



**HAL**  
open science

## Fracture Stress in Compression of TiB<sub>2</sub>: Strain Rate Sensibility and Modeling

M. Lamaison, J. Faire, A. Cosculluela, Francis Collombet

► **To cite this version:**

M. Lamaison, J. Faire, A. Cosculluela, Francis Collombet. Fracture Stress in Compression of TiB<sub>2</sub>: Strain Rate Sensibility and Modeling. *Journal de Physique IV Proceedings*, 1997, 07 (C3), pp.C3-999-C3-1004. 10.1051/jp4:19973168 . jpa-00255458

**HAL Id: jpa-00255458**

**<https://hal.science/jpa-00255458>**

Submitted on 4 Feb 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.

## Fracture Stress in Compression of $TiB_2$ : Strain Rate Sensibility and Modeling

M. Lamaison, J. Farre, A. Cosculluela\* and F. Collombet\*\*

Commissariat à l'Énergie Atomique, Centre de Valduc, B.P. 14, 21120 Is-sur-Tille, France

\* Commissariat à l'Énergie Atomique, Centre du Ripault, B.P. 16, 37260 Monts, France

\*\* LAMEF/ENSAM, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence, France

**Abstract :** The aim of this study consists in developing a simple model which could evaluate the fracture stress, in uniaxial compressive loadings, of brittle materials, like ceramics. We first prove that fracture stress of a polycrystalline  $TiB_2$  is independent of strain rate. Then, we present a modeling of this stress based on fracture mechanics principles and which parameters are the toughness, the porosity rate, the pores size and their shape, i.e. material intrinsic values.

**Résumé :** Le but de cette étude est de développer un modèle simple capable d'évaluer la contrainte à rupture en compression uniaxiale d'un matériau fragile, telle une céramique. Nous allons montrer dans un premier temps que la contrainte à rupture d'un  $TiB_2$  polycristallin ne dépend pas de la vitesse de déformation. Ensuite, nous présentons une modélisation de cette contrainte basée sur des principes de mécanique de la rupture et dont les paramètres sont la ténacité du matériau, le taux de porosité, la taille des pores et leur forme, i.e. des grandeurs intrinsèques au matériau.

Les céramiques sont des matériaux fragiles. Leur rupture est due essentiellement à la propagation de fissures dans le matériau créées sur certains défauts. La mécanique linéaire de la rupture, qui décrit ce type de comportement, ne fait, en principe, pas intervenir de phénomènes liés à la vitesse de déformation au sein du matériau.

Nous allons chercher à montrer que la rupture en compression uniaxiale (moyen simple à mettre en oeuvre) d'un  $TiB_2$  sans phase amorphe (celle-ci pourrait influencer les résultats) est insensible à la vitesse de déformation. Ensuite nous présenterons un modèle exprimant cette contrainte en fonction de paramètres pertinents et intrinsèques au matériau.

### 1. MATERIAU D'ETUDE - PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX

Le  $TiB_2$  étudié a été obtenu par frittage ( $T = 1700\text{ }^\circ\text{C}$  et  $P = 200\text{ MPa}$  pendant 1h). L'observation du matériau par diffraction de rayons X révèle la seule présence de la phase cristalline du diborure de titane. En ce qui concerne la détermination des paramètres intrinsèques plusieurs études ont été menées: à partir d'observations microscopiques sous lumière polarisée, nous notons une taille de grains d'environ  $5\text{ }\mu\text{m}$  (rappelons que la taille de grains a une influence directe sur la ténacité[1] et que les valeurs de la ténacité d'un  $TiB_2$  trouvées dans la littérature sont de  $5,0 \pm 0,8\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [2]); par tomodynamétrie nous montrons qu'il existe une répartition homogène de la porosité dans la quasi totalité de la pièce; à partir d'observations au



Figure 1. - Porosité du  $TiB_2$  -  $10\text{ }\mu\text{m}$

microscope optique (figure 1) couplées à des techniques d'analyse d'images (zone d'observations :  $10 \times 7500 \mu m^2$ ), nous notons un taux de porosité de 6 %, une taille de pores oscillant entre  $0,5 \mu m$  et  $2 \mu m$ , un facteur de forme  $f$  des plus gros pores de 2,1 ( $f = \frac{P^2}{4\pi S}$  où  $P$  est le périmètre et  $S$  la surface du pore; ce qui équivaut pour une allure elliptique à un rapport des axes  $a/b = 4,7$ ; valeur importante qui correspond à plusieurs pores en contact).

