

# CORNING

GN-MEBA:

Rupture des matériaux fragiles: fractographie des verres  
et vitrocéramiques

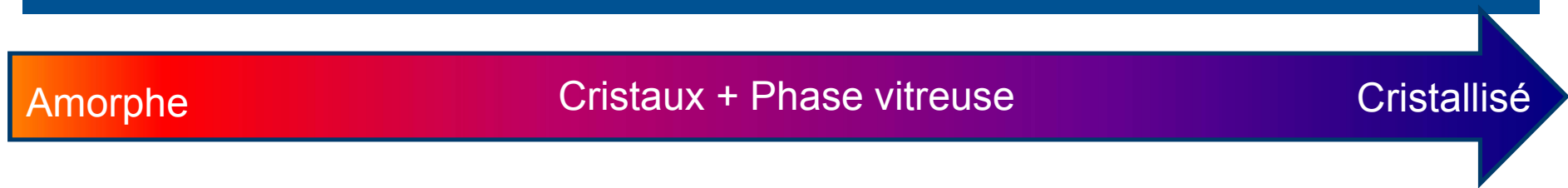
Odile FRABOULET

# Plan

---

- Définition verres, vitrocéramiques, céramiques
- Casse des matériaux fragiles
- Méthodologie d'analyse de casse
- Spécificités liées à la cristallisation du matériau

# Verre/ vitrocéramique/ céramique



Amorphe

Cristaux + Phase vitreuse

Cristallisé

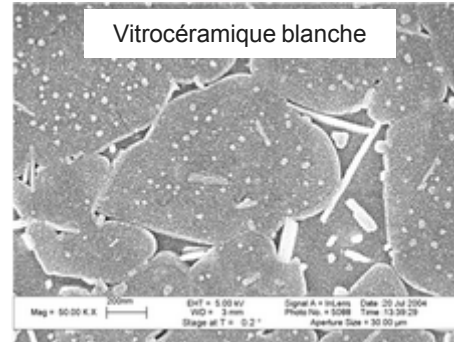
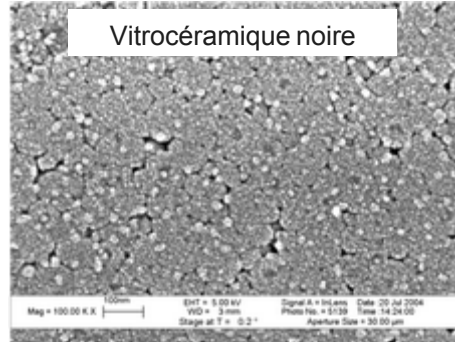
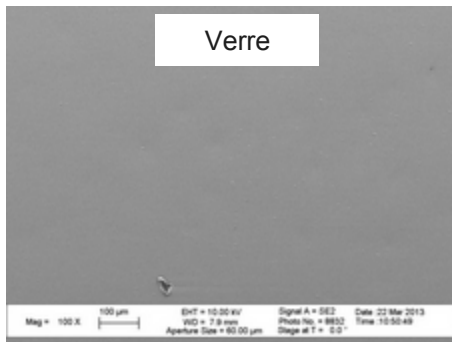
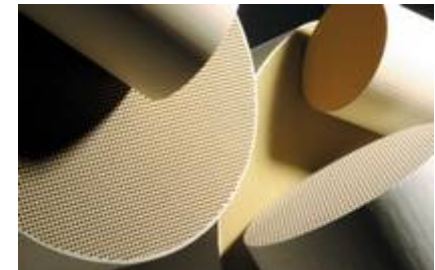
Verre



