

Propagation de fissure et transition de dépiégeage : Effet du désordre microscopique

DAVY DALMAS^a, ANNE LELARGE^a & DAMIEN VANDEMBROUCQ^b

a. Unité mixte CNRS/Saint-gobain UMR 125, Laboratoire "Surface du Verre et Interfaces Laboratoire", Aubervilliers France

b. Laboratoire PMMH, UMR 7636 CNRS/ESPCI/UPMC/Paris 7, Paris, France

Résumé :

Nous avons réalisés des mesures d'exposant de rugosité sur des faciès de rupture de verres de borosilicates démixés dans lesquels nous avons fait varier la taille caractéristique du désordre (i.e. taille des domaines de démixtion). Nous avons ainsi pu discuter le domaine de validité des prédictions de la théorie du piégeage. Au-delà de la discussion sur l'exposant de rugosité, nous montrons qu'il présente une transition critique liée à la taille de la structuration à l'échelle microscopique.

Abstract :

We have performed roughness exponent measurements on fracture facies of phase separated borosilicate glass in which we vary the characteristic size of the disorder (i.e. the size of the different phases). We have been able to discuss the range of validity of the predictions of the pinning theory. Beyond the discussion on the roughness exponent, we show that this critical transition depends upon the size of the structure at the microscopic level.

Mots clefs : Borosilicate démixé, exposant de rugosité, théorie du piégeage

1 Introduction

Depuis le début des années quatre-vingt, la fracture et l'endommagement des matériaux hétérogènes ont motivé un grand nombre d'études inspirées par la physique statistique [1, 2, 3, 4]. Suite à cette approche, le seuil de propagation d'une fissure a été associé à une transition critique, caractérisée par un ensemble d'exposants universels. Ce comportement universel décrit à proximité du seuil de transition induit la possibilité d'une description générique des phénomènes de fracture, indépendamment des détails des propriétés microscopiques du matériau.

Du point de vue expérimental, les premiers résultats validant cette idée ont été donnés par Bouchaud et al [5] et Maloy et al [6] qui, à la suite des travaux de Mandelbrot et al [7], ont observés que non seulement les surfaces de fracture étaient auto-affines et donc présentaient une invariance d'échelle, mais aussi que cette dernière était caractérisée par un seul exposant, apparemment universel. Plus précisément, sur une large échelle de longueur, la rugosité de surface d'une fissure w varie suivant la longueur L sur laquelle elle est mesurée comme $w \propto L^\zeta$ où l'estimation de l'exposant de rugosité $\zeta \approx 0.8$ semble à la fois valable pour les matériaux fragiles [8] et ductiles [7]. L'apparente compatibilité des résultats obtenus avec différents matériaux a d'ailleurs été une source de confusion. Dans la suite, nous allons restreindre notre étude au cas des matériaux fragiles et essayer de discuter de la validité des modèles basés sur le dépiégeage d'un front de fissure dans un matériau hétérogène. Nous allons d'abord présenter le scénario de dépiégeage et préciser le type de désordre à prendre en considération dans le contexte de la fracture. Puis nous présenterons une illustration expérimentale qui semble valider cette approche [8]. Ces résultats qui contrastent avec les précédentes expériences de la littérature ont pu être obtenus par une analyse statistique des faciès de rupture d'un matériau modèle dont on peut contrôler la nature et la taille caractéristique des hétérogénéités : les verres de borosilicate démixés [9].

