. 13, pp. 445–456, Dec. 1991.

- [13] D. Li and L. N. Y. Wong, “The Brazilian Disc Test for Rock Mechanics Applications : Review and New Insights,” *Rock Mechanics and Rock Engineering*, vol. 46, pp. 269–287, Mar. 2013.
- [14] B. Croquelois, J. B. Kopp, J. Girardot, P. Tchoreloff, and V. Mazel, “Dynamic fracture analysis in brazilian test : application to pharmaceutical tablets,” *International Journal of Fracture*, May 2021.
- [15] B. Croquelois, J. Girardot, J. B. Kopp, P. Tchoreloff, and V. Mazel, “Quantification of tablet sensitivity to a stress concentration : Generalization of Hiestand’s approach and link with the micro-structure,” *Powder Technology*, vol. 369, pp. 176–183, June 2020.
- [16] E. N. Landis, E. N. Nagy, and D. T. Keane, “Microstructure and fracture in three dimensions,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 70, pp. 911–925, May 2003.
- [17] Z. P. Bažant, “Analysis of work-of-fracture method for measuring fracture energy of concrete,” *Journal of Engineering Mechanics*, vol. 122, pp. 138–144, Feb. 1996.
- [18] J. F. Labuz, S. Cattaneo, and L.-H. Chen, “Acoustic emission at failure in quasi-brittle materials,” *Construction and Building Materials*, vol. 15, pp. 225–233, July 2001.
- [19] Z. P. Baant, “Concrete fracture models : testing and practice,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 69, pp. 165–205, Jan. 2002.
- [20] S. Morel, E. Bouchaud, J. Schmittbuhl, and G. Valentin, “R-curve behavior and roughness development of fracture surfaces,” *International Journal of Fracture*, vol. 114, pp. 307–325, Apr. 2002.
- [21] S. Morel, C. Lespine, J. L. Coureau, J. Planas, and N. Dourado, “Bilinear softening parameters and equivalent LEFM R-curve in quasibrittle failure,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 47, pp. 837–850, Mar. 2010.
- [22] T. Fett, D. Munz, R. D. Geraghty, and K. W. White, “Influence of specimen geometry and relative crack size on the R-curve,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 66, pp. 375–386, July 2000.
- [23] L. E. T. Ferreira, T. N. Bittencourt, J. L. A. O. Sousa, and R. Gettu, “R-curve behavior in notched beam tests of rocks,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 69, pp. 1845–1852, Nov. 2002.
- [24] T. Anderson, *Fracture Mechanics*. CRC Press, Mar. 2017.
- [25] S. Morel, N. Dourado, and G. Valentin, “Wood : a quasibrittle material R-curve behavior and peak load evaluation,” *International Journal of Fracture*, vol. 131, pp. 385–400, Feb. 2005.
- [26] J.-L. Coureau, S. Morel, and N. Dourado, “Cohesive zone model and quasibrittle failure of wood : A new light on the adapted specimen geometries for fracture tests,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 109, pp. 328–340, 2013.
- [27] M. Sage, J. Girardot, J.-B. Kopp, and S. Morel, “A damaging beam-lattice model for quasi-brittle fracture,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 239-240, p. 111404, Mar. 2022.