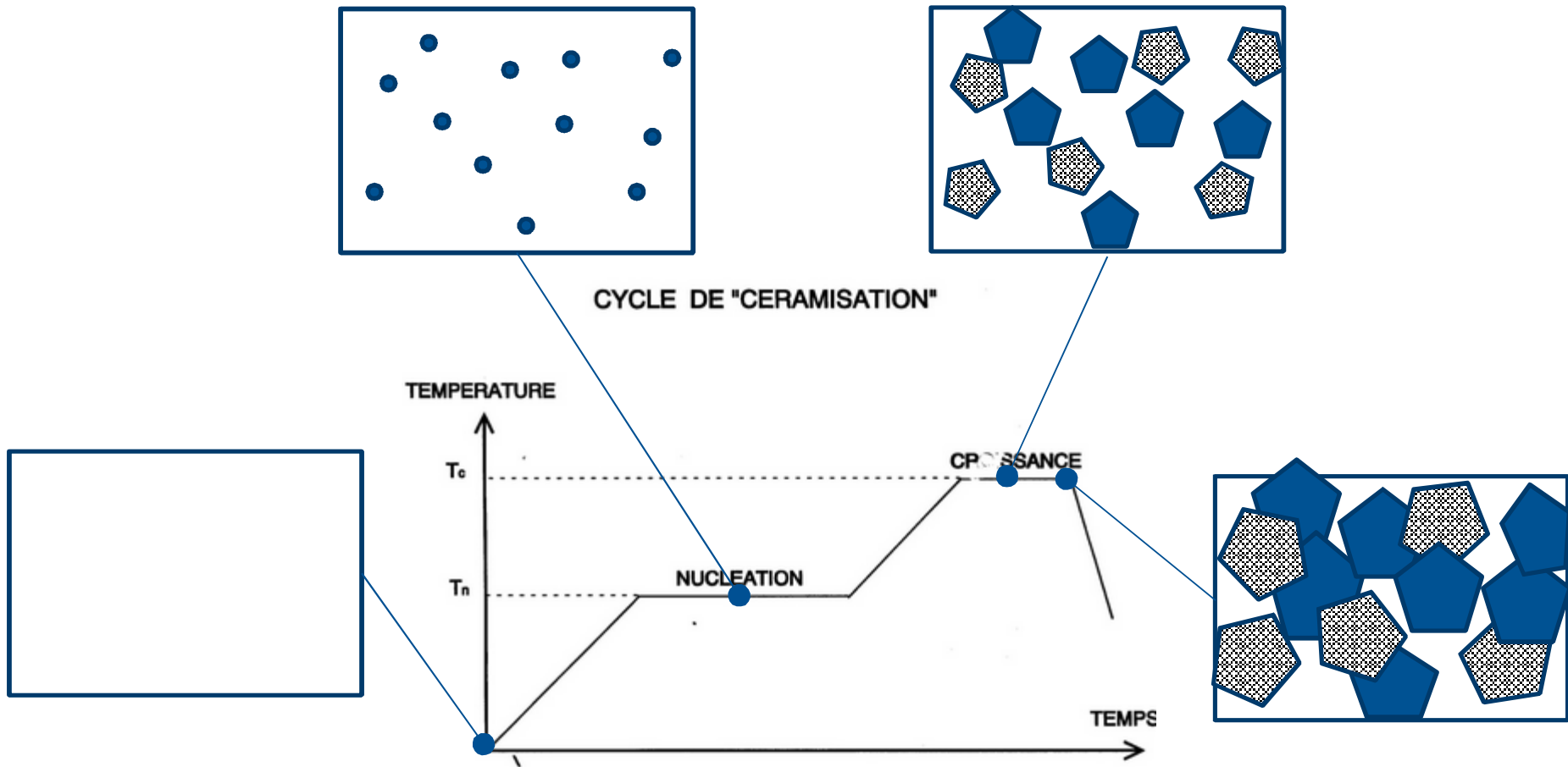
Vitrocéramiques



Céramiques



# Cycle de céramisation



# CORNING

Casse des matériaux fragiles

# Casse des matériaux fragiles

---

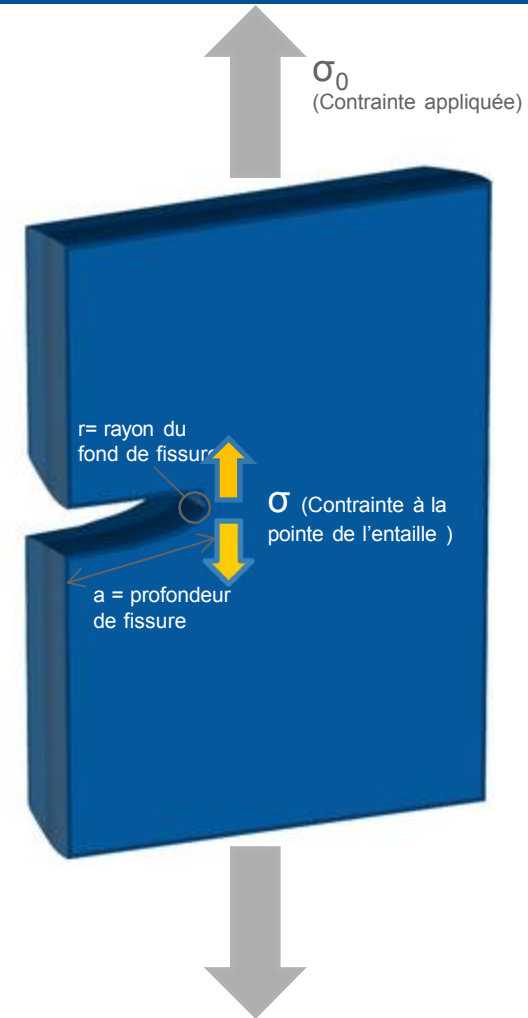
- Un matériau fragile est un matériau qui se casse sans déformation préalable. La casse survient brutalement et le plus souvent rapidement.
- Fragile ≠ Faible.
- La caractéristique d'une rupture fragile est que les fragments générés lors de la casse s'ajustent parfaitement, s'il sont réassemblés.
- La progression d'une fracture est « enregistrée » de manière chronologique dans le plan de rupture du verre.
- L'analyse de casse consiste à lire les indications présentes dans la surface fracturée.

# Résistance mécanique théorique

- La résistance mécanique théorique est la force qu'il faudrait appliquer pour casser la liaison entre 2 atomes du matériau.
- L'ordre de grandeur de la force théorique d'un matériau est
  - $\sigma_{th} \approx E/10$ou E est le module d'élasticité
- La résistance mécanique théorique de la silice vitreuse est de 20GPa, le verre sodocalcique (type verre à vitre) a une résistance mécanique théorique de 7GPa.
- Dans les faits, la résistance mécanique réellement obtenue pour des verres lors d'essais mécaniques est de l'ordre de 70 à 100MPa, soit aux environs de E/1000!
- Griffith, en 1920, a le premier donné une explication scientifique à cet écart observé entre la résistance mécanique théorique et la résistance mécanique réelle.