2 Modèles de dépiégeage et désordre de ténacité

La surface d'une fissure peut être considérées comme la trace laissée par le front de fissure. Dans un matériau hétérogène, en raison du désordre de ténacité, le front d'une fissure peut être déformé, mais cette distorsion est aussi responsable de l'apparition de forces élastiques qui tendent à le rendre lisse (cf. Figure 1(a)). Cette compétition entre l'élasticité et le désordre conduit à une riche phénoménologie. En particulier, un seuil critique apparaît pour le facteur d'intensité des contraintes qui agit ici comme un paramètre de contrôle. En-dessous de ce seuil, l'avancée du front ne peut se faire que sur une distance finie avant un arrêt total de celui-ci. Au dessus

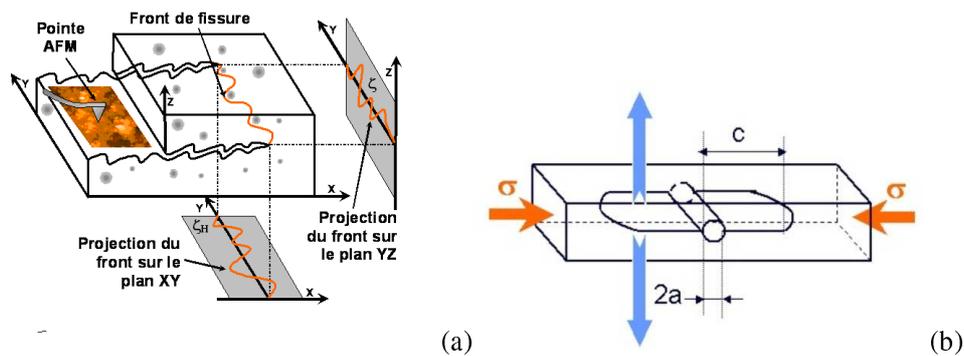


FIG. 1 – (a) Vue schématique de l'analyse par AFM des surfaces de rupture et de la propagation d'une fissure dans un milieu hétérogène. Le front de fracture présente une rugosité à la fois hors plan et dans la direction de propagation. Cette rugosité est caractérisée par un exposant ζ . (b) Schéma de principe de l'essai DCDC

du seuil, le front de fissure se propage librement à une vitesse limitée, mais très fluctuante. Ce scénario dit de dépiégeage a été proposé au début des années 90 pour décrire la propagation des fissures dans les matériaux hétérogènes [10, 11]. Bien que prometteurs, ces modèles semblent donner un accord uniquement qualitatif avec les résultats expérimentaux. En particulier, les prévisions des exposants de rugosité sont relativement différentes des estimations expérimentales. Pour la rugosité hors-plan de propagation, les modèles prédisent un comportement logarithmique ($\zeta \approx 0$) [11] alors que les observations expérimentales sont en loi de puissance avec $\zeta \approx 0.8$ [2, 5, 7]; dans le plan de propagation de la fissure, les modèles prédisent $\zeta \approx 0.4$ [12, 13], tandis que l'estimation expérimentale est d'environ $\zeta \approx 0.6$ [14]. Avant de statuer sur la validité de ces modèles, apparemment incapables de rendre compte des observations expérimentales, il convient d'examiner plus en détail la question du désordre dans le contexte de la fracture et, par conséquent, de préciser la gamme de validité des modèles et des expériences.

En mécanique et physique de la rupture, pour rendre compte du désordre, les fluctuations à prendre en compte sont celles de la ténacité du matériau. Toutefois, la ténacité n'est pas un reflet direct du désordre structural, mais elle doit être "convoluée" à l'échelle de la process zone qui se situe en avant de la pointe de fissure. C'est dans cette zone qu'apparaissent un certain nombre de phénomènes de dissipation non linéaires (endommagement, ductilité, élévation de température...) qui ne sont pas pris en compte par la mécanique linéaire élastique de la rupture. Ainsi, deux échelles de longueurs doivent être prises en considération, la taille de la zone de process et la taille caractéristique du désordre structural. Les modèles de dépiégeage reposant sur une hypothèse de fragilité des matériaux, cela implique notamment que nous avons besoin de séparer clairement les échelles spatiales pour lesquelles le matériau peut être considéré comme fragile (au-delà de la taille de la process zone et de celle des hétérogénéités) des échelles pour lesquelles endommagement et ductilité vont avoir lieu. Les modèles de dépiégeage ne donnent donc pas de prédictions, ni au-dessous de la taille de la zone de process, ni au-dessous de la taille caractéristique de hétérogénéités mais seulement au-delà de ces échelles. C'est donc en gardant à l'esprit cette hypothèse fondamentale de ces modèles que nous allons étudier la fissuration de verres démixés de borosilicate.

