



Open Archive TOULOUSE Archive Ouverte (OATAO)

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in : <http://oatao.univ-toulouse.fr/>
Eprints ID : 15592

To cite this version : Denape, Jean and Leriche, Anne *Céramiques thermomécaniques*. (2015) In: Ecole "Céramiques Techniques" du Groupe Français de la Céramique, 4 October 2015 - 9 October 2015 (Porquerolles, France). (Unpublished)

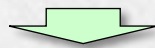
Any correspondence concerning this service should be sent to the repository administrator: staff-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr

CÉRAMIQUES THERMOMÉCANIQUES

- I. Définition et domaines d'application des céramiques thermomécaniques
- II. Généralités sur le comportement mécanique
- III. Depuis l'application au matériau et à son élaboration

SCIENCES ET TECHNOLOGIES CERAMIQUES

Gilbert FANTOZZI, Sophie LE GALLET,
Jean-Claude NIEPCE
EDP Sciences, Paris, 2009 (834 pages)
ISBN 978-2-7598-0428-3



Chapitre 3 – Céramiques thermostructurales
(pages 47 – 117)

Chapitre 8 – Céramiques pour applications
biomédicales (pages 245 – 267)

LES CERAMIQUES INDUSTRIELLES : Propriétés, mise en forme et applications

Gilbert FANTOZZI, Jean-Claude NIEPCE,
Guillaume BONNEFONT
DUNOD Editeur, Paris, 2013 (498 pages)
ISBN 978-2-10-057739-2



Chapitre IV.6 – Céramiques techniques à
fonctions thermomécaniques (page 48)

Chapitre VII – Céramiques thermomécaniques
(pages 769 – 798)

I. Définition et domaines d'application des céramiques thermomécaniques

I.1 DÉFINITION des céramiques thermomécaniques

Les « **céramiques thermomécaniques** » (ou « *céramiques thermostructurales* ») sont des matériaux de structure, c'est-à-dire dont la fonction principale consiste à **supporter des contraintes** dans des environnements corrosifs ou oxydants, et/ou à des températures particulièrement élevées.

Oxydes

alumine (Al_2O_3)
zircone
(ZrO_2 : PSZ, TZP)

Carbures

carbure de silicium (SiC)
carbure de tungstène (WC)
carbure de bore (B_4C)

Nitrures

nitride de silicium (Si_3N_4)
nitride de bore (c-BN)

Borures

borure de titane (TiB_2)

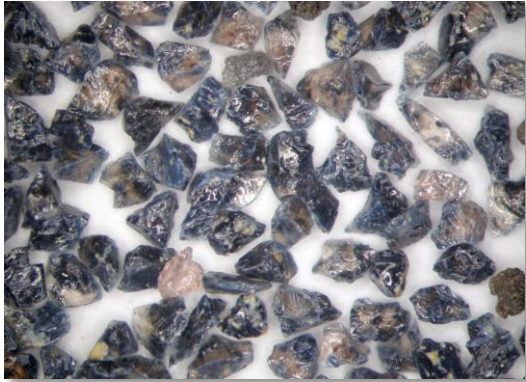
Composé céramique	ZrO_2	Al_2O_3	Si_3N_4	BN	TiB_2	WC	SiC	B_4C	C_{diam}
Différence d'électronégativité	2,1	1,8	1,2	1	0,9	0,8	0,65	0,5	0
Fraction ionique	0,67	0,57	0,30	0,22	0,18	0,15	0,10	0,06	0
Fraction covalente	0,33	0,43	0,70	0,78	0,82	0,85	0,90	0,94	1

I.2 DOMAINES D'APPLICATION des céramiques thermomécaniques

Applications mécaniques

Résistance à l'usure et à l'impact

Abrasifs (*corindon, SiC*), lames de découpe, buses de pulvérisation (*agriculture*), paliers, roulements, guides-fils (*textile*), robinetterie (*mitigeurs*), bagues et joints d'étanchéité (*pompe à eau*), protection balistique (*blindage*)



Abrasifs : corindon bleu (Imerys)

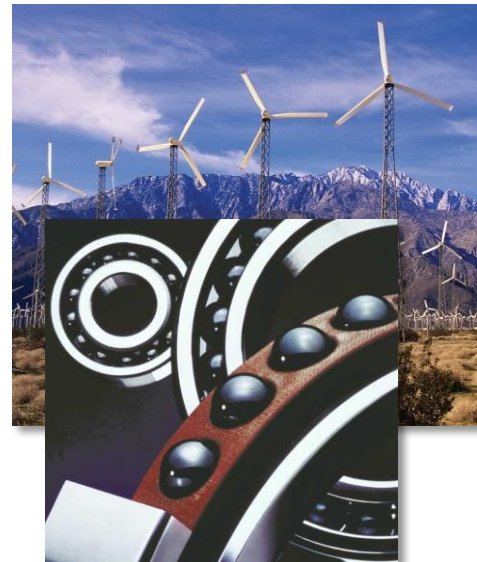


Cartouche pour robinet mitigeur avec disques céramique (alumine)



Pièces de frottement en zircon (CoorsTek)

Céramiques thermomécaniques



Éoliennes : roulements céramique pour turbines de 100 kW à 1,5 MW



Billes en nitrure de silicium pour rollers
St Gobain : 1 million de billes par an (2000)



Prothèse de hanche (alumine)

Miroir en carbure de silicium de 3,5 m de diamètre (300 kg)
avant polissage et métallisation (équivalent en verre 1500 kg)

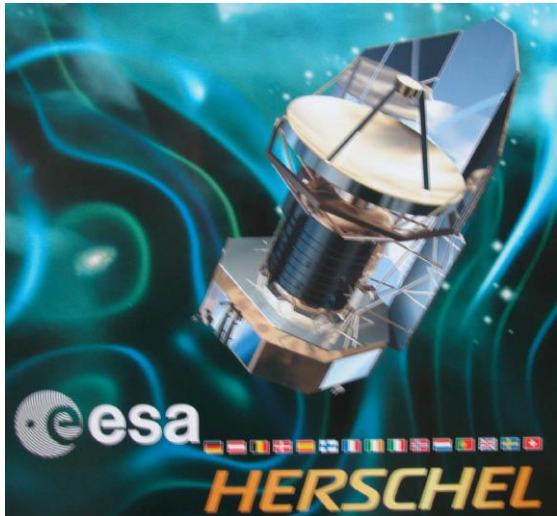


14 mai 2009

Stabilité
dimensionnelle
et rigidité

Épaisseurs 0,5 à 3 mm

Assemblage de 12 secteurs
brasés au silicium à
1500°C



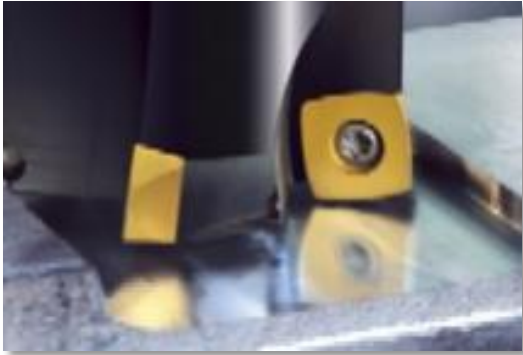
DOMAINES D'APPLICATION des céramiques thermomécaniques

Applications thermo-mécaniques

Stabilité thermique

Outils de coupe, filières (carbures cémentés, diamant PCD), échangeurs thermiques (SiC), réacteurs chimiques (SiC)

Hautes performances mécaniques à haute température



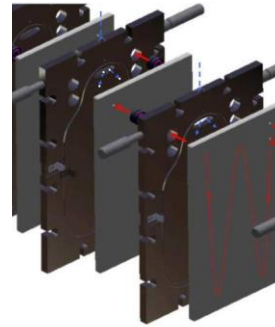
Plaquettes d'usinage



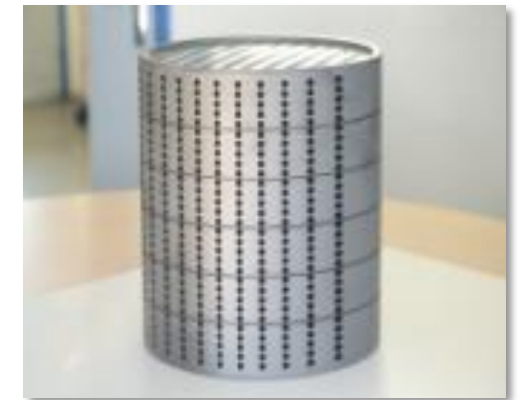
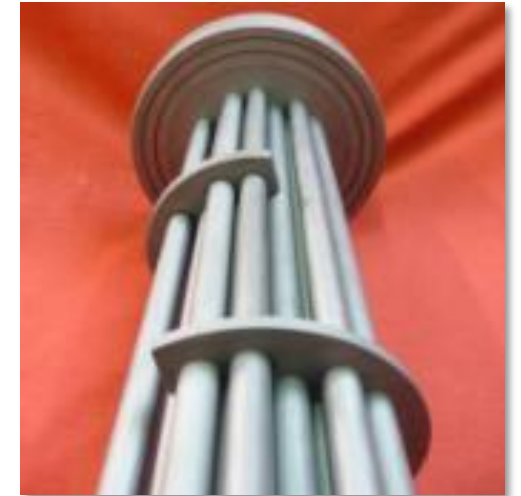
*Tunnelier (Ø 11 m, A68, 2005)
Céramiques thermomécaniques*



*Outil de forage PDC
(Varel Europe)*



Réacteurs en SiC pour la chimie à flux continu (largeur 0,5 m) : débit des réactifs supérieur à 300 kg/h (Boostec/Corning)



Echangeurs thermiques tubulaires (SiC, longueur 2 m, Boostec) ou à bloc (SiC, diamètre 0,5 m)

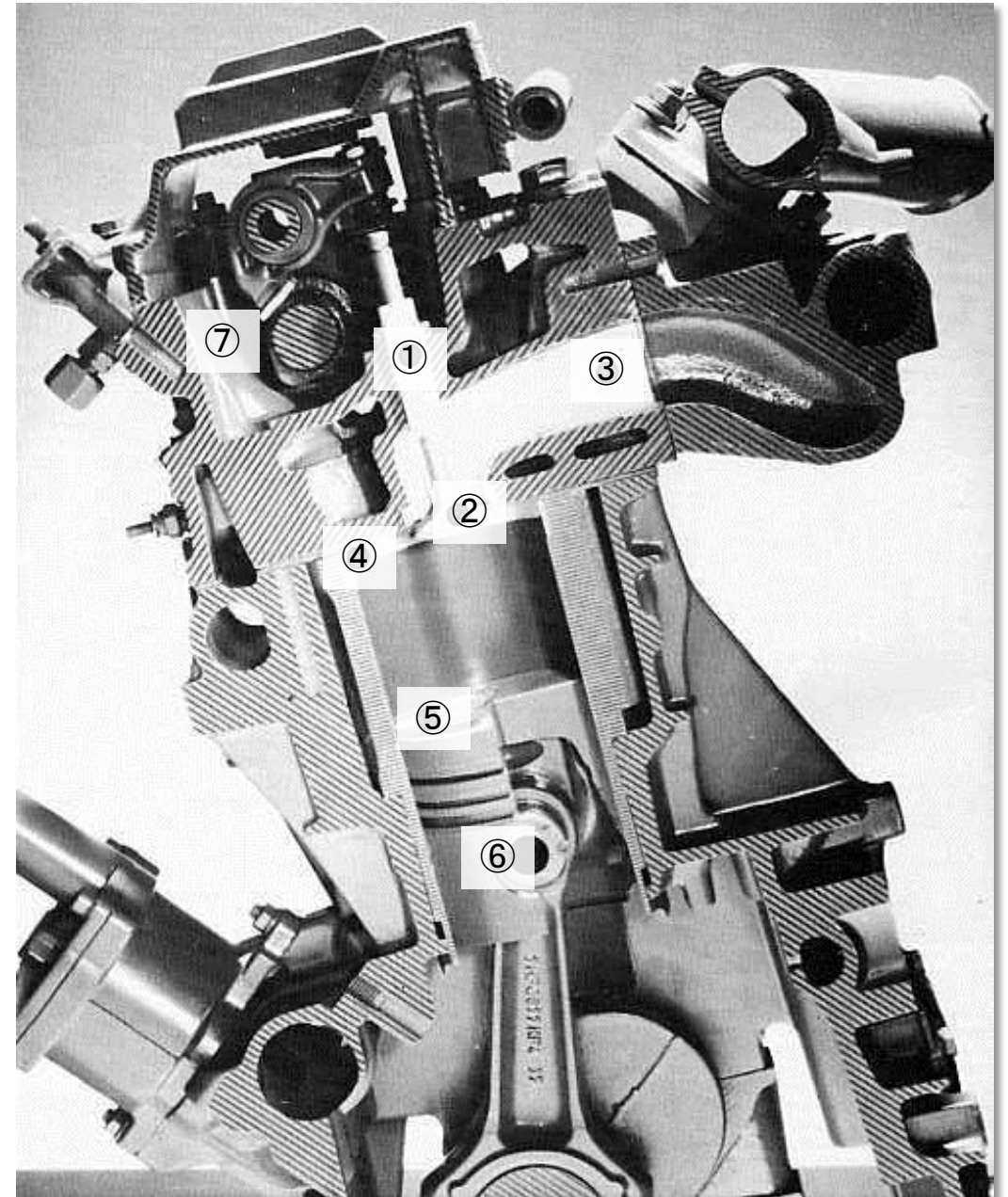
Céramisation des turbines à gaz

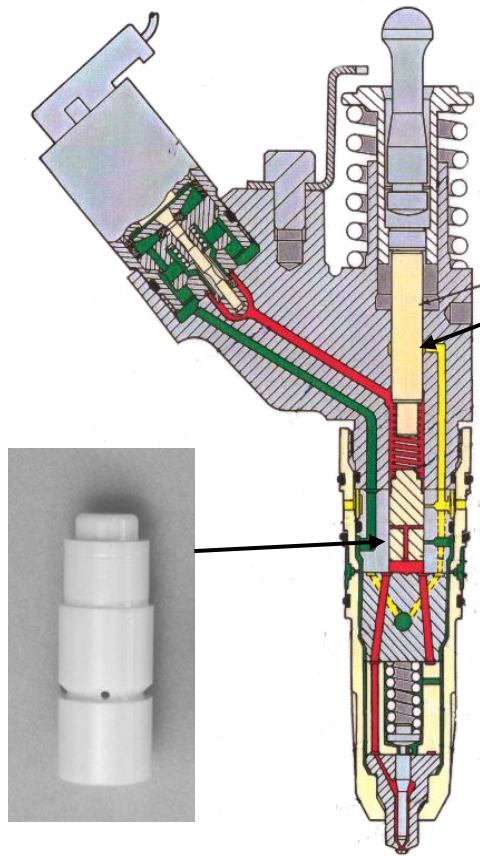
Moteur Diesel adiabatique

- Augmentation des températures de service
- Réduction des pertes vers les circuits de refroidissement
- Gain de poids

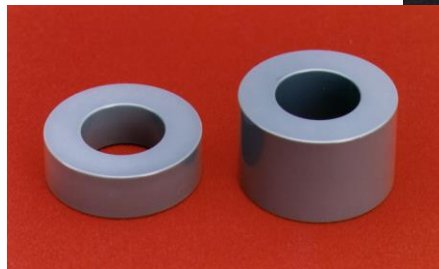
Moteur Renault 2 litres (1984)