Cependant à partir de la densité mesurée ( $4,38 \text{ g/cm}^3$ ) et de la densité théorique ( $4,54 \text{ g/cm}^3$ ) nous déduisons un taux de porosité de 4 %.

## 2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

L'étude expérimentale de la sensibilité de la contrainte à rupture en fonction de la vitesse de déformation est réalisée à partir d'essais de compression sous sollicitations quasi statiques ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), sur une machine électromécanique INSTRON 100 kN, et dynamiques, sur un dispositif à barres de Hopkinson ( $5.10^2 \text{ s}^{-1}$ ).

Afin de minimiser les concentrations de contraintes locales, d'obtenir une répartition homogène des déformations et des contraintes au sein de l'éprouvette et un état de contraintes maximales dans la zone utile nous avons utilisé des éprouvettes de type diablo [3,4,5,6,7]

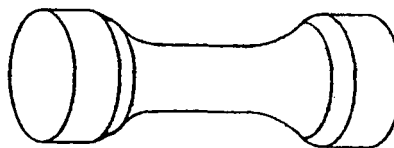


Figure 2 - Epreuve diablo  $\Phi:3\text{mm}$ ,  $h:5\text{mm}$

Lors d'essais dynamiques sur barres de Hopkinson des effets d'inertie créent un champ de contraintes triaxiales. Nous avons vérifié par la simulation (code de calcul PLEXUS) que pour les vitesses étudiées le rapport contrainte axiale sur contrainte radiale est supérieur à 100, ce qui nous assure un état de contrainte de compression uniaxiale [4]. De plus des pastilles en carbure de tungstène ont été intercalées entre l'échantillon et les barres pour ne pas poinçonner ces dernières. Pour ces mêmes essais dynamiques nous nous sommes assurés qu'à rupture l'équilibre des forces est atteint. La vitesse de déformation est calculée à partir de jauges de déformation placées sur l'échantillon (sur 7 échantillons).

Nous avons réalisé 7 essais sous sollicitations quasi statiques et 18 essais sous sollicitations dynamiques et avons relevé les valeurs de la contrainte à rupture. Pour tenir compte de la dispersion des résultats nous avons introduit une statistique de Weibull à deux paramètres. La probabilité  $Pr$  pour qu'une éprouvette de volume  $V$  rompe au dessus de la contrainte  $\sigma_r$  est :  $Pr = 1 - \exp[-V \cdot (\frac{\sigma_r}{\sigma_u})^m]$ .  $m$ , appelé « module de Weibull », traduit la dispersion, alors que  $\sigma_u$  est un facteur de normalisation. Pour notre étude, comme toutes les éprouvettes ont un volume identique nous poserons :

$$Pr = 1 - \exp[-(\frac{\sigma_r}{\sigma_u})^m]$$

et définirons la valeur de la contrainte du pic de la densité de probabilité comme valeur de comparaison :

$$\sigma_{pic} = \sigma_u \cdot (\frac{m-1}{m})^{\frac{1}{m}}$$

Nous donnerons ces valeurs et leurs intervalles de confiance à 50 %. Cet intervalle est une généralisation de la notion d'incertitude. L'intervalle de confiance à 50 % pour un paramètre inconnu  $\beta$  peut être défini comme l'ensemble des valeurs  $\gamma$  qui conduiraient à l'acceptation de l'hypothèse  $H_0 : \beta = \gamma$ . Lorsque pour l'estimation d'une valeur on donne sa moyenne à plus ou moins l'écart type, on donne en fait un intervalle de confiance d'environ 70 % (la valeur exacte dépend du nombre d'échantillons).

### 3. RESULTATS

Les valeurs de contraintes à rupture (en GPa) sont consignées dans le tableau 1 :

Tableau 1: Contraintes à rupture du  $TiB_2$  - en GPa

$10^{-3}s^{-1}$	4,4	5,7	3,4	4,7	-	3,8	4,1
$5.10^2s^{-1}$ avec jauges	2,6	4,3	3,7	4,7	2,8	4,6	5,3
$5.10^2s^{-1}$ sans jauges	4,1	4,1	2,5	5,3	4,7	2,9	5,3
	4,1	2,8	5,0	5,4			