3 Propagation de fissure dans des verres démixés de borosilicate

Afin de clarifier l'effet du désordre de ténacité et de tester la validité des modèles de dépiégeage pour décrire la propagation des fissures dans les matériaux hétérogènes, nous présentons les résultats d'expériences de rupture effectuées sur une série de matériaux modèles fragiles et hétérogènes : les verres de borosilicate démixés.

Dans ce type de verre, à température donnée, la durée du recuit thermique permet de jouer sur la taille caractéristique des hétérogénéités. Il est ainsi possible d'obtenir une famille de matériaux hétérogènes modèles avec un seul paramètre réglable : la taille caractéristique des hétérogénéités qui peut varier de quelques nanomètres jusqu'à quelques centaines de nanomètres. On peut alors étudier aisément l'influence de cette taille caractéristique sur les modes de fracture.

Par attaque aqueuse légèrement acide, nous avons pu facilement procéder à une attaque sélective d'une série d'échantillons ayant subi préalablement un poli optique. Ce traitement permet d'éliminer en surface la totalité de la phase enrichie en borate dont la résistance hydrolytique est très faible. La rugosité résiduelle permet alors de révéler la séparation de phase. La Figure 2 rassemble plusieurs images AFM obtenues pour des échantillons des verres ayant subi des recuits de durée croissante (1h, 4h, 16h, 32h, 64 et 96h). L'aspect vernaculaire suggère une décomposition spinodale. La similitude de la structure des différents verres observée aux différentes échelles montre que seule l'échelle caractéristique des domaines de décomposition spinodale évolue avec la durée du recuit. Une analyse statistique des images AFM nous a permis d'extraire les longueurs de corrélation caractéristiques de la séparation de phase qui correspondent respectivement à la taille moyenne

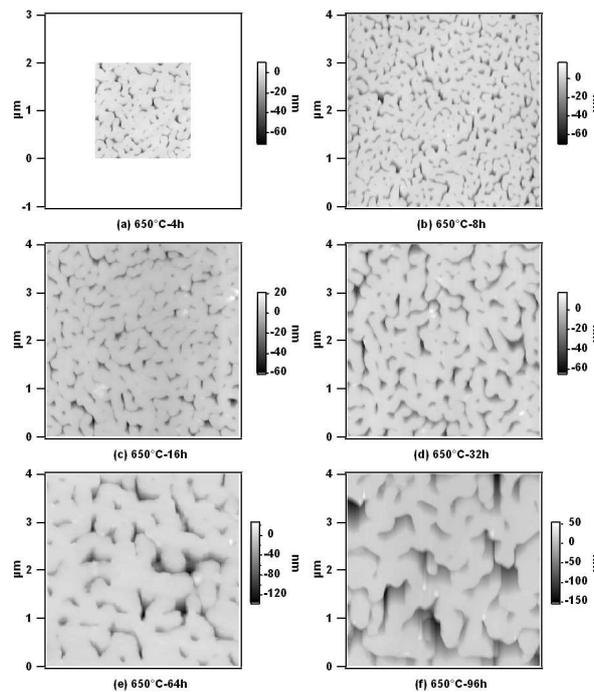


FIG. 2 – Images AFM de la surface d'échantillons de borosilicates ayant subi des recuits pendant 4, 8, 16, 32, 64 et 96h à des températures de 650°C puis une attaque à l'eau distillée. Les phases riches en bore apparaissent en creux (foncées).