# Critère de Griffith

- Griffith fait l'hypothèse que la dégradation de la résistance mécanique est causée par la présence en surface du verre de micro fissures.
- Lorsque on applique une contrainte  $\sigma_0$  à une pièce, La contrainte  $\sigma$  à la pointe de l'entaille de profondeur  $a$  et de rayon au fond  $r$  s'écrit
- $\sigma = 2\sigma_0 \cdot \sqrt{a/r}$
- En considérant une microfissure de profondeur  $a = 2\mu\text{m}$  et un rayon au fond  $r = 0,2 \text{ nm}$ , on obtient  $\sigma = 200 \sigma_0$
- La contrainte ressentie par le matériau au niveau d'une microfissure de surface de  $2\mu\text{m}$  de profondeur et  $0,2\text{nm}$  de rayon en fond de fissure est donc 200 fois plus importante que la contrainte appliquée sur l'objet
- **La fissure agit comme un concentrateur de contrainte.**



# Résistance mécanique d'un objet en verre

---

- La résistance mécanique d'un article en verre est une propriété extrinsèque du matériau.
- La résistance mécanique initiale est affectée par l'état de la surface et par les endommagements éventuels qui résultent de l'usage de l'objet en verre.
- Statistiquement, plus un objet est grand, plus la probabilité de survenue d'une défaut fragilisant est élevée.

# Contraintes d'extension et de compression

Extension



Lors de l'application d'une contrainte d'extension les fissures ont tendance à s'ouvrir

Compression



Lors de l'application d'une contrainte de compression les fissures ont tendance à se fermer

- Le verre casse toujours en tension.
- Les fractures se propagent perpendiculairement à l'axe de tension .