Nous vérifions d'abord que les jauges de déformation n'influencent pas sur le comportement à rupture :

$$- \sigma_{pic}(\text{avec jauges}) = 4,0 [3,7;4,3] \text{ GPa. (m} = 4,6)$$

$$- \sigma_{pic}(\text{sans jauges}) = 4,3 [4,0;4,6] \text{ GPa. (m} = 4,7)$$

Le tableau 2 compare les valeurs inhérentes à la statistique de Weibull pour les deux vitesses de déformation :

Tableau 2 : Statistiques de Weibull pour les deux vitesses de déformation

Vitesse de déformation	$10^{-3}s^{-1}$	$5.10^2s^{-1}$
m	5,0 [3,8-6,2]	4,9 [4,25-5,45]
$\sigma_u$ (GPa)	4,5 [4,3-4,8]	4,45 [4,3-4,6]
$\sigma_{pic}$ (GPa)	4,3 [4,0-4,7]	4,25 [4,0-4,4]

Des tests de non-rejet (test de Mann et de Kolmogorov) des lois de Weibull à deux paramètres ont été menés : les lois ne sont pas rejetables (la probabilité de rejet à tort est supérieure à 80%).

D'après les résultats obtenus il n'existerait aucune sensibilité de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture en compression uniaxiale du diborure de titane étudié.

Nous obtenons en outre une valeur de maximum de probabilité de rupture de  $\sigma_{pic} = 4,3$  GPa.

### 4. MODELISATION DE LA CONTRAINTE A RUPTURE DU $TiB_2$

Afin de définir un matériau aux propriétés mécaniques optimisées pour une application visée nous cherchons à établir des relations entre son comportement mécanique et sa microstructure. En fait, il est bien connu que ce sont les défauts présents dans un matériau fragile qui sont responsables de sa rupture. Aussi le paramètre qui nous paraît le plus pertinent est la présence de fissures ou de pores. Cependant on sait que la taille de grain influence aussi la rupture[1]. Nous cherchons donc un modèle simple basé sur la mécanique linéaire élastique de la rupture qui intégrerait ces deux paramètres. Il existe des modèles empiriques (Knudsen par exemple [8]) qui relient la contrainte à rupture d'un matériau à la porosité et à la taille de grains. De tels modèles ne nous semblent pas judicieux parce que, empiriques, ils sont basés sur la détermination de paramètres sans signification physique à partir d'un panel de matériaux testés important et parce qu'ils n'intègrent pas le facteur "taille de pores". En effet, deux matériaux à matrices identiques et à taux de porosité identiques peuvent avoir des contraintes à rupture différentes si la taille de leurs pores est différente, ce qui paraît intuitif puisque ceux-ci constituent les défauts critiques qui régissent la rupture.

Ainsi, nous présentons un modèle simple qui intègre la taille de grains (via la ténacité), le taux de porosité, la taille des plus gros pores (défauts critiques) et leurs formes. En effet, un pore elliptique est plus néfaste, de par les concentrations de contraintes qui existent en fond de fissures, qu'un pore circulaire. Un tel modèle présente en outre l'avantage de ne déterminer aucun paramètre à partir d'essais mécaniques; tous les paramètres sont déterminés par l'étude micrographique du matériau.

4.1 Modéle

Les matériaux fragiles sollicités en compression uniaxiale sont le siège de processus de microfissuration. L'apparition et la propagation des fissures se font parallèlement à l'axe de compression la plus importante (figure 3).

Nous allons présenter deux modèles[9] de croissances de fissures axiales issues de pores cylindriques (en 2-D) et de pores sphériques (en 3-D). Ces modèles sont simples et utilisent des résultats analytiques de mécanique linéaire de la rupture et de la théorie des poutres (pour le cas des interactions de fissures).

SAMMIS et ASHBY[9] relient la contrainte appliquée au matériau de ténacité  $K_{Ic}$  à l'avancée de fissure  $l$ , issue d'un pore de rayon  $c$  appartenant à un réseau de pores identiques (figure 3) uniformément répartis (créant un taux de porosité  $f_a$ ) à partir du moment où la fissure est stable. On pose  $L = \frac{l}{c}$ .