- ① Guide de soupape (*zircone*)
- ② Siège de soupape (*zircone*) et tête de soupape (*nitruire de silicium*)
- ③ Conduit d'échappement (*titanate d'aluminium*)
- ④ Haut de chemise (*zircone*)
- ⑤ Dessus de piston (*zircone*)
- ⑥ Axe de piston (*nitruire de silicium*)
- ⑦ Patin de culbuteur (*zircone*)
- ⑧ Préchambre de combustion (*nitruire de silicium*)

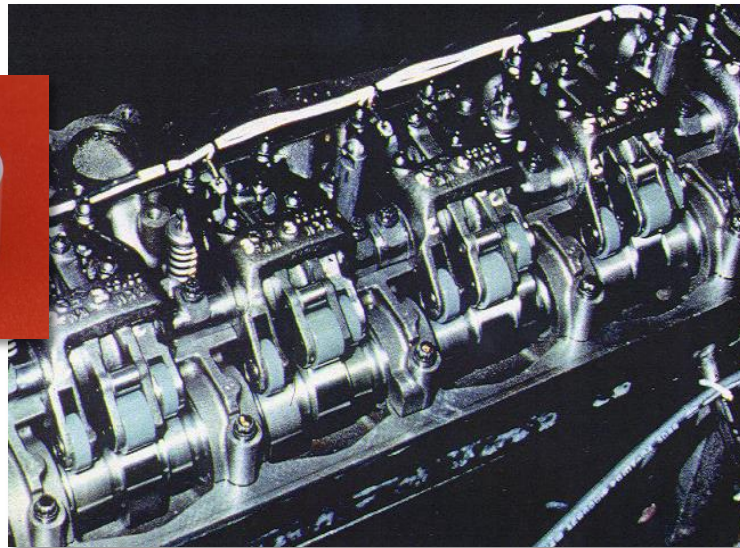




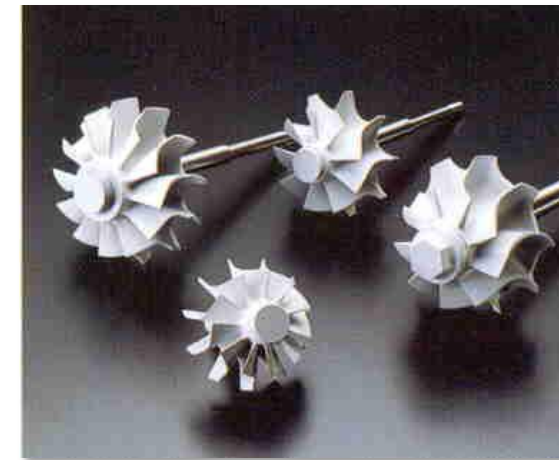
Résistance à l'usure
 Grande précision du jeu fonctionnel
 Accroissement de la fiabilité
*Injecteur HP (240 MPa) en zircone pour
 moteur Diesel (Cummins Engines)*



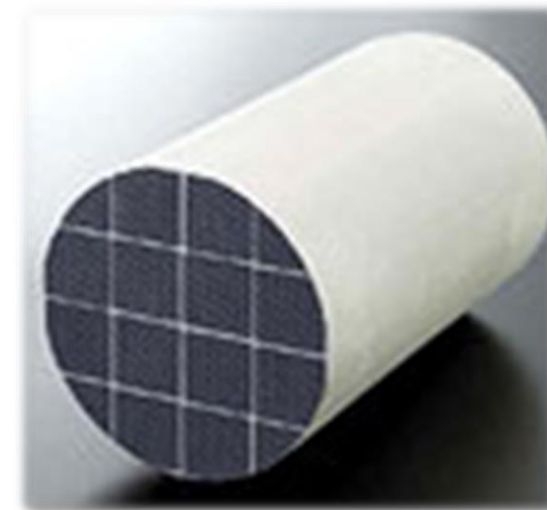
*Patins de culbuteurs en
 nitrure de silicium
 (Detroit Diesel Corporation)
 3 patins par cylindre...*



*Soupapes
 en nitrure de silicium (NGK)*
 Réduction de masse (*inertie*)
 Meilleure résistance à la
 corrosion (*à haute température*)
 Réduction des émissions de NO_x



*Éléments de turbines
 automobiles (NGK Japon)*

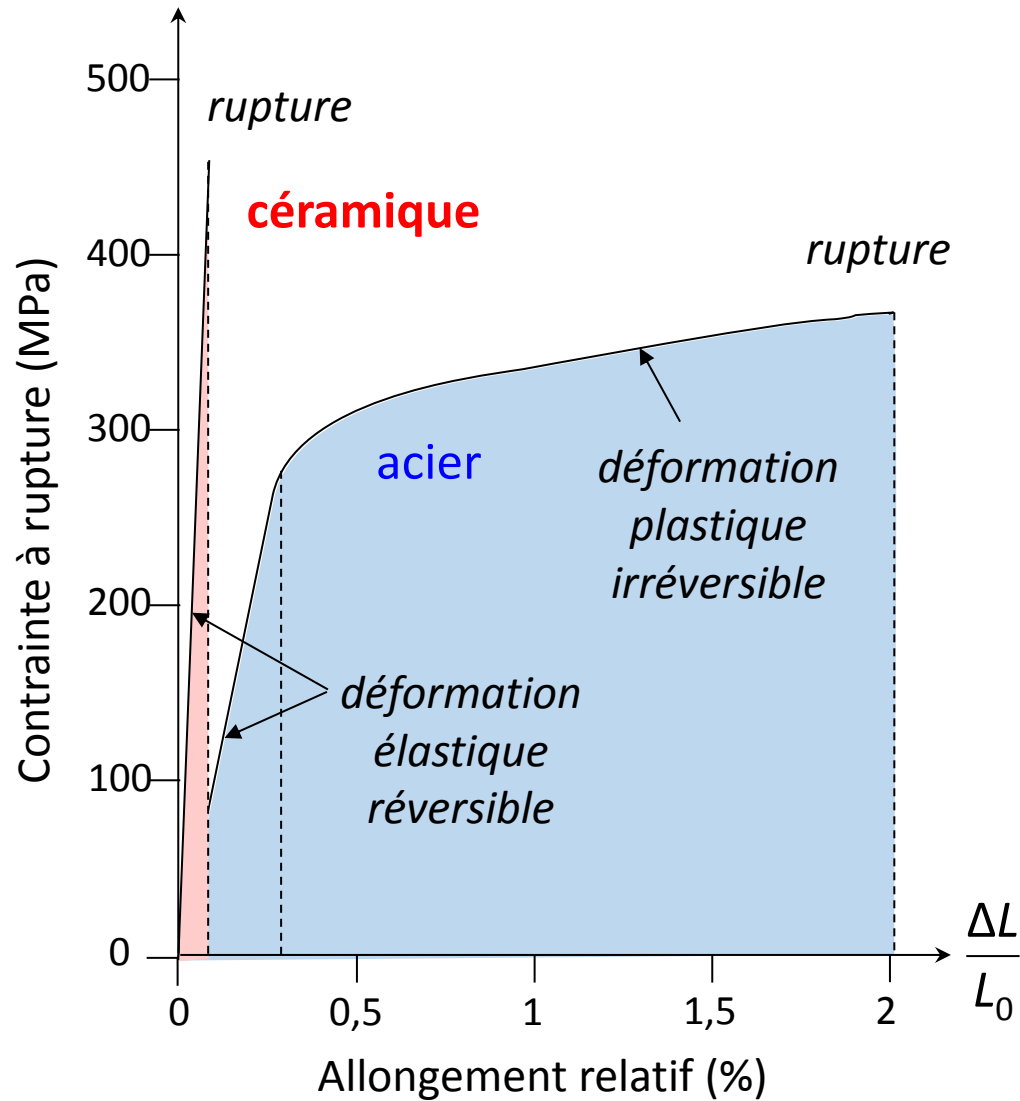


Filtre à particules

Joints de pompe à eau automobile

II. Généralités sur le comportement mécanique des céramiques

- II.1 **Comportement mécanique** : élastique linéaire fragile
- II.2 **La fragilité** : origine physique et conséquences
- II.3 Critère de fragilité : **la ténacité**
- II.4 Critère de fiabilité : **approche de Weibull**
- II.5 **Rupture différée** : fissuration sous-critique et fatigue
- II.6 **Comportement au contact** : contact hertzien et Vickers
- II.7 **Comportement au frottement** : concept de troisième corps
- II.8 Comportement à haute température : **le fluage**
- II.9 Comportement aux **chocs thermiques**



Module élastique

$$\sigma = E \frac{\Delta L}{L_0}$$

Faible allongement avant rupture

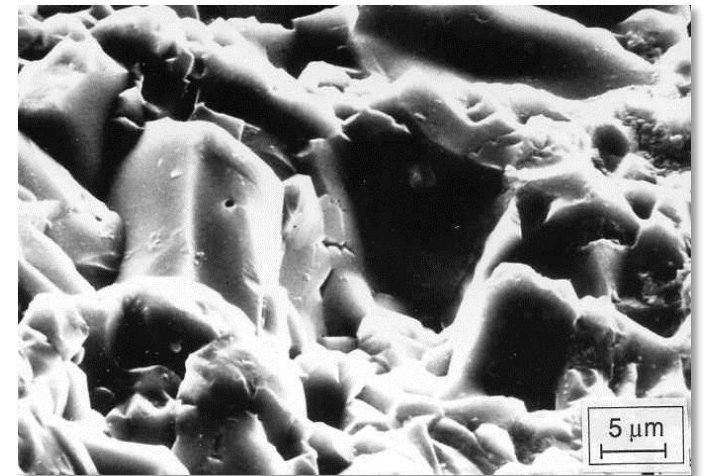
$$\frac{\Delta L}{L_0} < 0,1\%$$

Contraintes à rupture élevées **MAIS** faible énergie de rupture

Vulnérabilité des céramiques en déformations imposées et non en efforts imposés



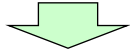
Propagation d'une fissure dans une alumine



Rupture mixte dans une alumine (ruptures transgranulaire et intergranulaire)

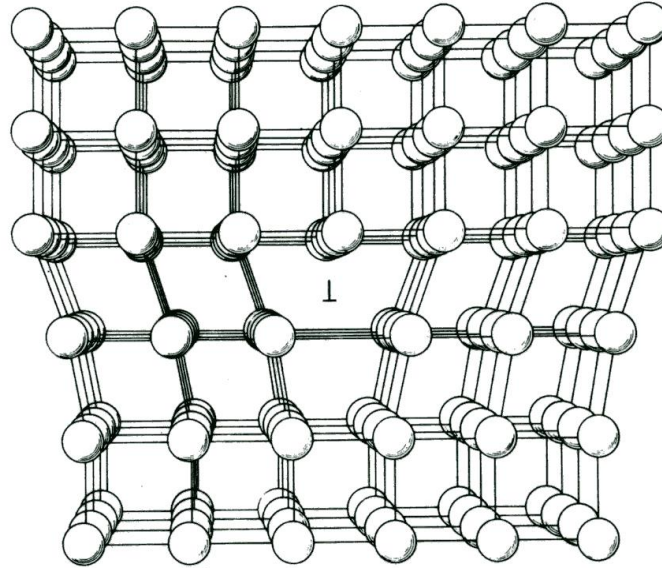
II.2 LA FRAGILITÉ = absence de ductilité (*pas de caractère plastique*)

Origine de la ductilité dans les métaux

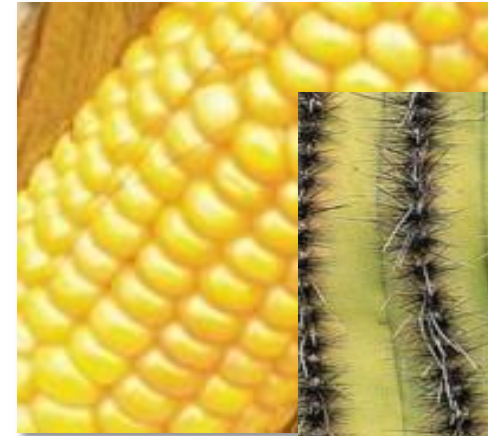


Mouvement de défauts
d'empilement atomiques
linéaires : les **dislocations**

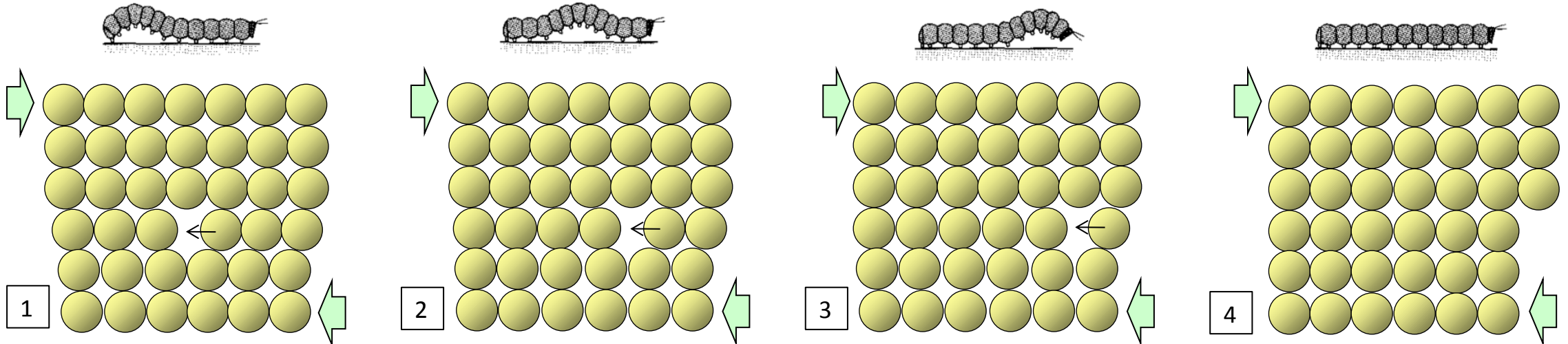
*Dislocation « coin »
dans un cristal métallique
à réseau cubique*



Dislocation dans du maïs



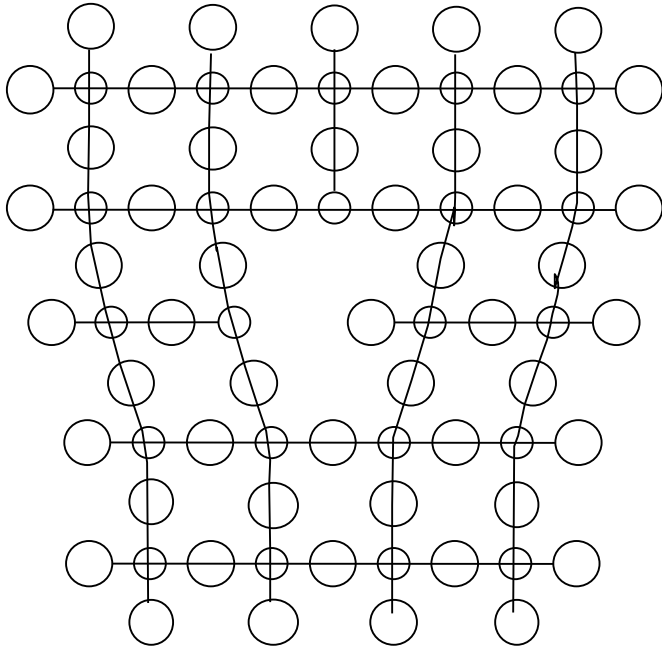
ou un cactus



Reconstitution des liaisons rompues sous l'effet d'une scission : déformation irréversible (*ductilité*)

LA FRAGILITÉ = absence de ductilité (*pas de caractère plastique*)