# Sources de contraintes

---

- Les sources de l'application de la contrainte sur un objet peuvent être mécaniques:
  - Flexion, torsion, impact, pression, vide
- ou thermiques:
  - refroidissement rapide
  - gradient de température
  - différence de coefficient thermique entre 2 matériaux à assembler.
  -
- Les contraintes peuvent aussi être résiduelles et internes à l'objet.
- Elles surviennent lorsque un objet est soumis à un refroidissement à travers la zone de température de transition vitreuse de manière non homogène dans l'espace

# CORNING

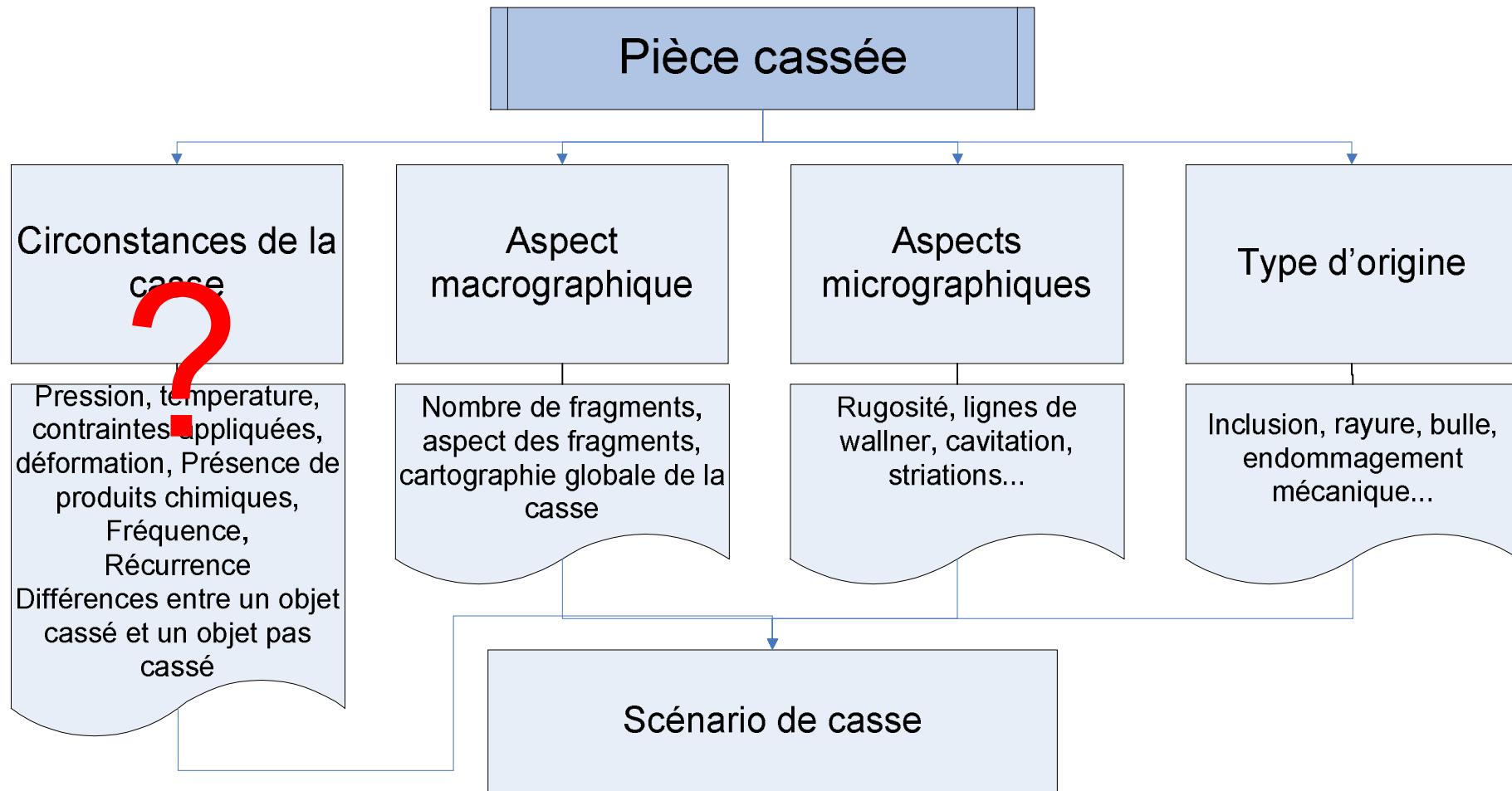
Méthodologie d'analyse de casse

# Méthodologie d'analyse de casse

---

- Le but d'une analyse de casse est de déterminer les causes d'une casse.