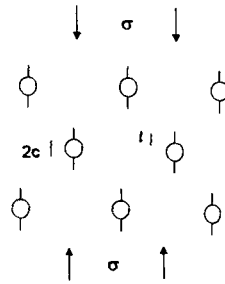


Figure 3 - Représentation de la porosité

Modéle 2D :

$$\sigma = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\pi c}} \cdot \frac{1}{\frac{1.1 \cdot \sqrt{L}}{(1+L)^{3.3}} + \frac{\sqrt{2}}{\pi} \cdot f_a^{\frac{1}{2}} \cdot (1+L)^{\frac{1}{2}}}$$

Modéle 3D :

$$\sigma = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\pi c}} \cdot \frac{1}{\frac{0.62 \cdot \sqrt{L}}{(1+L)^{4.1}} + \frac{\sqrt{2}}{\pi} \cdot f_a^{\frac{1}{2}} \cdot (1+L)^{\frac{1}{2}}}$$

En fait les fissures croissent de manière instable jusqu'à ce que  $\sigma_c$ ,  $K_{Ic}$  et  $L$  soient reliés par les relations sus citées. Alors que le minimum de la fonction  $\sigma(L)$  représente le début de l'endommagement, le maximum donne la contrainte maximale admissible par le matériau, c'est à dire sa contrainte à rupture. A partir du calcul de ce maximum le modèle de SAMMIS et ASHBY nous fournit la contrainte à rupture.

Cependant le modèle de pores circulaires n'est pas très adéquat pour le  $TiB_2$  étudié (figure 4), les plus gros pores ayant des formes plutôt elliptiques ( $a/b = 4,7$ ). Ainsi nous introduisons un facteur supplémentaire. C'est le pore le plus "mal" orienté qui va être la cause de la rupture. Le facteur de concentration de contrainte  $K$  est de  $1+2 a/b$  au point A (il était de 3 pour un cercle).

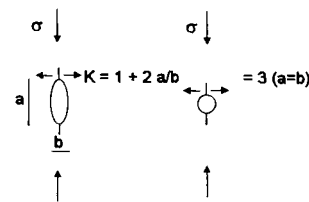


Figure 4 - Représentation d'un pore

D'où  $\sigma_r = \frac{3}{1+2 \frac{a}{b}} \cdot Max_L [\sigma_{Sammis-Ashby}(L)]$ .

4.2 Résultats

Les modélisations de la contrainte à rupture du  $TiB_2$  ont été réalisées avec les paramètres suivants :  $f_a = 5 \%$ ;  $d = 1 \mu m$ ;  $a/b = 4,7$ ;  $K_{Ic} = 5 MPa.m^{\frac{1}{2}}$  (cf. 1.). Les valeurs calculées sont, respectivement pour les modèles 2D et 3D, de 3,8 GPa et 4,6 GPa.

Ces deux valeurs encadrent de façon notable la valeur de  $\sigma_{pic} = 4,3 GPa$  (tableau 3).

Tableau 3: Comparaison des valeurs de contraintes à rupture obtenues par les modèles et de la valeur de  $\sigma_{pic}$  - en GPa

Modèle 2D	Modèle 3D	Expérimentale
3,8	4,6	4,3

Précisons que la longueur de la fissure à rupture du matériau est  $l_r = 2,2 c$  (d'après  $Max_L[\sigma_{Sammis-Ashby}(L)] = \sigma_{Sammis-Ashby}(L_r)$ ), soit environ deux fois la taille du microdéfaut initial [10].

### 4.3 Répartition des défauts

Etant donnée la répartition aléatoire des paramètres de porosité (et de la taille de grains), la contrainte à rupture peut varier suivant les éprouvettes. Une variation de la taille de grains se répercutera sur la valeur de  $K_{Ic}$  [1]. Le tableau 3 résume l'influence de la variation des différents paramètres. Les bornes prises pour la valeur de la ténacité sont celles trouvées dans la littérature[2], celles de la porosité traduisent les différences entre les deux mesures de porosité faites, et celles des autres valeurs sont les bornes de nos mesures par analyse d'images (cf. 1.).

Tableau 4: Variation de la contrainte modélisée en fonction des variations des paramètres - en GPa

Influences	Variations	Modèle 2D	Modèle 3D
Contraintes nominales	Aucune	3,8	4,6
Taille de grains	$K_{Ic} = 4,2 MPa.m^{1/2}$	3,2	3,9
	$K_{Ic} = 5,8 MPa.m^{1/2}$	4,4	5,4
Taux de porosité	4 %	4,5	5,5
	6 %	3,8	4,6
Taille des pores	0,5 $\mu m$	5,3	6,5
	2 $\mu m$	2,7	3,3
Facteur de formes	a/b = 3	5,6	6,9
	a/b = 6	3,0	3,7

L'augmentation de la taille de pores, des grains et du taux de porosité ainsi que de l'acuité des pores induit une diminution de la contrainte à rupture. Avec la statistique de Weibull obtenue ( $\sigma_u = 4,5$  GPa,  $m = 5$ ), nous pouvons donner des bornes à 90 % et à 10 % de la contrainte à rupture à partir de la relation  $\sigma = [-\ln(1 - P_r)]^{1/m} \cdot \sigma_u$ :

$$\sigma_r \in [2.9 - 5.3] GPa.$$

Ces bornes sont en bon accord avec les variations éventuelles des paramètres microstructuraux (tableau 4).