Faible nombre et mobilité réduite des dislocations



Non reconstitution des liaisons rompues sous l'effet d'une scission : rupture définitive des liaisons

Nombre insuffisant de plans de glissement indépendants

Von Mises : ductilité si $N \geq 5$

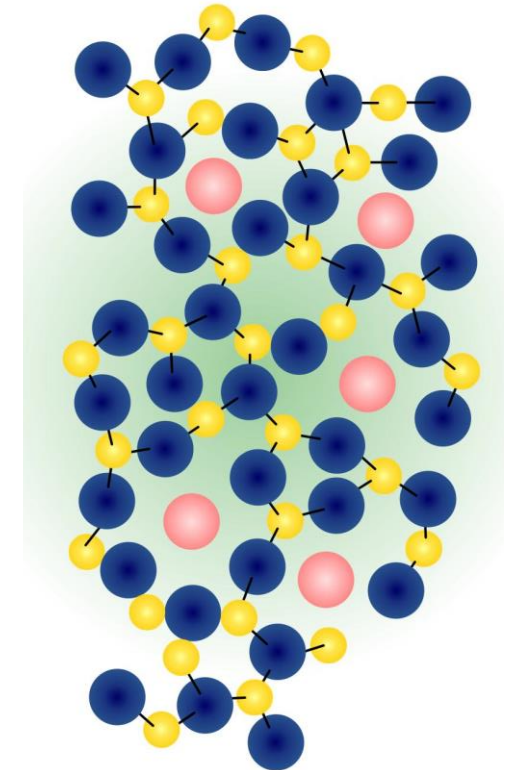
Céramiques cristallines :

$$2 < N < 5$$

Clivage généralement selon les plans denses de faibles indices

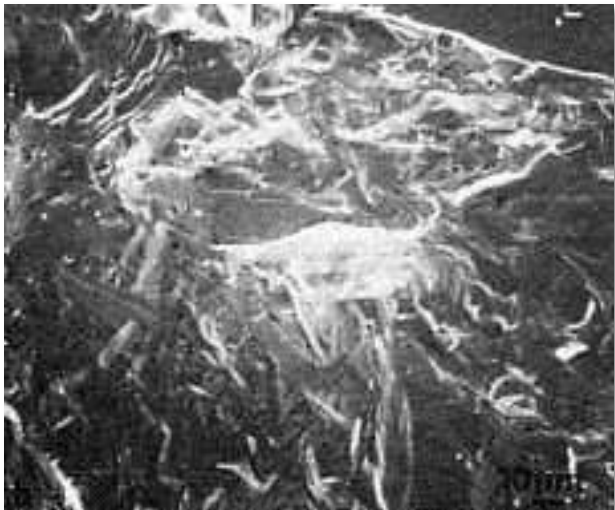
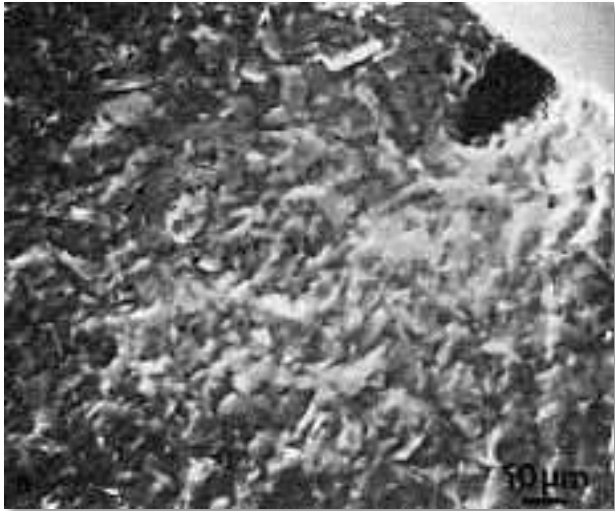
Verres : structures amorphes (*non cristallines*)

$N = 0$ et pas de dislocation



Tous les matériaux vitreux sont fragiles

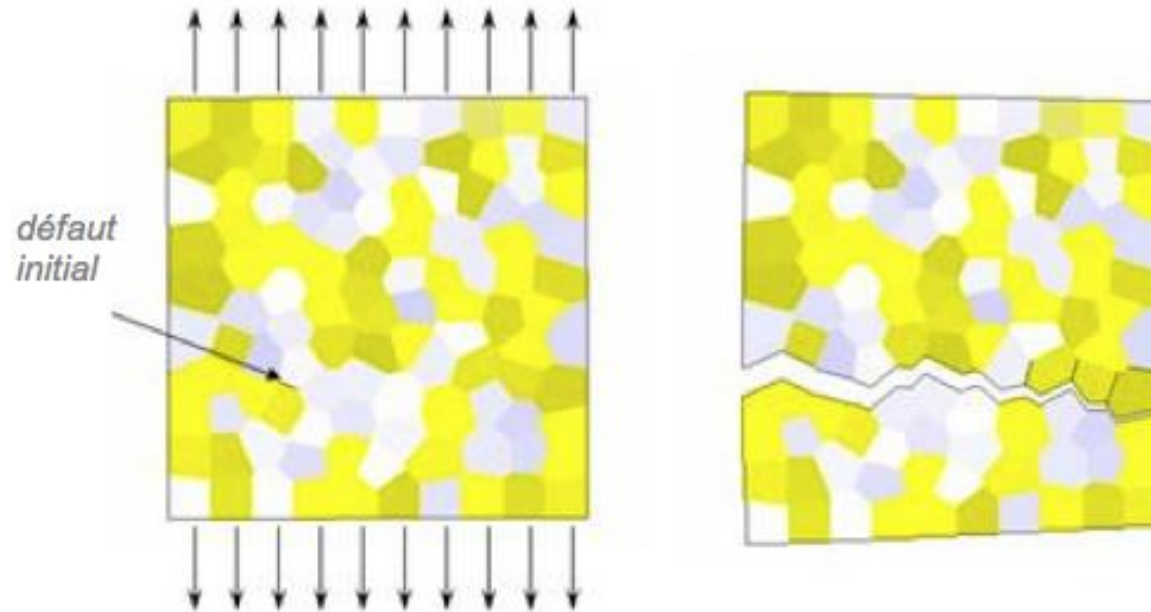
Conséquences : GRANDE SENSIBILITÉ AUX DÉFAUTS MICROSTRUCTURAUX



Porosité, amas de gros grains...

Défauts de grandes tailles par rapport aux dimensions du réseau cristallin

- Porosités, microfissures... (*élaboration*)
- Joints de grains, inclusions, impuretés, amas de grains, secondes phases...
- Écaillages, rayures superficielles... (*usinage*)



*Rupture brutale
par clivage à
partir du défaut
le plus sévère
(« défaut
critique »)*

*Vitesse de propagation des fissures limitée par la vitesse du son
dans le matériau (propagation d'une onde dans un milieu élastique)*

Conséquences : La **RÉSISTANCE À LA RUPTURE** σ_R d'une céramique n'est pas une propriété intrinsèque

La contrainte à la rupture σ_R dépend de la nature, de la taille, de la géométrie, de la localisation et de l'orientation des défauts contenus dans le matériau

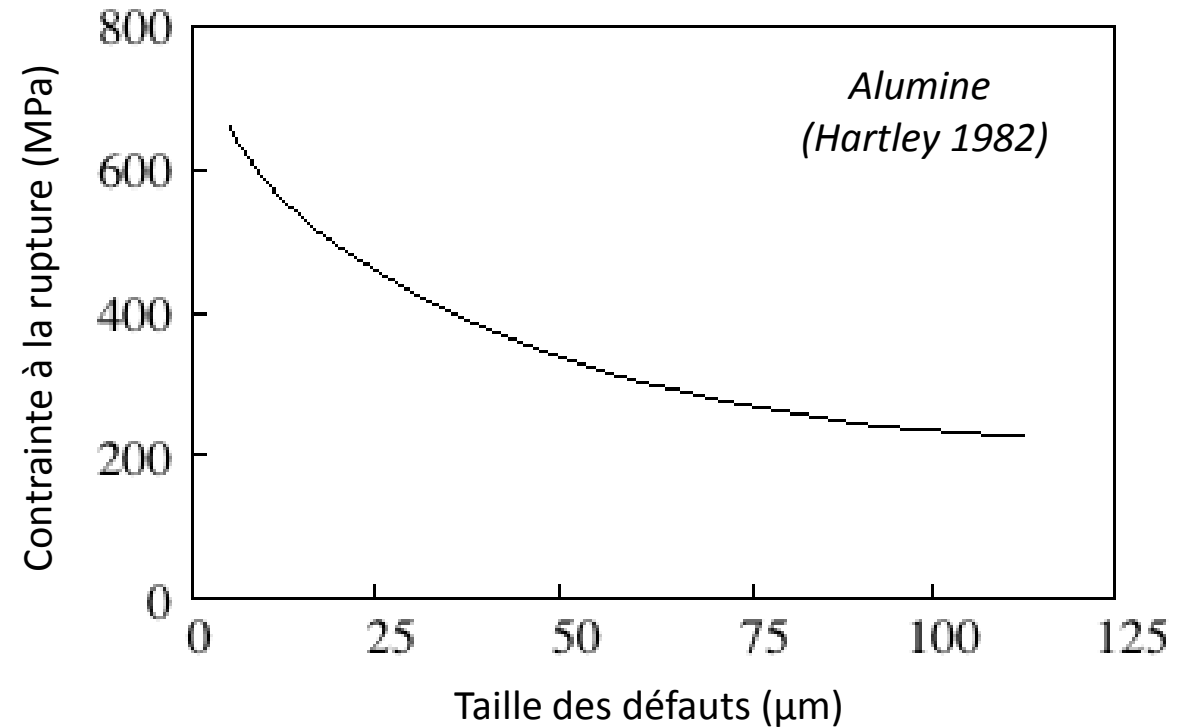


1. Dispersion importante autour d'une valeur moyenne

Nécessité d'établir avec précision des **critères de rupture fiables** avant toute application mécanique des pièces céramiques

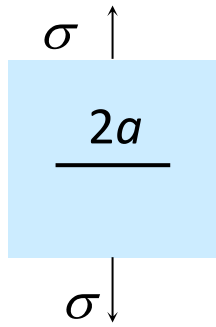


2. Forte sensibilité au type de sollicitation



S_R (MPa)	Al_2O_3	Y-TZP	Si_3N_4	SiC
Traction	180	360	270	250
Flexion	320	500	480	470
Compression	1800	3500	1500	2100

II.3 Critère de fragilité : LA TÉNACITÉ

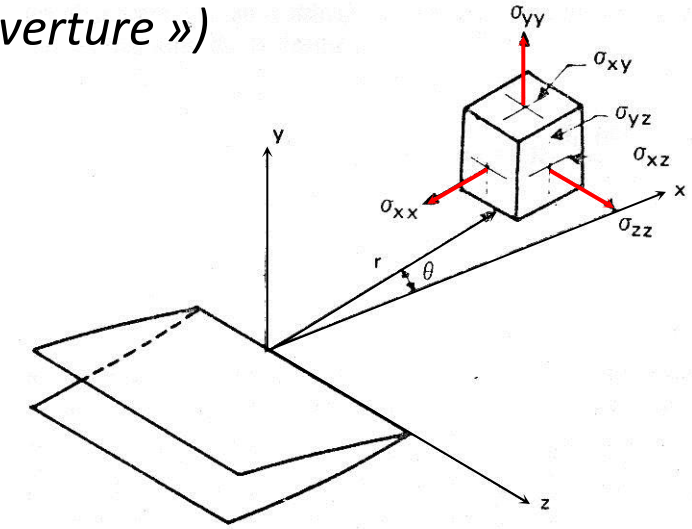


Analyse du champ des contraintes **en mode I** (*mode « par ouverture »*)
au voisinage de l'extrémité d'une fissure

$$s_{ij} = K_I \frac{f_{ij}(q)}{\sqrt{2\rho r}}$$

K_I : facteur d'intensité de contrainte
dépend de la contrainte appliquée σ
et la taille $2a$ du défaut

Défauts de petites tailles (*plaque infinie*) : $K_I = \sigma \sqrt{\pi a}$



Propagation brutale et instable d'une fissure à partir d'un défaut de taille $2a$
lorsque K_I atteint une valeur critique K_{Ic} (ou « *ténacité* » en $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

Défaut interne :

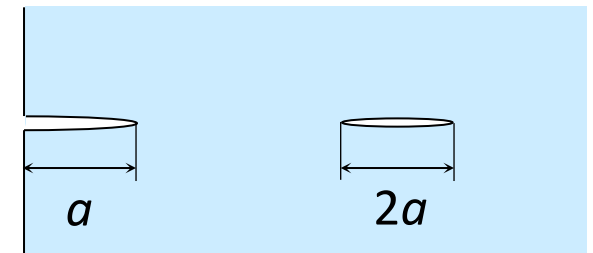
$$K_{Ic} = S_R \sqrt{\rho a} \gg 1,77 S_R \sqrt{a}$$

$$K_{Ic} = S_R \sqrt{\rho a} \quad \text{soit} \quad S_R = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\rho a}}$$

La *ténacité* permet de relier la contrainte à rupture à la taille du défaut critique



La *ténacité* est une **propriété intrinsèque** du matériau



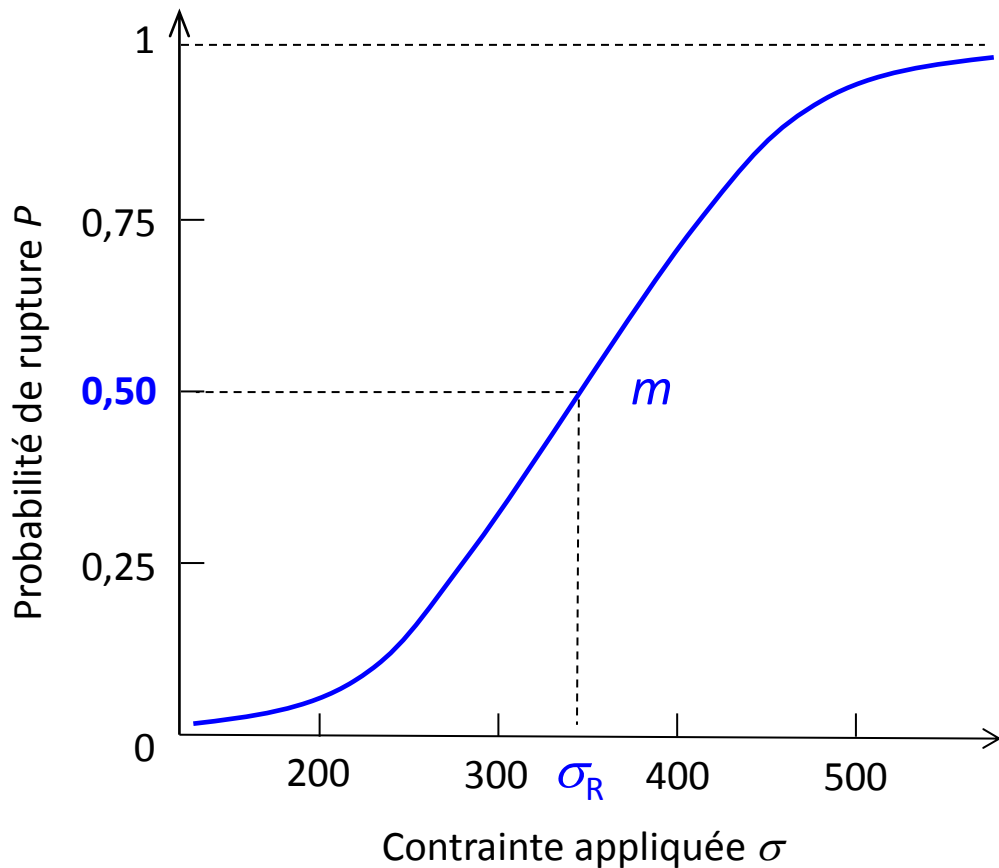
Fissure débouchante :

$$K_{Ic} = 1,22 S_R \sqrt{\rho a} \gg 2 S_R \sqrt{a}$$

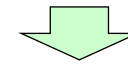
Probabilité de rupture

La probabilité de rupture P d'une pièce céramique de volume V en traction uniforme σ s'écrit :

$$P(V, \sigma) = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$



m : **module de Weibull** (nombre sans dimension) caractérise la **dispersion** (céramiques : $5 < m < 25$)