des domaines de décomposition et à la distance moyenne entre deux domaines de même composition [9]. Dans les expériences de fracture que nous avons réalisées, nous avons utilisé trois séries d'échantillons de borosilicate démixés ayant subi des recuits à 650°C pendant 4h, 16h et 64h. Pour ces trois séries, la taille caractéristique des domaines de demixion d était respectivement de 28 nm, 56 nm et 92 nm (voir Dalmas et al. [9] pour plus de détails sur la caractérisation de ces verres). Notez que les verres structuraux tels que les borosilicates sont très fragiles, de ce fait leur zone de process ne s'étend pas au-delà de quelques nanomètres, bien au-dessous de la taille caractéristique des domaines de demixion. Ces domaines peuvent donc être considérés individuellement comme homogènes du point de vue de la rupture. Dans ce qui suit, pour respecter les hypothèses des modèles de dépiégeage, la comparaison entre leur prédiction et les résultats expérimentaux doit donc être faite uniquement au-delà de cette taille caractéristique des hétérogénéités.

Pour faire propager une fissure dans ces échantillons, nous avons utilisé une machine miniature d'application des forces qui permettent de générer deux fissures dans un échantillon parallélépipédique percé en son centre. Le principe de cet essai, appelé essai DCDC (Double Cleavage Drilled Compression), est présenté sur la Figure 1(b). Nous avons ainsi pu observer par AFM les faciès de rupture "post-mortem" dans des zones de propagation lente (vitesse de propagation estimée : $10^{-6} m.s^{-1}$) (cf. Figure 1(a)).

Après analyse de ces images, dans un diagramme log-log qui représente la variation typique de hauteur de la surface $\Delta h(\Delta x) = \langle [h(x + \Delta x) - h(x)] \rangle_x$ mesurée sur une échelle de longueur Δx , nous avons pu retrouver une loi de puissance avec un exposant proche de 0.8 et observer que son domaine de validité se décalait avec la taille caractéristique des hétérogénéités d . Après remise à l'échelle par cette taille caractéristique d , tous les résultats ont pu être regroupés sur une seule courbe maîtresse (cf. Figure 3(a)). Ceci illustre le lien entre la trajectoire de la fissure et la présence d'hétérogénéité dans le matériau. Le régime auto affine est donc limité par une longueur de coupure qui dépend linéairement de la taille caractéristique du désordre.

De façon plus intéressante, au-delà de la taille des hétérogénéités, on observe sur le même type de diagramme mais en échelle semi-logarithmique (Figure 3(b)), une simple évolution logarithmique comme prévue par les modèles de dépiégeage [8]. Donc, lorsqu'ils sont testés dans la gamme d'échelle où ils sont censés être valides (i.e. au delà de la taille du désordre), les modèles de dépiégeage semblent être quantitativement en accord avec les mesures expérimentales. Ainsi, le désaccord classiquement observé dans la littérature entre les observations expérimentales des surfaces de rupture qui montre une invariance (loi de puissance) aux petites échelles et les prévisions théoriques serait uniquement lié au non-respect de l'hypothèse de base de ces modèles : la séparation d'échelle entre le désordre et la taille d'observation.