- La démarche ne se limite pas à la détermination du point de départ de la casse (l'origine).
- Casse = défaut fragilisant + contrainte

# Elaboration d'un scénario de casse



# Aspect macrographique de la casse

- Lors d'une casse, il est crucial de pouvoir inspecter tous les fragments et de reconstituer la pièce pour visualiser la propagation globale de la fracture.
- Le nombre de fragments est un indicateur du niveau de contrainte appliqué lors de la casse.



Impact sur du verre à vitre



Gradient thermique sur une plaque vitrocéramique



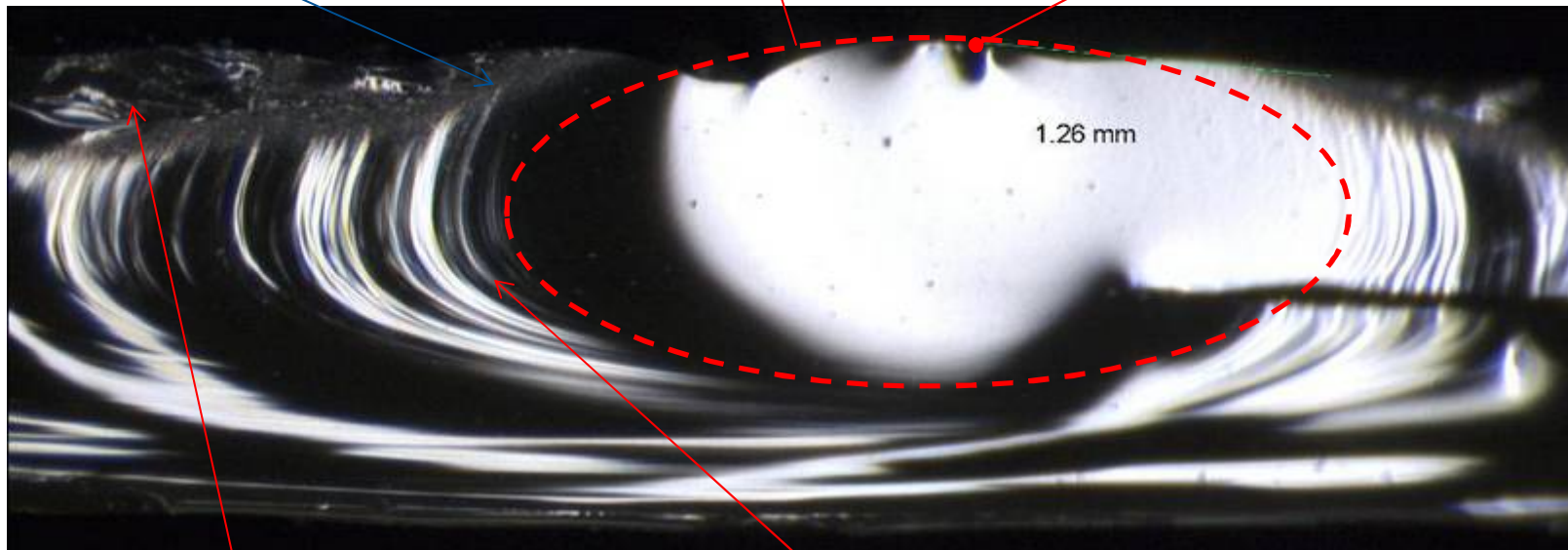
Hublot de phare d'avion

# Aspect caractéristique d'une surface fracturée dans du verre

Mist (ou zone grenue) : Zone rugueuse: la fracture a atteint sa vitesse terminale (~1000m/s)-