Plus m est petit plus la courbe est étalée (*dispersée*)

σ_0 : **paramètre d'ajustement** (dimension d'une contrainte)

V_0 : **volume de référence** (arbitrairement $V_0 = 1 \text{ m}^3$)

σ_R : **contrainte moyenne à la rupture** d'un lot de pièces (correspond à $P = 0,5$)

Application : comparaison des performances de deux céramiques

Céramique 1 : $\sigma_R = 500$ MPa et $m_1 = 6$

Céramique 2 : $\sigma_R = 400$ MPa et $m_2 = 12$

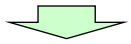
Probabilités de rupture :

P_1 (350 MPa) = 7,8 %

P_1 (280 MPa) = 2,1 %

P_2 (350 MPa) = 13 %

P_2 (280 MPa) = 0,9 %



Céram 1 > Céram 2



Céram 2 > Céram 1

Équiprobabilité :

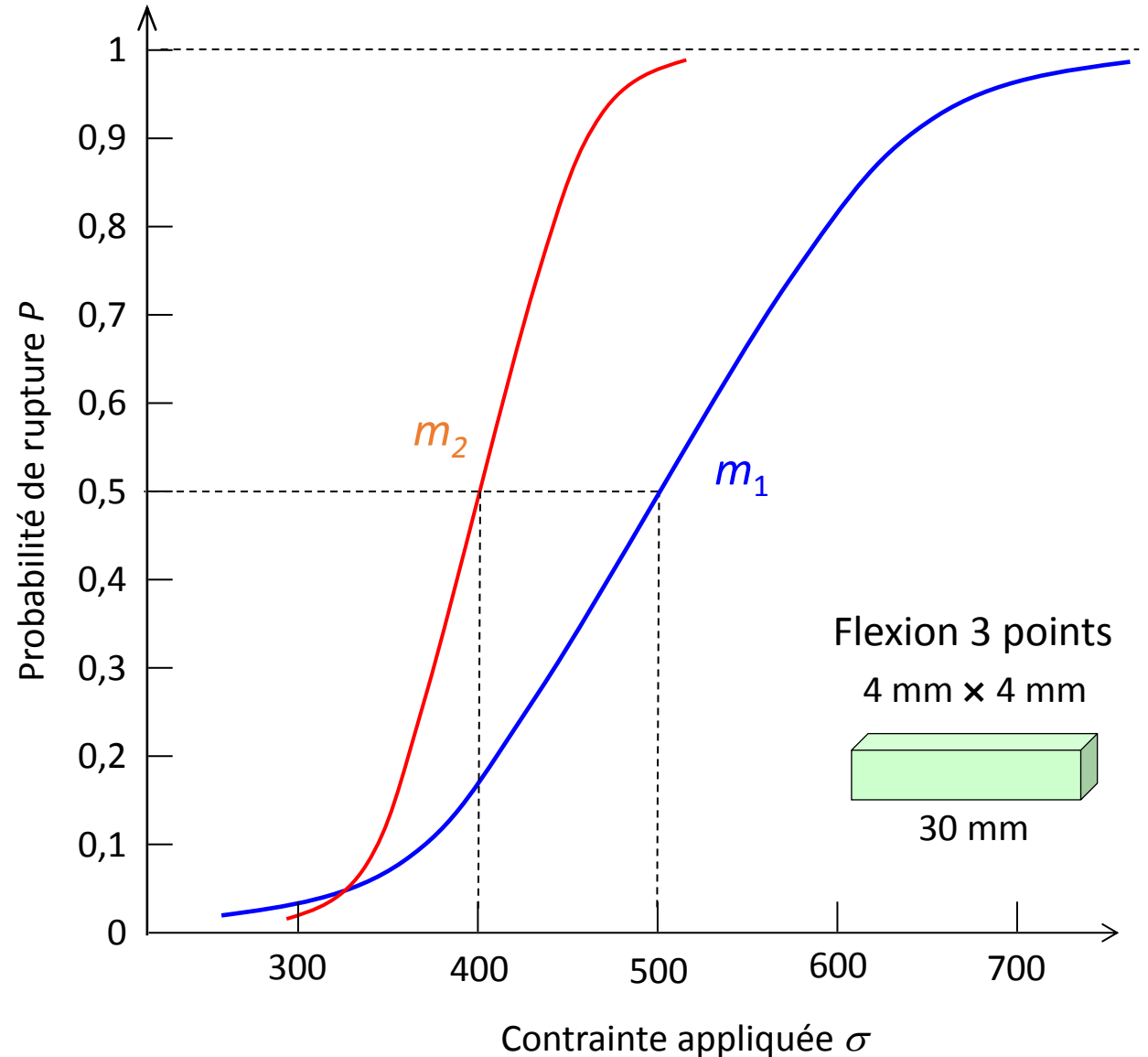
$P_1 = P_2 = 4,6$ % à $\sigma = 320$ MPa

$\sigma < 320$ MPa

Meilleures performances avec la **céramique 2**

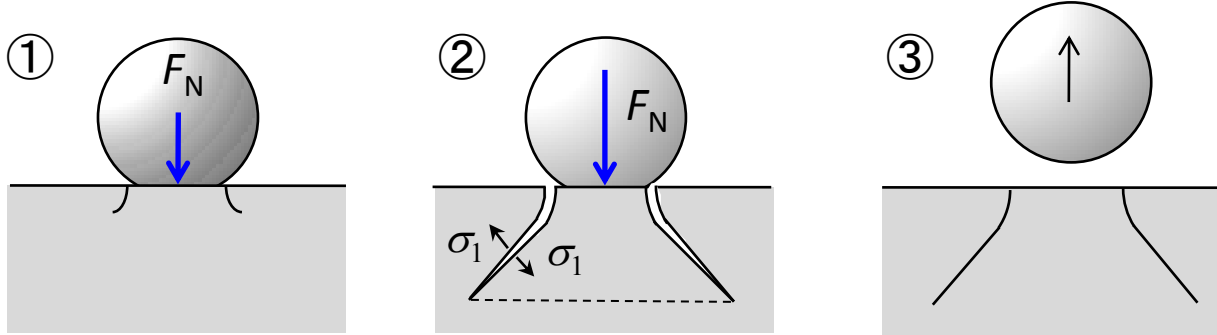
$\sigma > 320$ MPa

Meilleures performances avec la **céramique 1** mais probabilités de rupture élevées



II.6 COMPORTEMENT AU CONTACT statique

a) Contacts hertziens (*bille-plan*) : réponse purement élastique



Fissuration annulaire
(tension en périphérie
du contact)

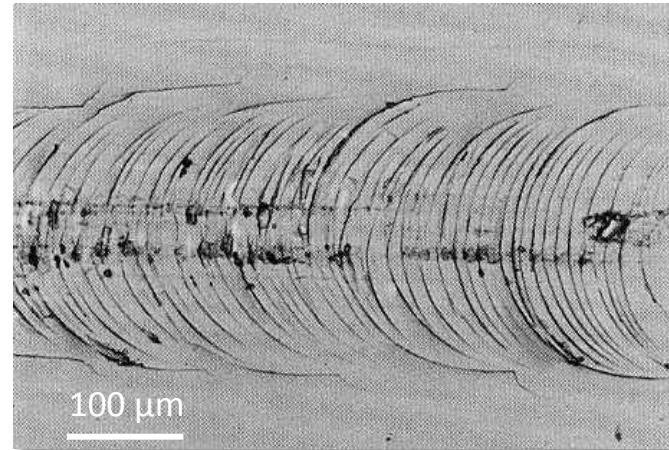
Fissuration
conique

Fermeture de la fissure
au déchargement

Extension au glissement

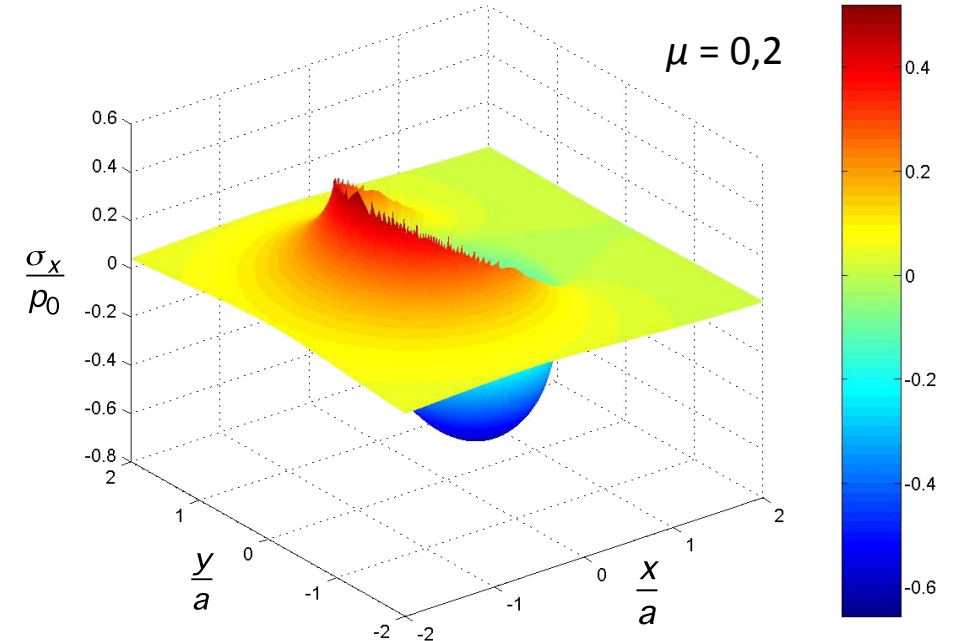
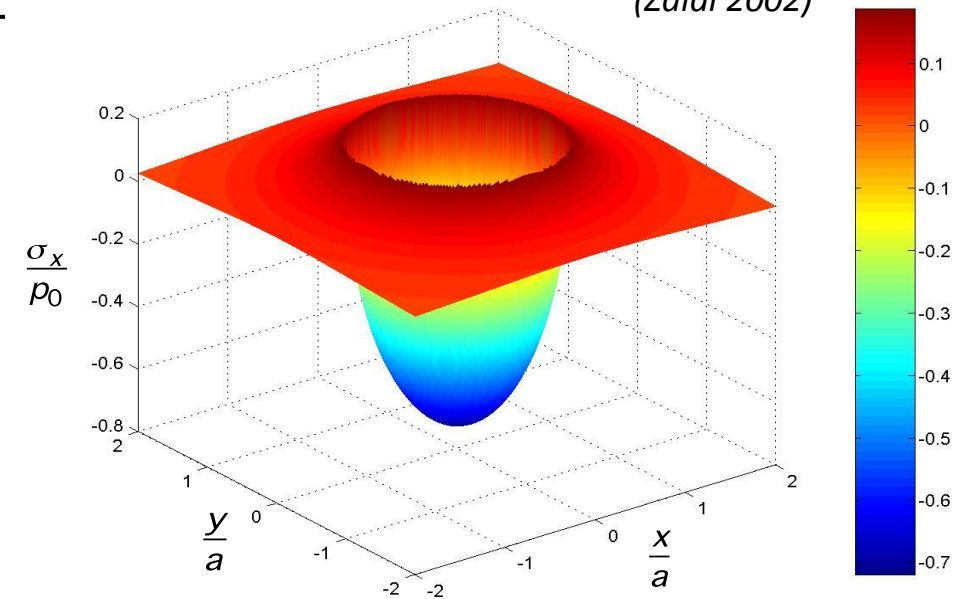
Tension maximale à
l'arrière du contact

Fissures semi-coniques
à l'arrière du contact
(en tension)



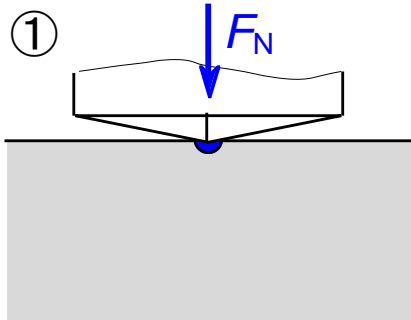
Glissement d'une bille en carbure de tungstène sur une
surface lisse de verre (Shipway, in Hutchings 1992)

(Zaidi 2002)

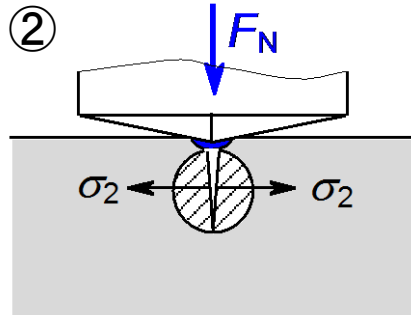


Comportement au contact

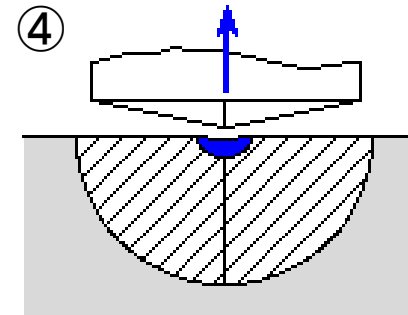
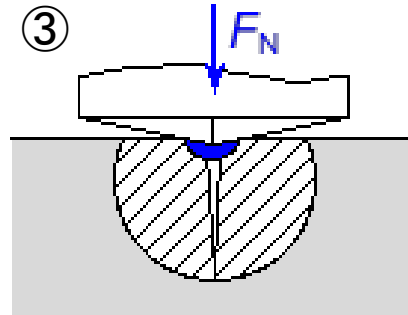
b) Indenteurs Vickers (pyramide) : réponse élasto-plastique (empreinte permanente : mesures de dureté)



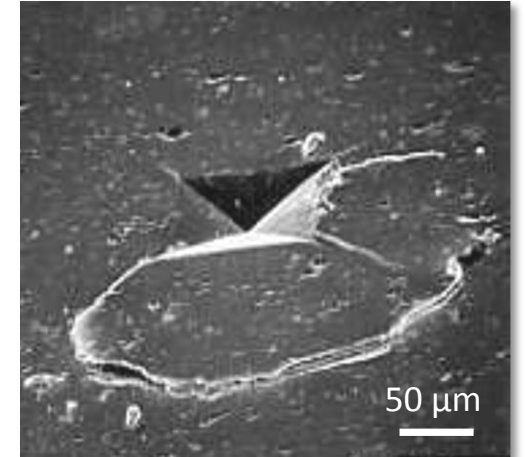
Écoulement plastique confiné sous le contact