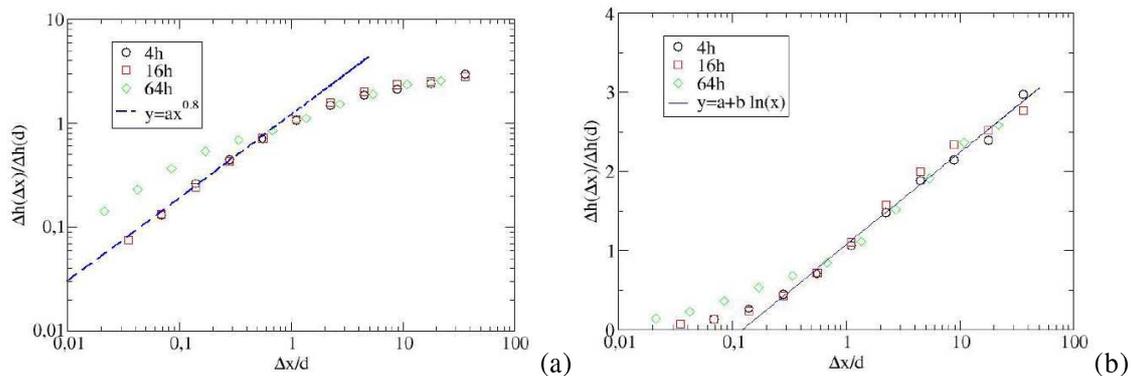


FIG. 3 – Evolution de la rugosité des surfaces de fracture d'échantillons de verre démixés pour différents traitement thermique après normalisation par la taille caractéristique des domaines de séparation de phase : (a) en coordonnées log-log, les données normalisées par la taille caractéristique des domaines d évolue en loi de puissance avec un exposant de rugosité ζ proche de 0.8 jusqu'à une longueur de coupure qui correspond à la taille des domaines. (b) Au delà de cette taille caractéristique, en coordonnée semi-log, on voit apparaître une simple évolution logarithmique en accord avec les prédictions théoriques des modèles de dépiégeage.

4 Conclusion

Les résultats de cette étude donnent donc une première validation quantitative des scénarii de dépiégeage. Cette première validation fournit un cadre pour étendre l'utilisation de ces concepts de transition critique pour l'étude de la rupture des matériaux fragiles hétérogènes. Ces résultats suggèrent aussi que les expériences déjà publiées dans la littérature qui montrent une invariance aux petites échelles pourraient aussi être réexaminées afin de voir si un régime logarithmique est présent aux échelles supérieures à la taille du désordre.

Références

- [1] Herrmann H. and Roux S. *Statistical Models for the Fracture of Disordered Media*. North-Holland, 1990.
- [2] Bouchaud E. Scaling properties of cracks. *J. Phys. Cond. Mat.*, 9, 4319, 1997.
- [3] Chakrabarti B. K. and Benguigui L. G. *Statistical Physics of Fracture and Breakdown in Disordered Systems*. Oxford University Press, 1997.
- [4] Alava M. J., Nukala P., and Zapperi S. Statistical models of fracture. *Adv. Phys.*, 55, 349–476, 2006.
- [5] Bouchaud E., Lapasset G., and Planès J. Fractal dimension of fractured surfaces - a universal value. *Europhys. Lett.*, 13, 73–79, 1990.
- [6] Måløy K. J., Hansen A., Hinrichsen E. L., and Roux S. Experimental measurements on the roughness of brittle cracks. *Phys. Rev. Lett.*, 68, 213–215, 1992.
- [7] B.B. Mandelbrot D. P. and Paullay A. Fractal character of fracture surfaces of metals. *Nature*, pages 721–722, 1984.
- [8] Dalmas D., Lelarge A., and Vandembroucq D. Crack propagation through phase-separated glasses : Effect of the characteristic size of disorder. *Phys. Rev. Lett.*, 101, 255501, 2008.
- [9] Dalmas D., Lelarge A., and Vandembroucq D. Quantitative afm analysis of phase separated borosilicate glass surfaces. *J. Non-Cryt. Solids*, 352, 4672–4680, 2007.
- [10] Schmittbuhl J., Roux S., Vilotte J. P., and Måløy K. J. Interfacial crack pinning : effect of non local interactions. *Phys. Rev. Lett.*, 74, 1787–1790, 1995.
- [11] Ramanathan S., Ertas D., and Fisher D. S. Quasistatic crack propagation in heterogeneous media. *Phys. Rev. Lett.*, 79, 873–876, 1997.
- [12] Rosso A. and Krauth W. Roughness at the depinning threshold for a long-range elastic string. *Phys. Rev. E*, 65, 025101(R), 2002.
- [13] Vandembroucq D. and Roux S. Large scale simulations of ultrametric depinning. *Phys. Rev. E*, 70, 051101, 2004.
- [14] Schmittbuhl J. and Måløy K. J. Direct observation of a self-affine crack propagation. *Phys. Rev. Lett.*, 78, 3888–3891, 1997.