Miroir :Zone lisse de propagation lente sans perturbations

Départ de la casse « origine » : défaut



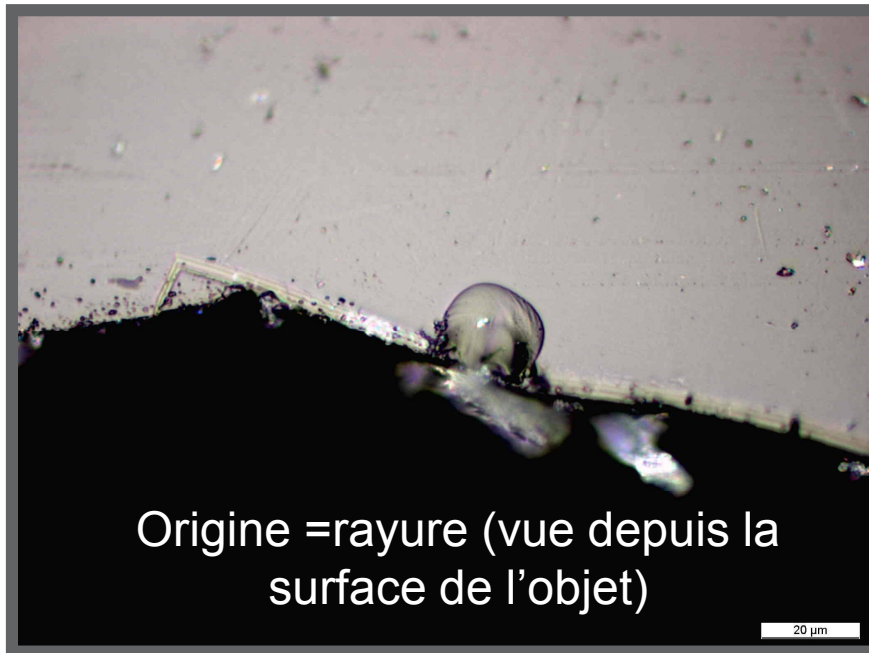
Hackles (ou lancettes): augmentation de la rugosité, souvent suivies par la bifurcation de la fracture en 2 nouvelles fractures

Lignes de wallner: donnent une indication de la forme du front de fissure- Permettent de connaître le sens de propagation

Le miroir, le mist, les hackles et les bifurcations sont des attributs communs à la plupart des fractures de matériaux fragiles.