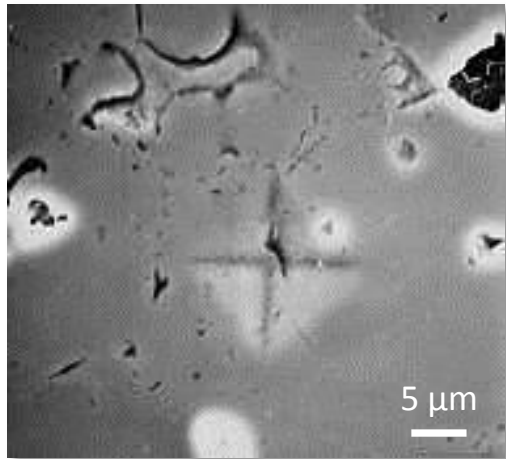
Formation de fissures médianes perpendiculaires à la surface (en tension au chargement) et développement de fissures radiales superficielles



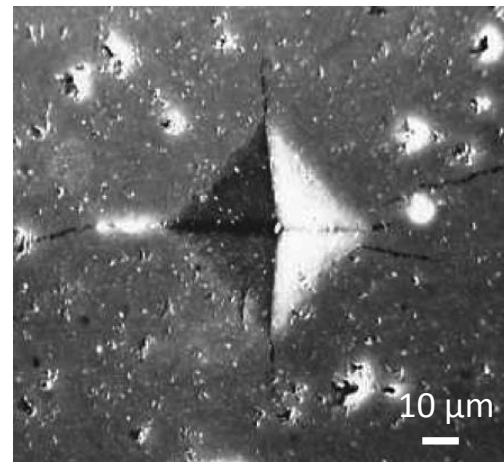
Extension et fermeture des fissures au déchargement



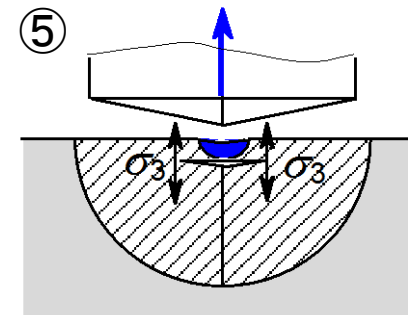
Fissuration latérale (PSZ - 200 N)



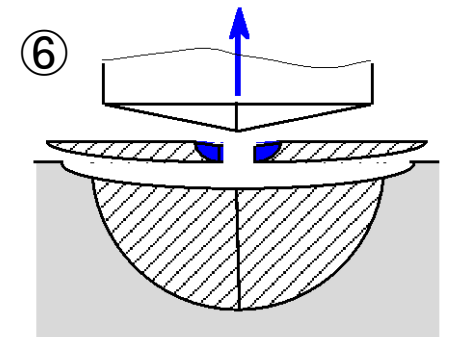
Déformation pure (PSZ - 3 N)



Fissuration radiale (Si_3N_4 - 5 N)



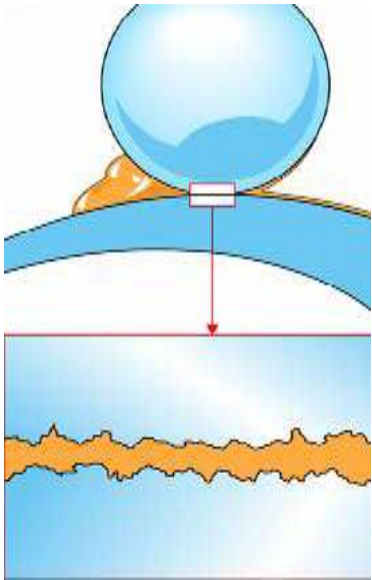
Formation de fissures latérales parallèles à la surface à partir de la zone plastique (en tension au déchargement) et écaillage final



II.7 COMPORTEMENT AU FROTTEMENT : Concept de **troisième corps** et notion d'écran dynamique

Utilisation d'un lubrifiant

Phénomène de portance
Séparation des surfaces

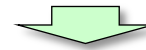


Épaisseur du film : 0,1 à 1 μm

Rôle des propriétés
mécaniques des matériaux
(*modèles prédictifs*)

Fonctionnement sans lubrifiant

Interactions directes entre solides : destruction
des surfaces et **détachement de particules**



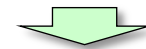
Piégeage des débris **DANS** le contact

Réactions avec l'environnement

Formation d'un **troisième corps** (*tribofilm...*)

Séparation des surfaces (*complète ou partielle*)

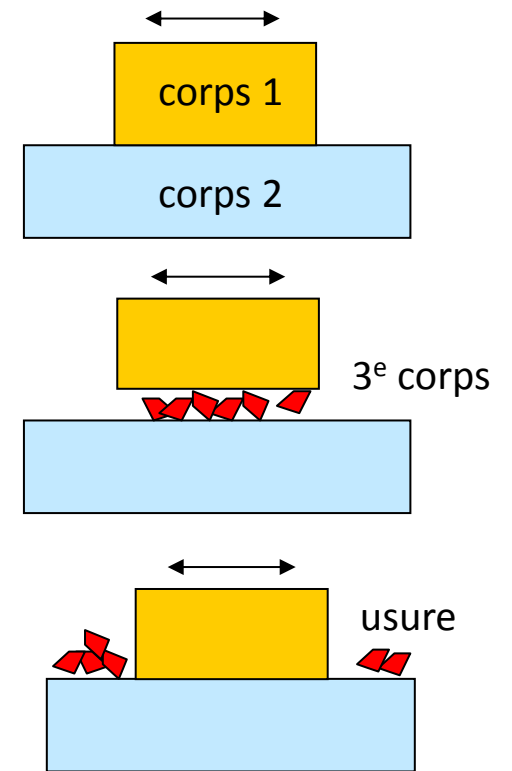
Réduction des interactions entre surfaces



Éjection des débris (*provisoire ou définitive*)

HORS du contact : intensification des
interactions entre les surfaces

La **performance tribologique** d'un couple
de matériau **dépend des propriétés de**
l'interphase produite par les surfaces et ses
capacités à la maintenir dans le contact



Définition actuelle de
l'**usure** = quantité de
matière **définitivement**
perdue par le contact

Matériaux étudiés (couples homogènes)

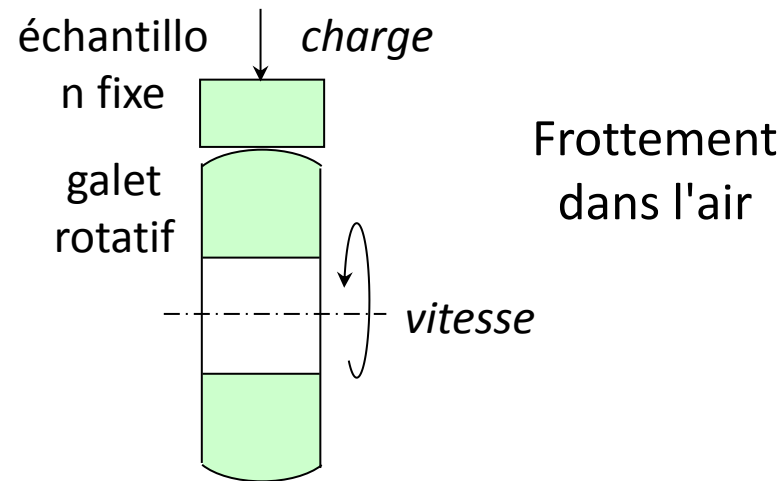
Carbure de silicium SSC

Nitrure de silicium SiAlON

Alumine $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$

Zircone PSZ

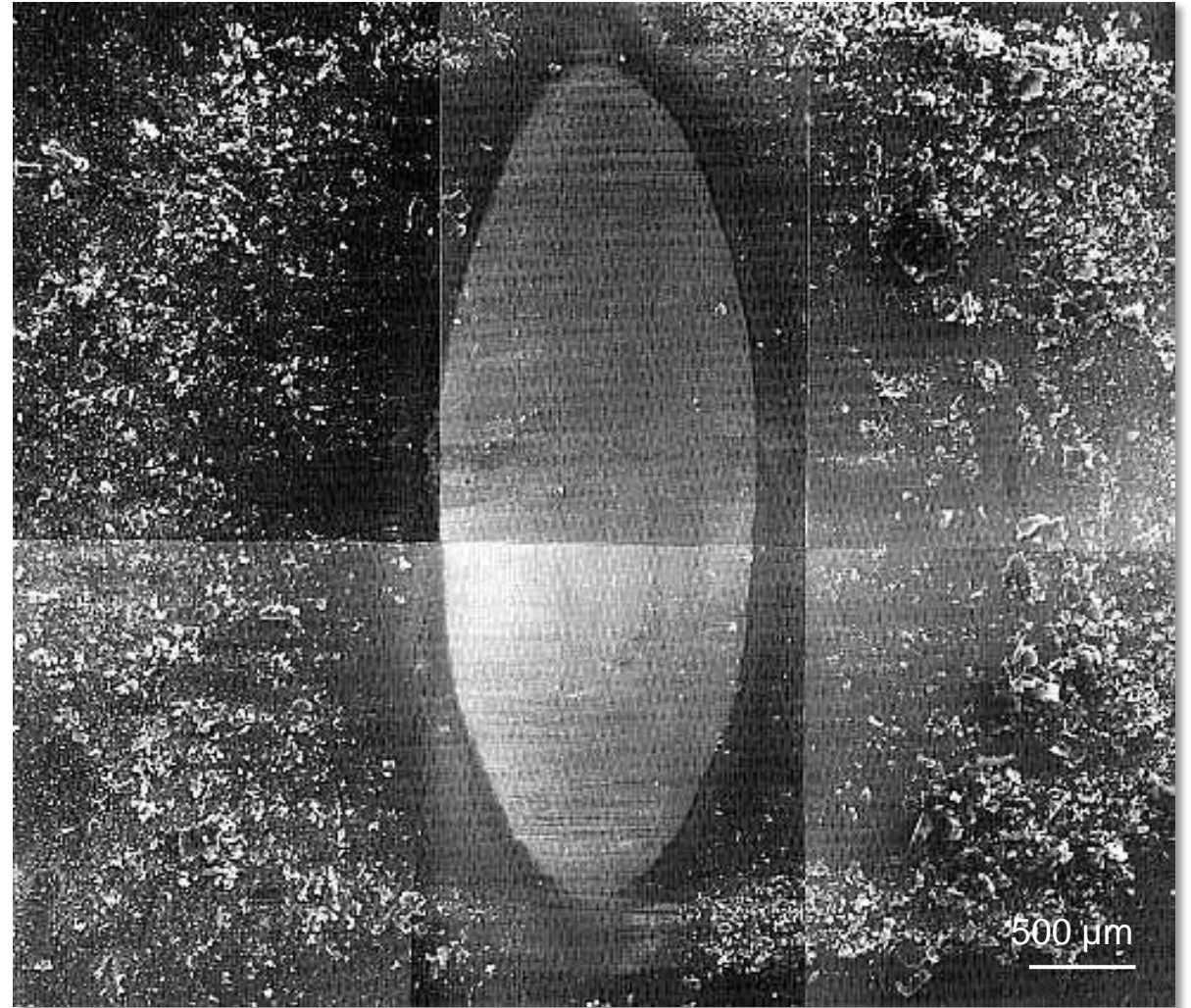
Configuration (particulière) du contact



Conditions de frottement

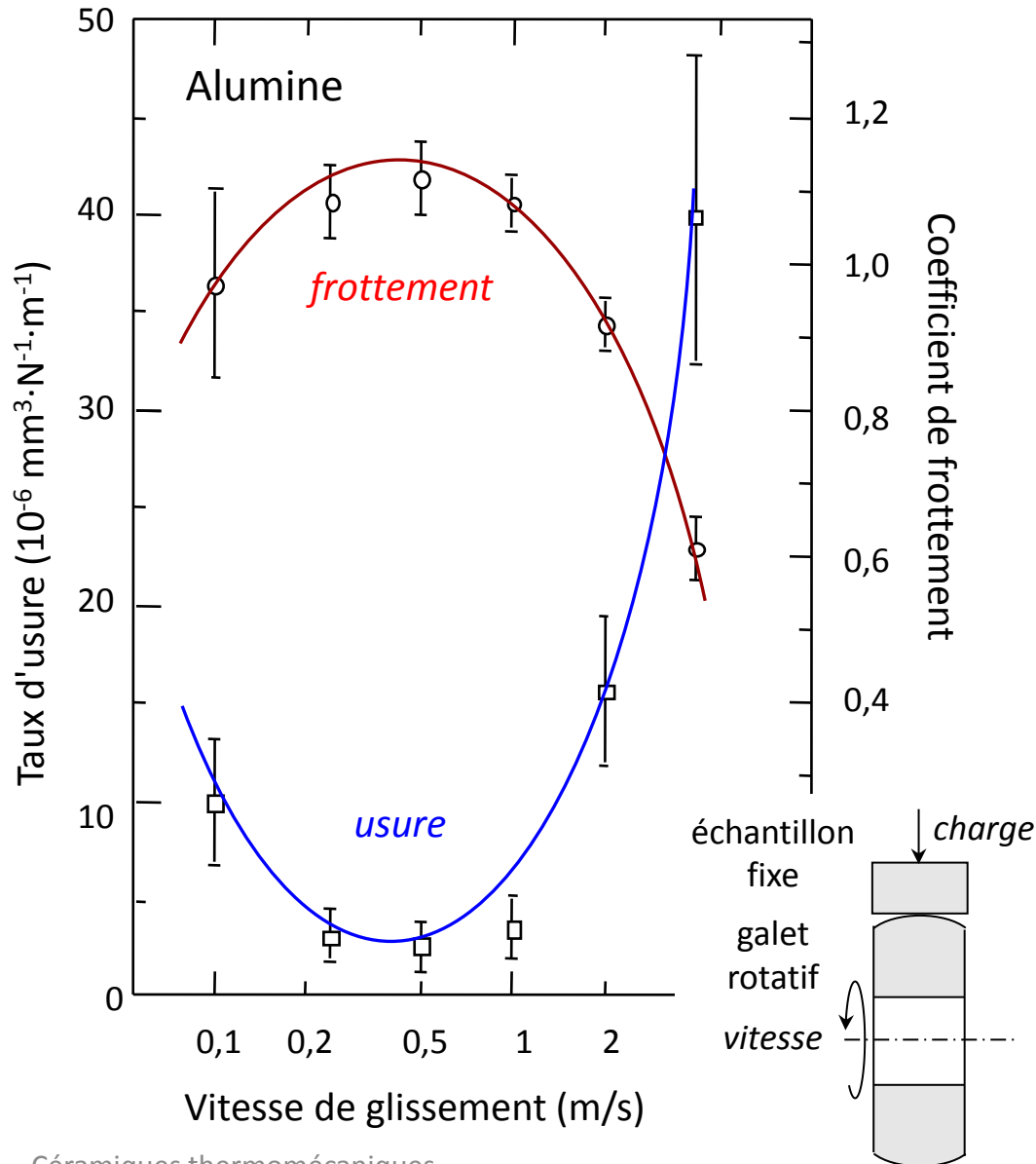
$0,1 < \text{vitesses} < 4 \text{ m/s}$

$1 \text{ N} < \text{charges} < 40 \text{ N}$

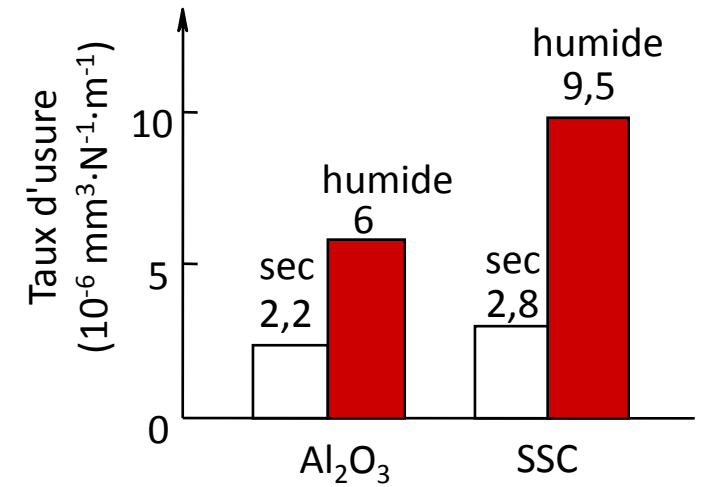
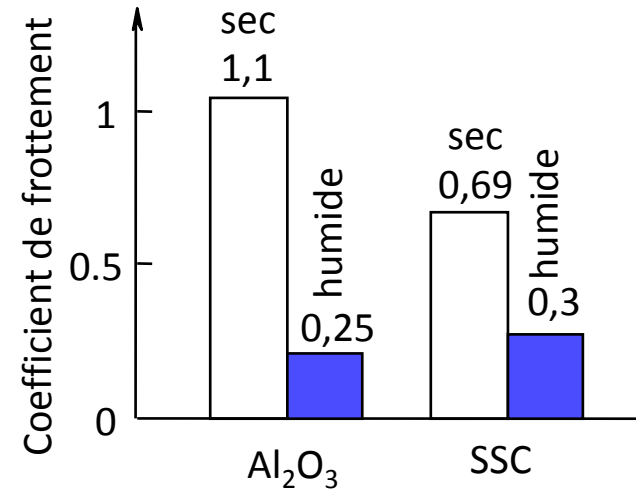