### 4.4 Application à d'autres matériaux

Une étude succincte a été menée sur quatre autres matériaux : deux alumines et deux graphites.

Tableau 5: Modèles appliqués à des alumines et à des graphites

Matériau	$Al_2O_3/Al23$	$Al_2O_3/T299$	Graphite A	Graphite B
$K_{Ic} (MPa.m^{1/2})$	4	4	0,9	0,9
Taux de porosité (%)	2	3	9	16
Taille des pores ( $\mu m$ )	12	12	17,3	4,9
Formes des pores (a/b)	1,5	1,5	7	7
Contraintes modélisées 2D (GPa)	3,3	2,8	0,089	0,132
Contraintes modélisées 3D (GPa)	4,1	3,5		
Contraintes mesurées (GPa)	3,8	3,5	0,088	0,126

Les résultats donnés par le modèle sont en bon accord avec les valeurs expérimentales (tableau 5).

## 5. CONCLUSION

Un  $TiB_2$  sans phase amorphe a été étudié. La contrainte à rupture ne présente aucune sensibilité à la vitesse de déformation. Celle-ci peut être analysée à partir d'une statistique de Weibull à deux paramètres. Avec  $m = 5$  et  $\sigma_u = 4,5$  GPa nous calculons une valeur de probabilité maximum de rupture de 4,3 GPa. Un modèle simple basé sur des principes de mécanique linéaire de la rupture permet à partir de paramètres microstructuraux (taux de porosité, taille des pores, forme des pores) d'obtenir une bonne approximation de la contrainte à rupture. Elle est de 3,8 GPa et de 4,6 GPa suivant le modèle. Les paramètres du modèle sont identifiés à partir d'une technique basée sur l'analyse d'images. Une étude statistique de la répartition des paramètres de porosité pourrait permettre à partir du modèle présenté de déboucher sur un modèle statistique physique de la valeur de la contrainte à rupture.

## Remerciements

Les auteurs remercient J.L. Lataillade (LAMEF-ENSAM Bordeaux) et A. Matagne (CEA Bruyères-le-Châtel) pour leur aide.

## Références

- [1] Davidge R.W.: "Effects of microstructure on the mechanical properties of ceramics", *Fracture Mechanics of Ceramics*, Volume 2, édité par R.C. Bradt, D.P.H.Hasselmann et F.F. Lange, Plenum Press, 1974 p. 447-468.
- [2] O'Donnell R.G.: "Fragmentation of ceramics in armour", *Journal of American Science Letters* 11 (1992) p. 1227-1230.
- [3] Lankford J.: "Testing of high strength ceramics with the split Hopkinson Pressure Bar" , *Journal American Ceramic Society* 1993 , Vol 76 No 2 pp 536-538.
- [4] Lamaison M. et Collombet F., to be published in *Experimental Mechanics* .
- [5] Cosculluela A. : "Plasticité, endommagement et rupture des alumines sous sollicitations dynamiques triaxiales - Influence de la taille de grains", Thèse de l'Université de Bordeaux I, 1992 No 695.
- [6] Collombet F., Bacon C. et Lataillade J.L. : "Comportement de matériaux céramiques en compression uniaxiale par les barres de Hopkinson", *11ème Congrès Français de Mécanique* , Lille, Septembre 1993.
- [7] Chen W., Subhash G. et Ravichandran G.: "Evaluation of ceramic specimen geometries used in split Hopkinson pressure bar", *Dymat Journal* 1994 , Vol 1 No 3 p. 193-210.
- [8] Knudsen F.P. : "Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain size", *J. Am. Ceram. Soc.* 1959 , vol 42, p. 376-387.
- [9] Sammis C.G. et Ashby M.F. : "The failure of brittle porous solids under compressive stress states", *Acta Metall.* 1986 , Vol 34 No 3 p. 511-526.
- [10] Nemat-Nasser S. et Deng H. : "Strain rate effect on brittle failure in compression", *Acta Metall-Mater* 1994 , Vol 42 No 43 p. 1013-1024.