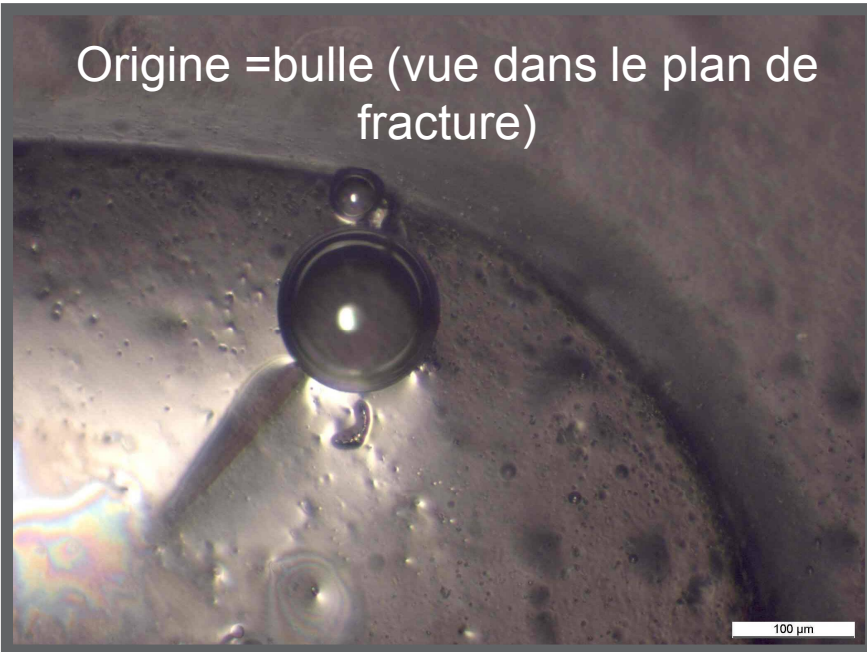
# Origines

- Origine  $\neq$  Cause
- Origine = point de départ de la rupture

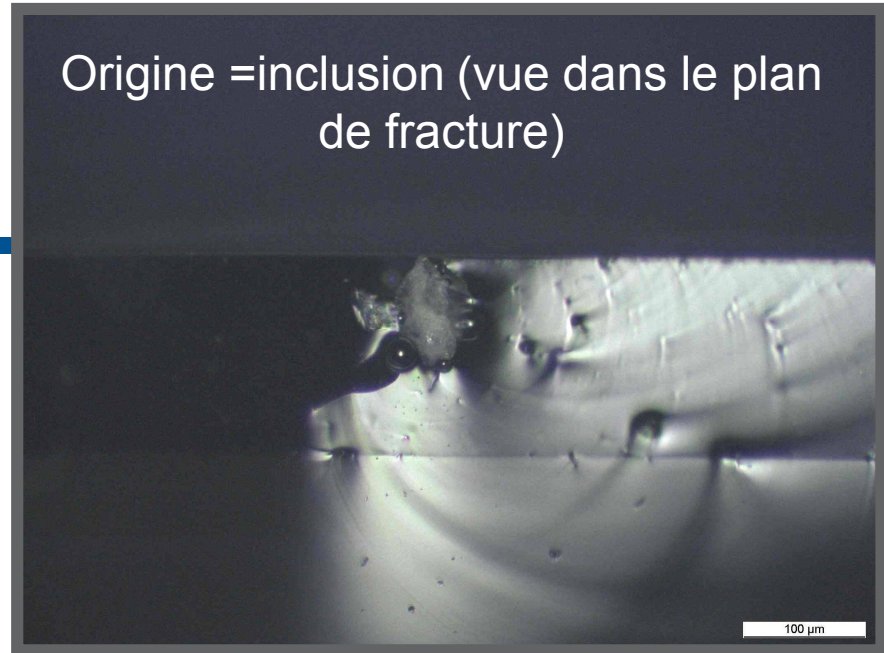


# Origines

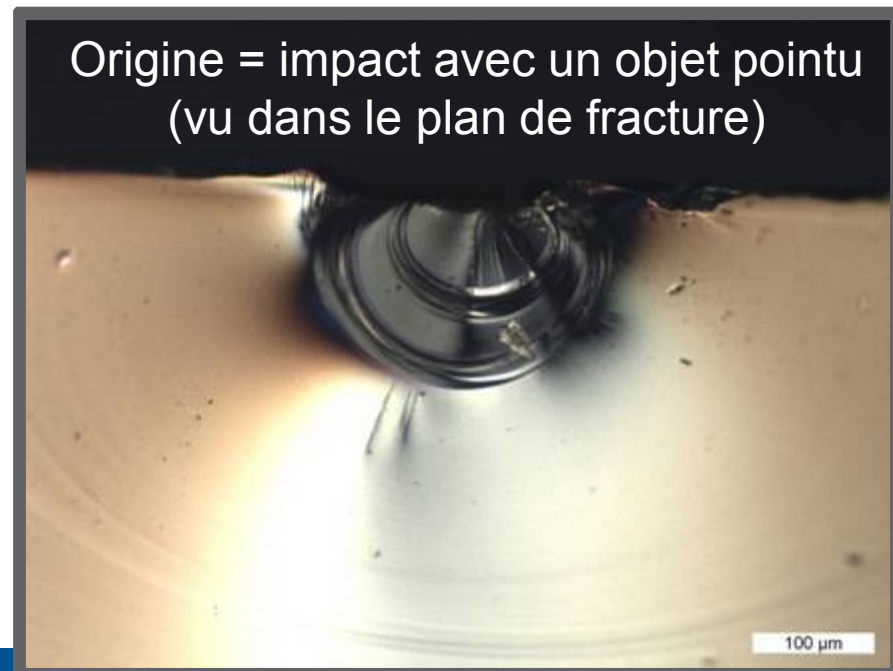
Origine = bulle (vue dans le plan de fracture)