Production d'une grande quantité de débris
(SSC-SSC, 40 N, 0,25 m/s, 500 m)

Comportement au frottement (alumine, zircone, carbure et nitrure de silicium) : rôle des éléments interfaciaux



✓ Effet de l'élimination des débris de la zone de contact (*balai humide*)



Coefficient de frottement : illustre la quantité de débris présent dans le contact

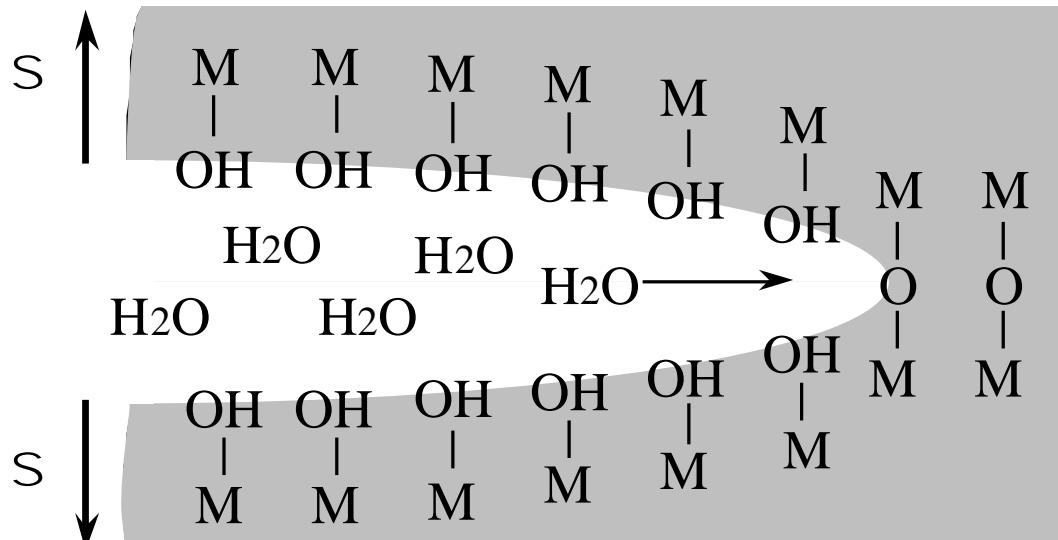
Taux d'usure : traduit le débit de débris circulant dans le contact

Importance du dispositif d'essai : configuration particulière et cinétique particulière

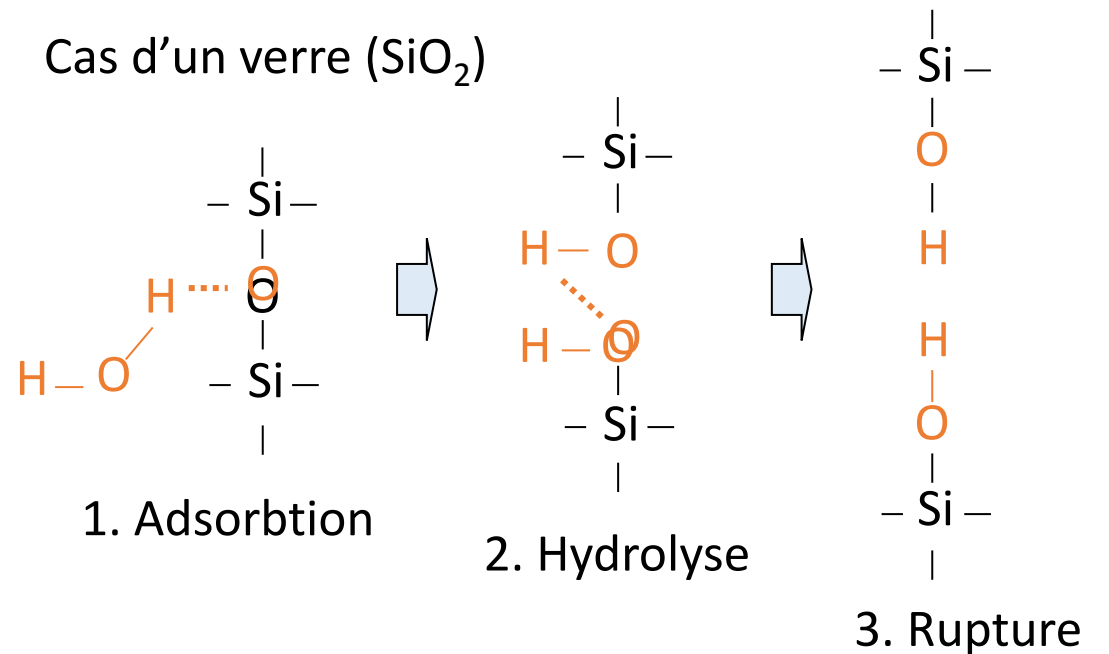
II.5 RUPTURE DIFFÉRÉE : fissuration sous-critique et **fatigue** des céramiques

Phénomène de **croissance lente des fissures** à $K_I < K_{Ic}$
sous l'effet d'un mécanisme de **corrosion sous contrainte** (*Charles 1958*)

Distorsion locale du réseau atomique et augmentation des potentiels chimiques dans les zones de faible rayon de courbure (*Michalske & Freiman 1982, 1987*)

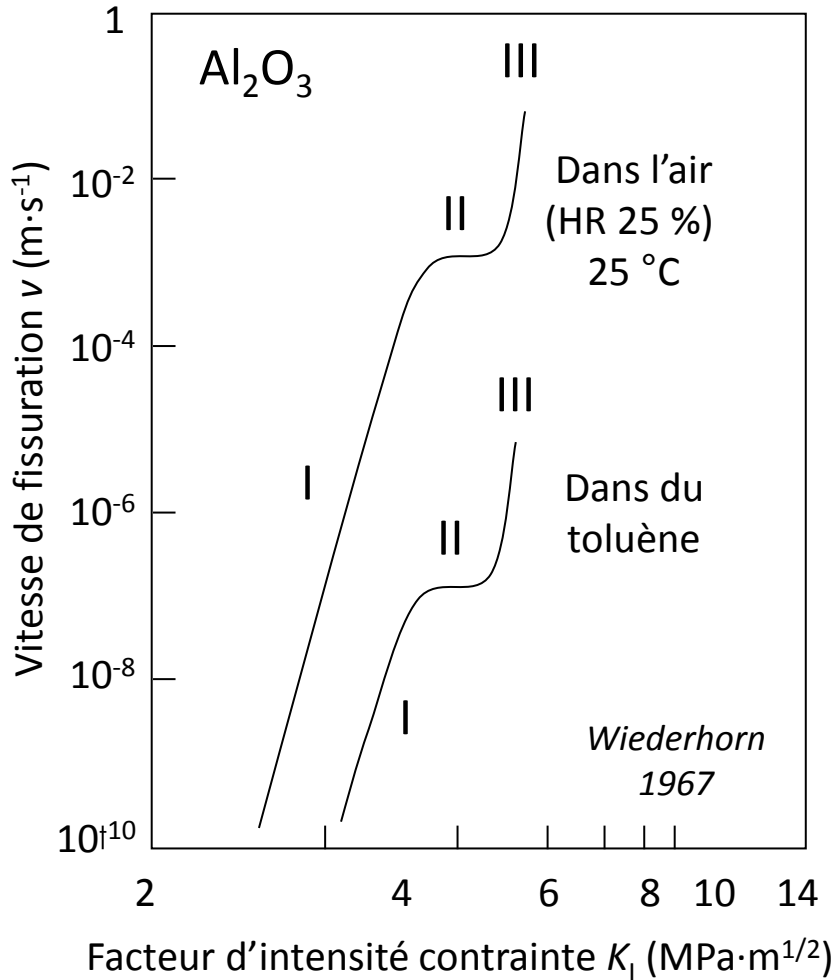


Formation d'un hydroxyde (*hydratation en présence d'eau vapeur ou liquide*) par **rupture thermochimique des liaisons** M-O-M d'une céramique oxyde et des verres (Si-O-Si)

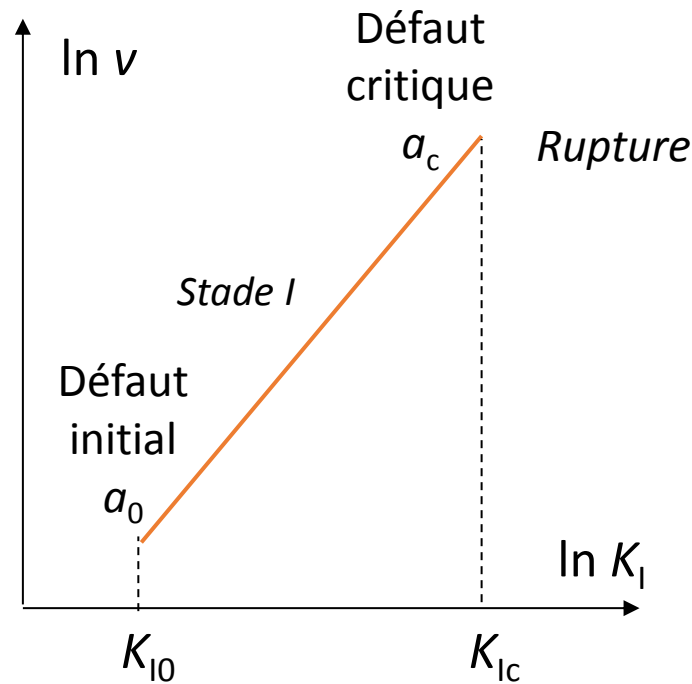


Rupture brutale au bout d'un temps d'autant plus court que la contrainte appliquée est forte

Vitesse de propagation d'une fissure en mode I : diagrammes (K_I, v)



Considération des caractéristiques du stade I pour les calculs de durée de vie (*vitesse élevée des stades II et III : $v > 0,1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$*)



Augmentation de la taille de la fissure de a_0 jusqu'à a_c à contrainte constante σ (*fatigue « statique »*)

$$v = A K_I^n \quad v = \frac{da}{dt} \quad \text{et} \quad K_I = 2 S \sqrt{a}$$

n : facteur de sensibilité à la fatigue statique

Pour la plupart des oxydes et les SiAlON : $10 < n < 20$
 Pour les carbures et les nitrures de silicium : $50 < n < 100$

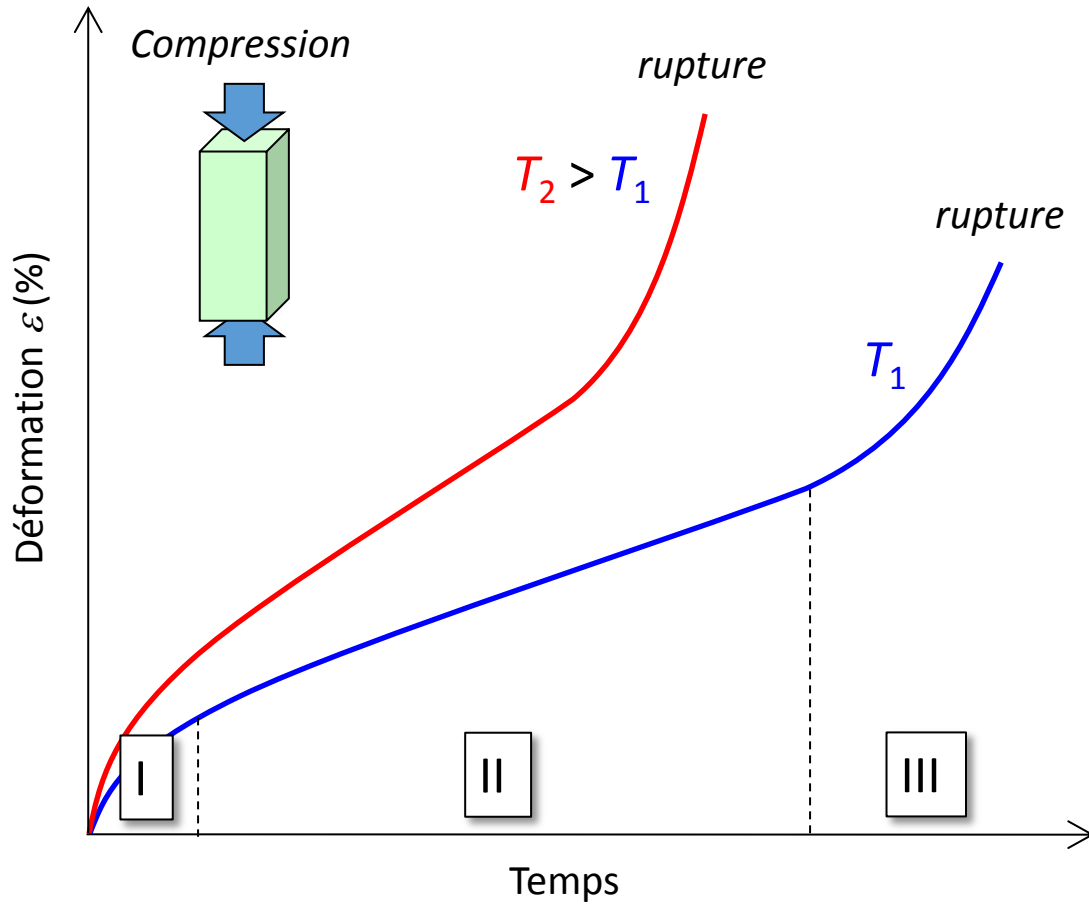
La durée de vie t dépend d'une **probabilité consentie** de pièces cassées

$$t = \frac{S_0^{n-2}}{2 A (n - 2) K_{Ic}^{n-2} S^n} \frac{1}{V} \ln \frac{1}{1 - P_0} \frac{1}{\dot{\epsilon}^{\frac{n-2}{m}}}$$

II.8 Comportement à haute température : LE FLUAGE

Déformation *irréversible* au cours du temps

d'un matériau soumis à une charge constante à température constante



Déformation totale à rupture < 2 à 3 %

Domaine I

$$\varepsilon = A_1 \ln(t)$$

Fluage α : **primaire**
ou transitoire

Domaine II

$$\varepsilon = A_2 t$$

Fluage β : **secondaire**
ou stationnaire

Domaine III

$$\varepsilon = A_3 \exp(t)$$

Fluage χ : **tertiaire**
ou accéléré

L'essentiel de la **durée de vie**
de la céramique a lieu
pendant le fluage secondaire

Vitesse (taux) de déformation $\dot{\varepsilon}$
pendant le fluage secondaire (s^{-1})

$$\dot{\varepsilon} = \frac{de}{dt} = a \frac{\sigma^k}{d^m} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

σ : contrainte appliquée (Pa)

d : taille de grains (m)

T : température absolue (K)

k et m : paramètres de fluage

Q : énergie d'activation ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)

R : constante thermodynamique
($8,31 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

Le fluage : mécanismes de déformation

Fluage primaire

Écoulement visqueux
des phases amorphes
(verres, joints de grain)

$$k > 1 \text{ et } m = 0$$

ou

Mouvements de
dislocations

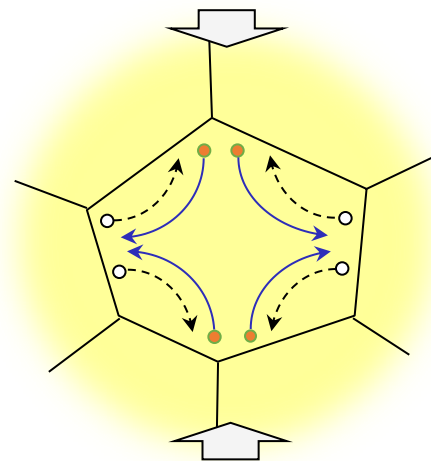
(par glissement et
montée combinés) dans
les monocristaux ou
sous forte contrainte
dans les polycristaux

$$4 < k < 5 \text{ et } m = 0$$

Fluage secondaire

Transport de matière par diffusion
constituant le matériau : transport de lacunes
vers les parties en compression entraînant
un flux de matière dans le sens opposé

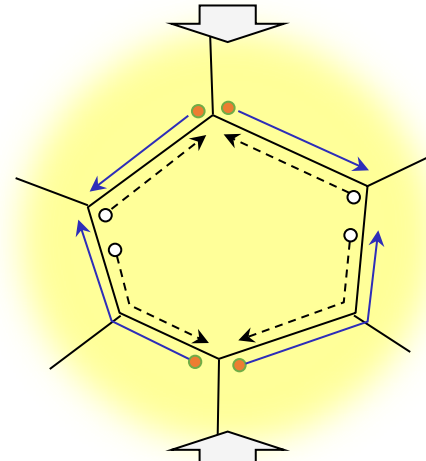
Diffusion dans le
volume des grains



Fluage **Nabarro-Herring**

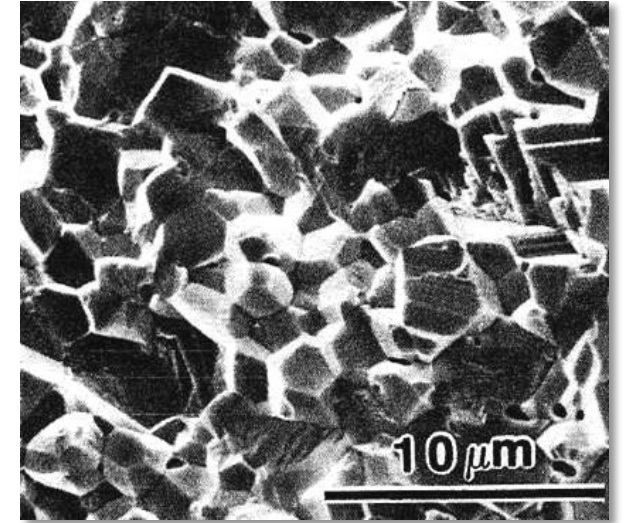
$$k = 1 \text{ et } m = 2$$

Diffusion aux
joints de grains

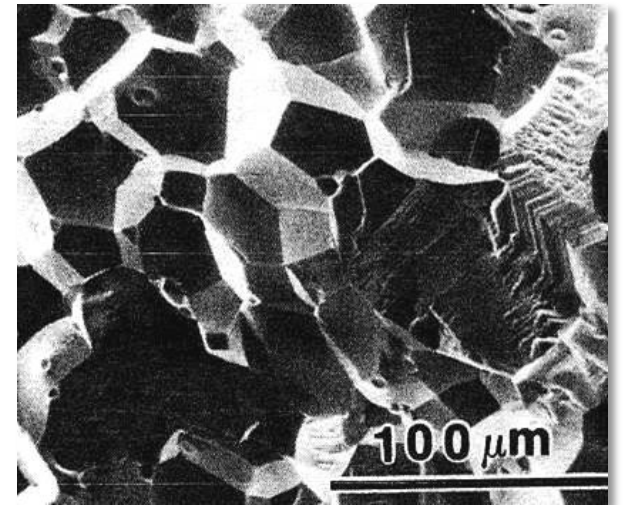


Fluage **Coble**

$$k = 1 \text{ et } m = 3$$



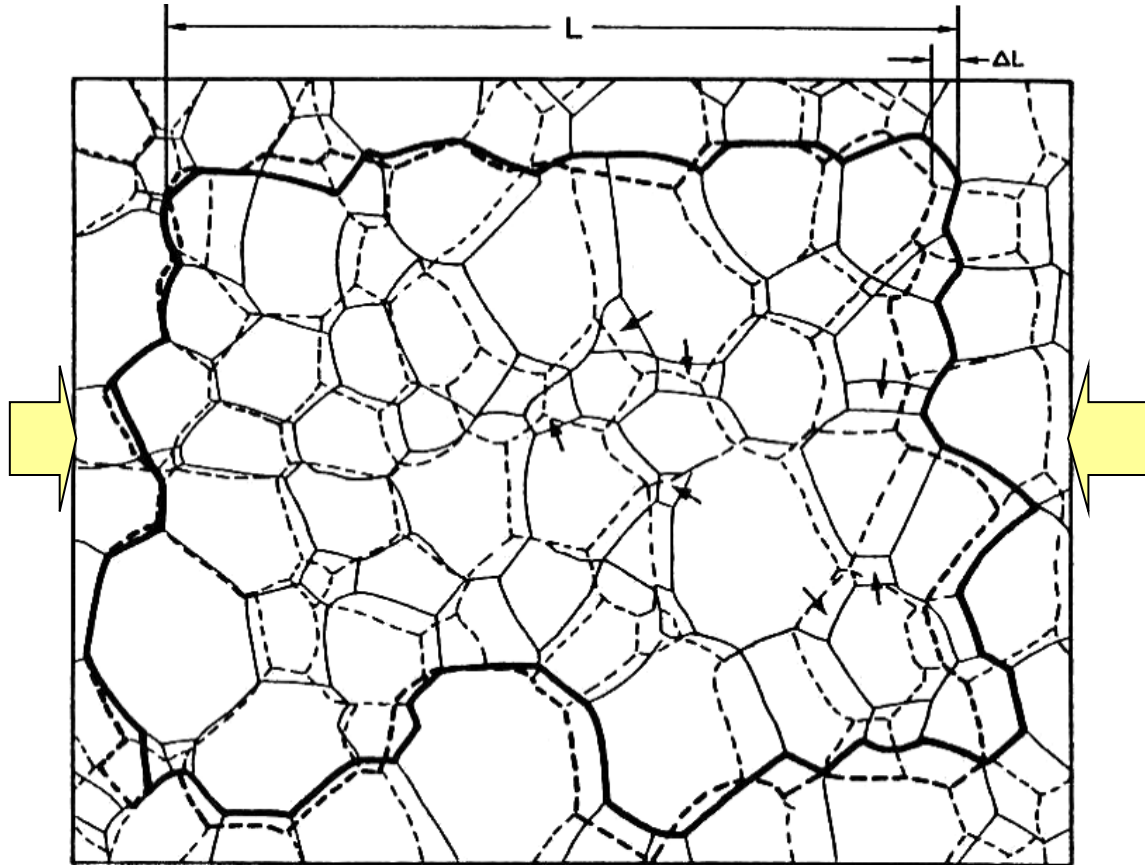
Alumine à petits grains (2,5 μm)



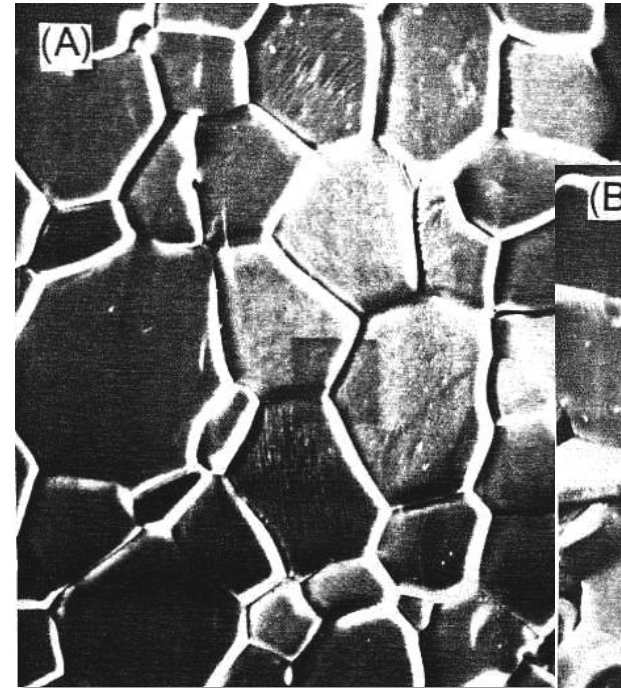
Alumine à gros grains (80 μm)

Compatibilité de la déformation : diffusion accommodée par « glissement » aux joints de grains
(*allongement ou du changement de forme de chaque grain*)

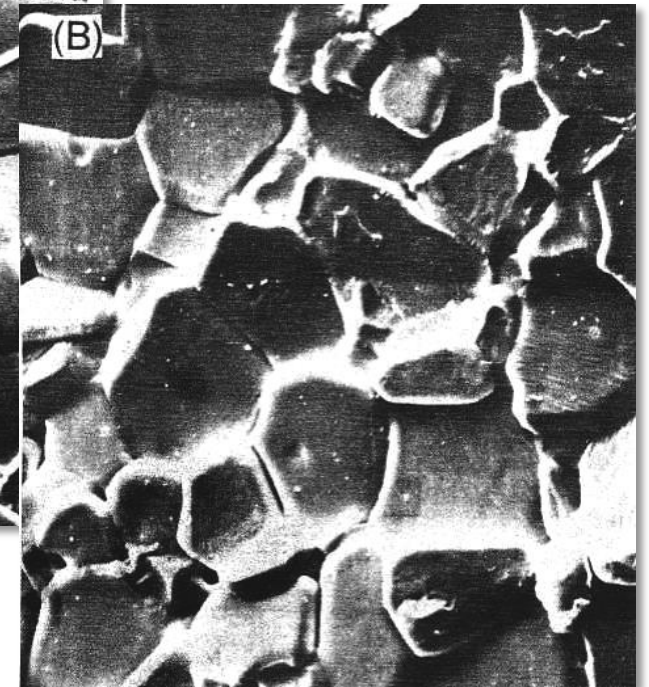
Fluage d'une alumine 1650°C, 82,8 MPa, 5 % de déformation (*compression horizontale*)



Évolution de la microstructure (*taille grains 30 μm*)



Émergence des grains superficiels



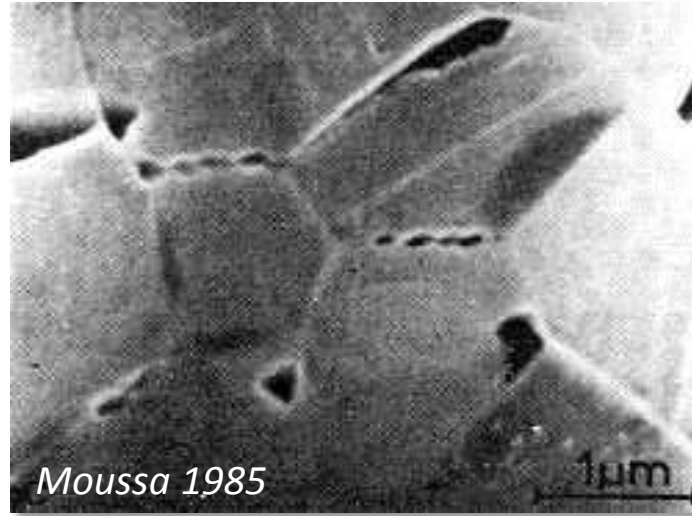
(A) 2,7 % et (B) 10 %
de déformation

(Cannon & Sherby 1977)

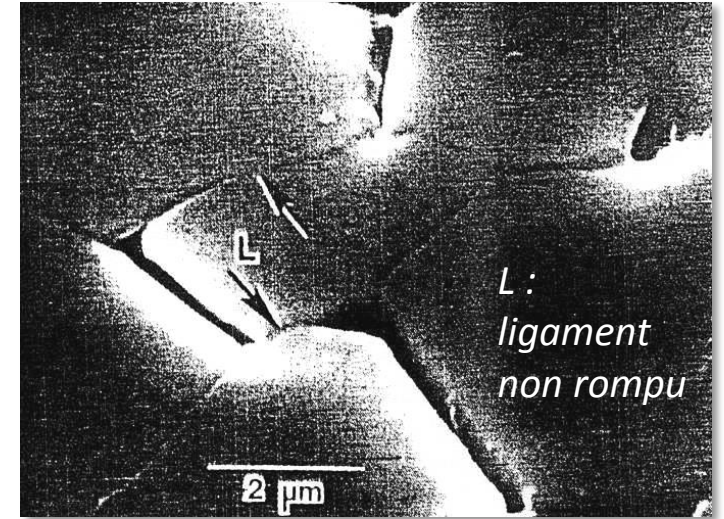
Fluage-cavitation

Fissuration multiple aux joints des grains (*Kossowski 1975*)

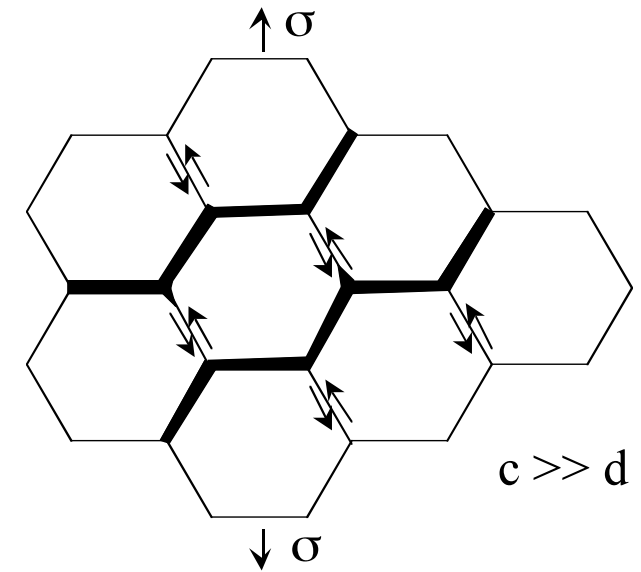
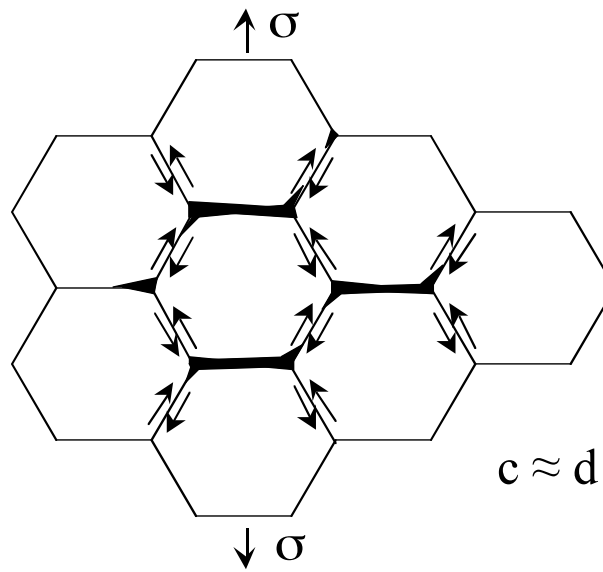
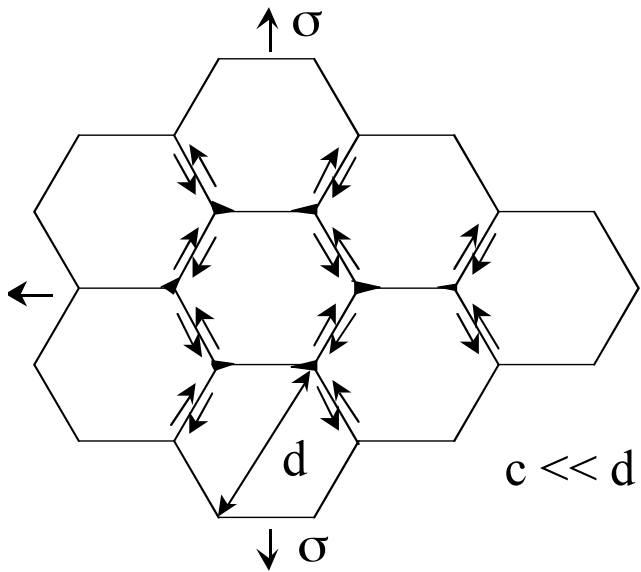
Formation de cavités aux joints triples, croissance (*coalescence des cavités*) et propagation des microfissures (*séparation des grains*)



SiC 1500 °C - 150 puis 220 MPa



Alumine 1000 °C, 80 MPa, 78 h, déf. 0,076 %



II.9 Comportement aux **CHOCS THERMIQUES**

Changement brutal de température

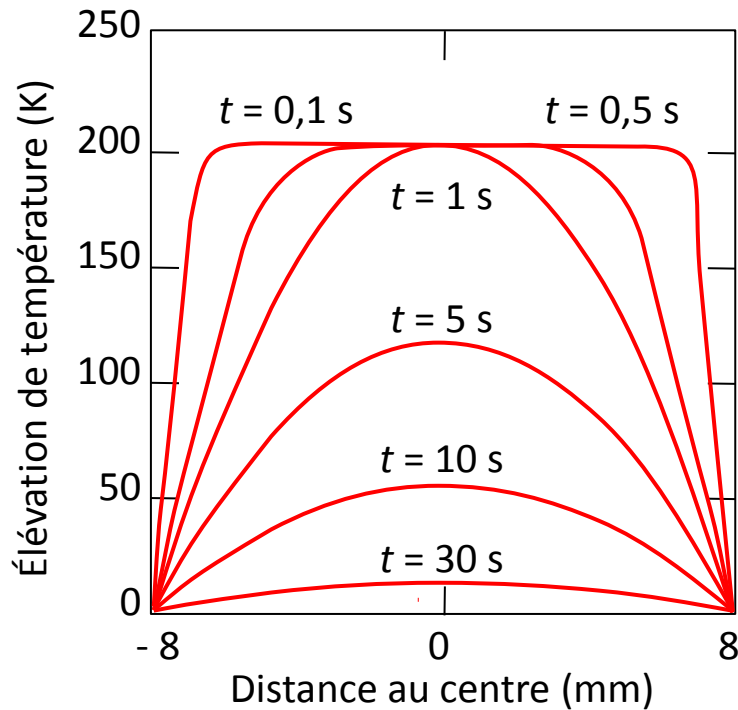


Génération d'un gradient de contraintes transitoire dans le matériau

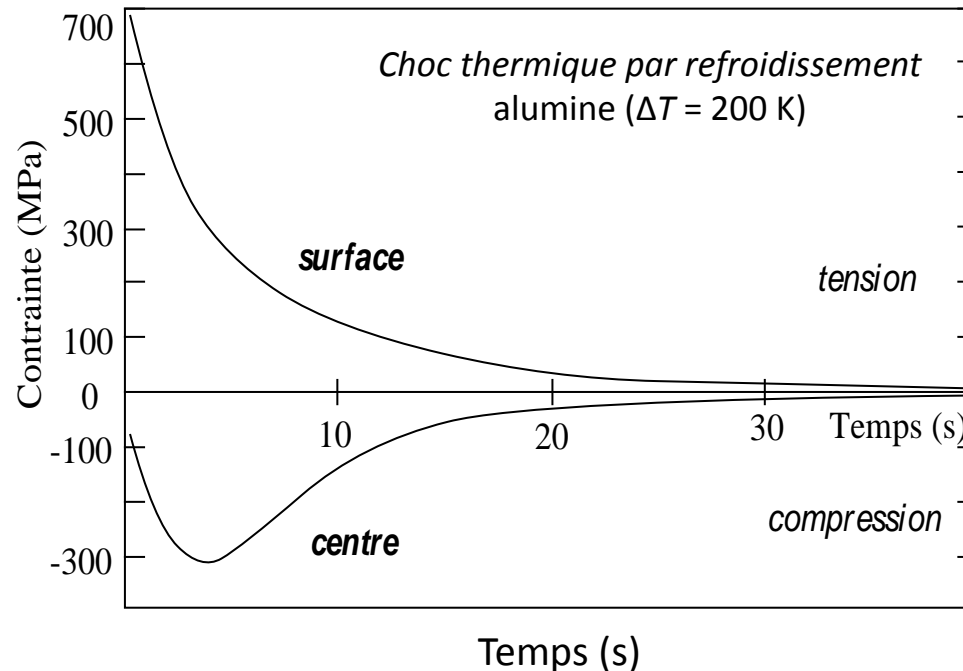


Endommagement local (*fissuration*) si ces contraintes dépassent la résistance à la rupture

Plaque infinie refroidie sur ses deux faces (*alumine, épaisseur 18 mm, amplitude thermique 200 K*)



Évolution des températures au cours du temps

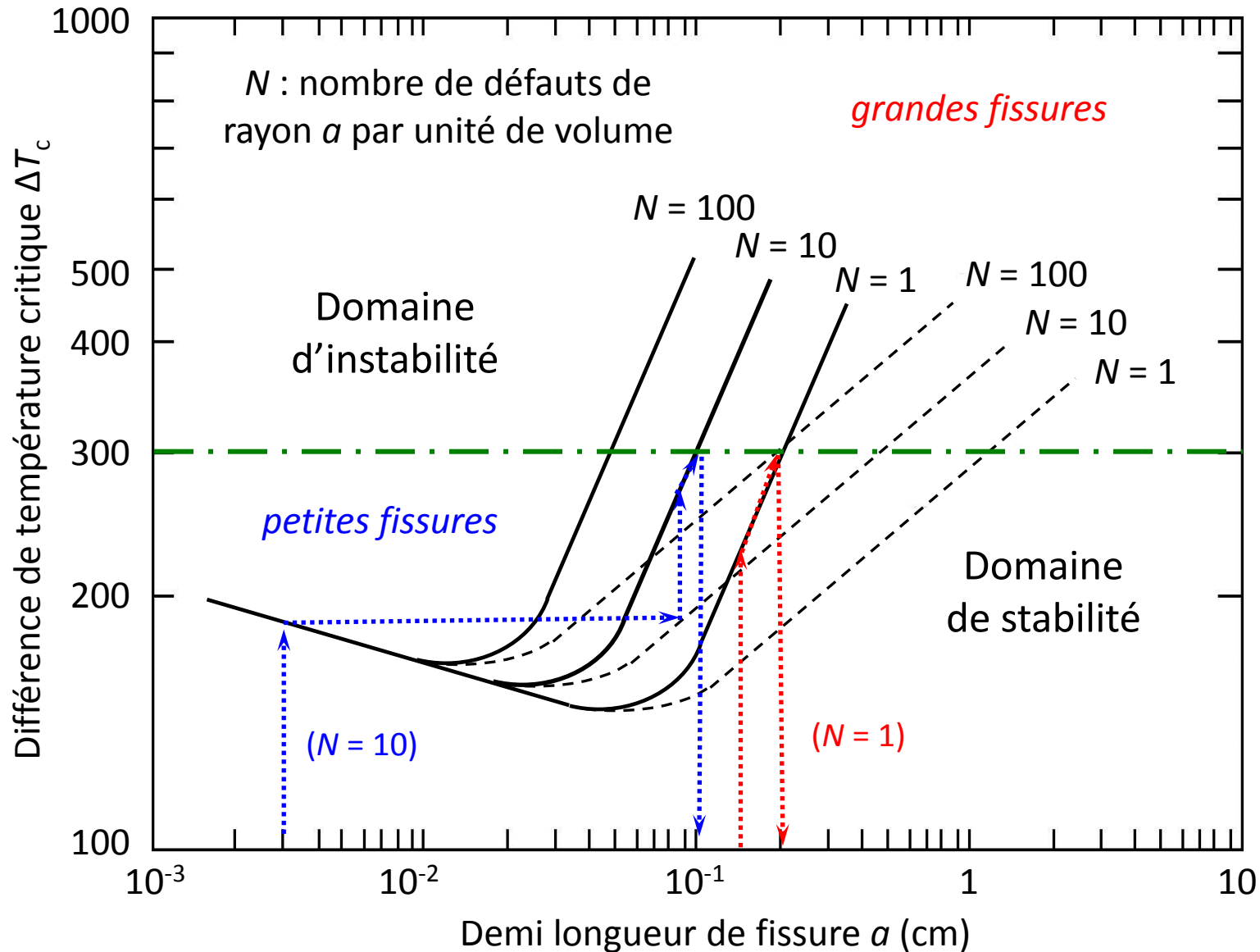


Évolution des contraintes associées en surface et au centre du matériau

Contraintes superficielles en tension (700 MPa) supérieures à la contrainte moyenne à la rupture du matériau (450 MPa)



Fissuration superficielle généralisée (*faiénçage*)



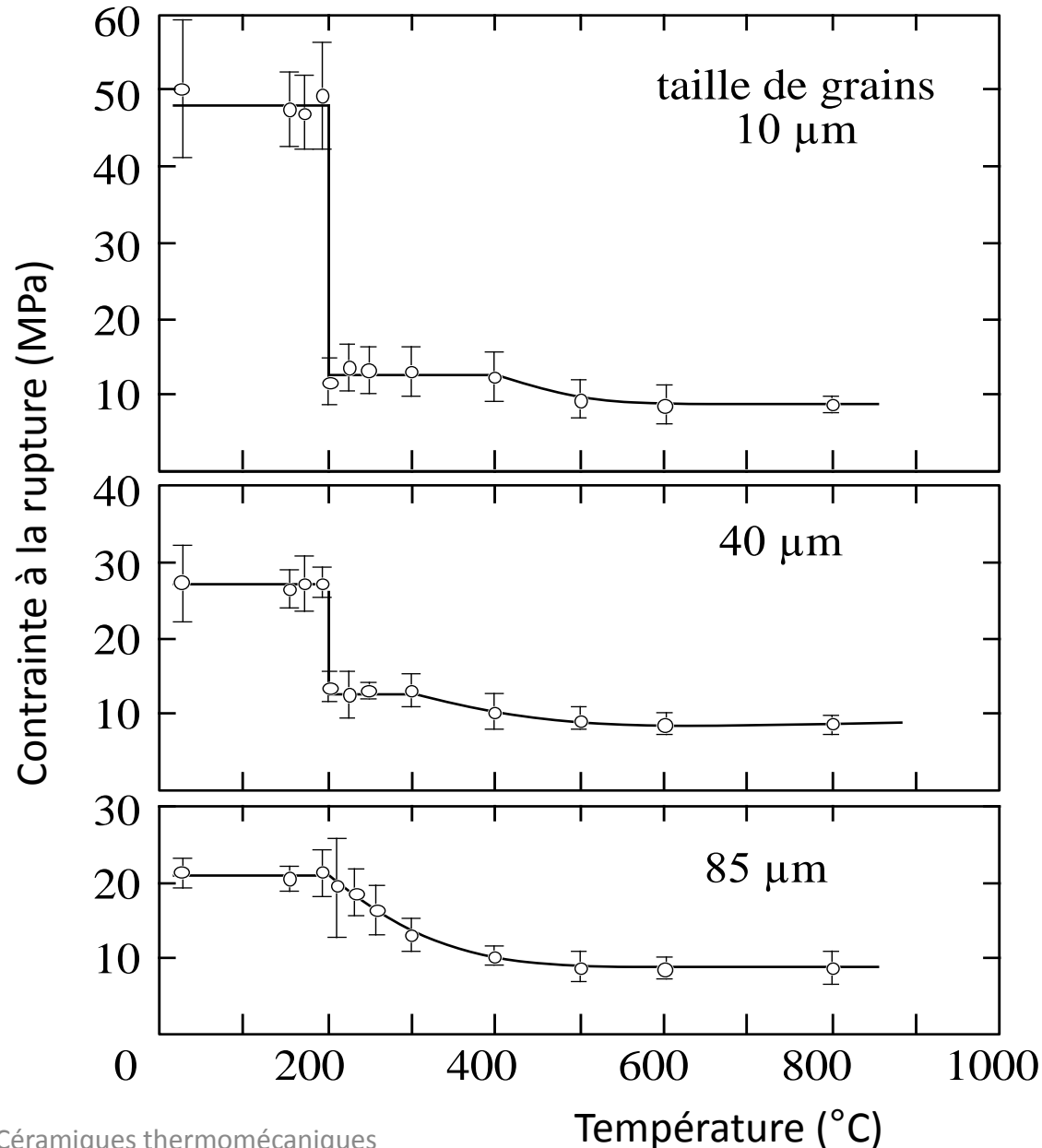
Croissance des défauts préexistants vers une configuration dimensionnelle minimisant l'énergie totale du système

Propagation « quasi statique » des fissures de grande taille

Propagation « dynamique » des fissures initiales de petite taille
(passage dans le domaine d'instabilité)

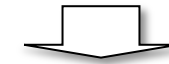


La fissure continue à s'agrandir jusqu'à ce que l'énergie cinétique de propagation soit convertie en énergie de surface



Influence de la taille des grains

Passage d'une **propagation dynamique** (*petits grains*)
à une **propagation quasi statique** (*gros grains*)



- ✓ Intérêt d'une microstructure fine
(*évite l'initiation des fissures*)
dans le domaine des chocs thermiques
peu sévères ($\Delta T < 200$ °C)
- ✓ Intérêt d'augmenter la densité des défauts
(*limite l'extension des fissures*)
dans le domaine des chocs thermiques
sévéres (*mais on diminue
la résistance à la rupture σ_R*)

III. Depuis l'application au matériau et à son élaboration

À suivre...

Bonne fin de soirée



III.1. Usure

III.2. Résistance aux chocs thermiques

III.3. Résistance mécanique basse

température

III.4. Résistance mécanique haute température

III.7. Résistance au fluage

III.5. Résistance aux chocs

III.6. Isolation thermique

Conclusion