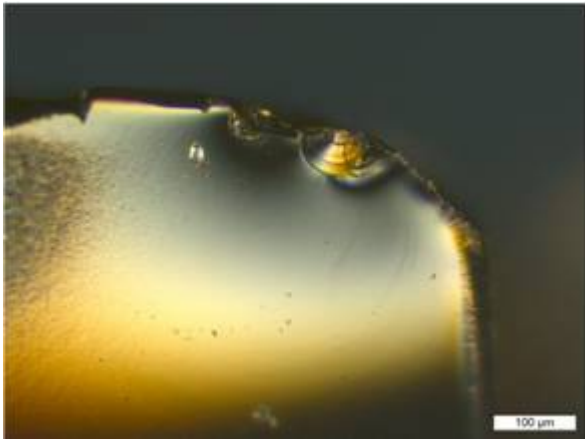
Origine = inclusion (vue dans le plan de fracture)



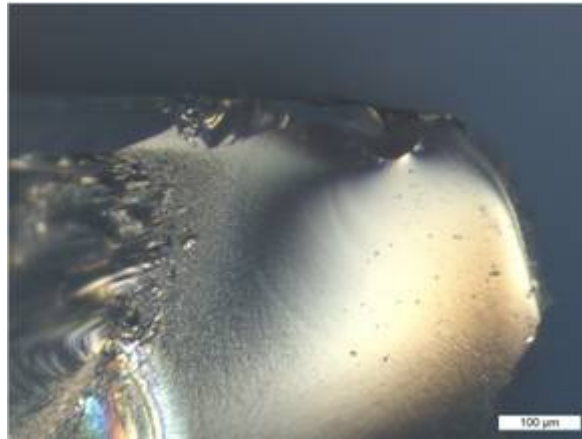
Origine = impact avec un objet pointu (vu dans le plan de fracture)



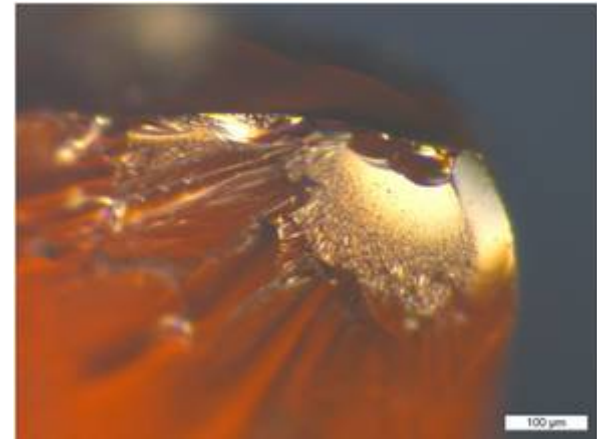
# Miroir



Miroir ORIGINE X100



Miroir ORIGINE X100



Miroir ORIGINE X100

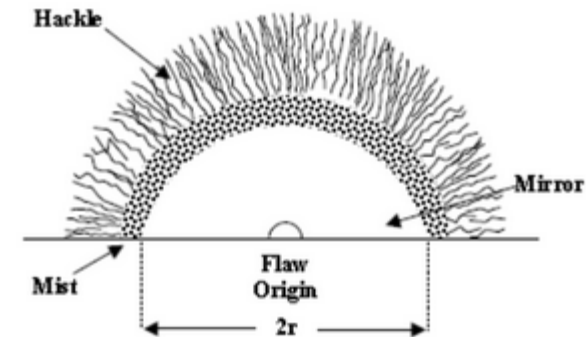
- Le miroir est une zone lisse située autour de l'origine.
- C'est une zone où la fracture se propage lentement, sans perturbations.
- Le rayon du miroir est proportionnel à la contrainte de rupture.
- Plus le miroir est petit, plus la contrainte de rupture est élevée.

# Estimation d'une contrainte de rupture

- La contrainte de rupture peut être estimée d'après la relation suivante:

- $\sigma = \frac{\sigma}{\sqrt{A}}$

- $\sigma$  : contrainte en MPa,
- r: rayon de la zone miroir
- A: constante de miroir du matériau en MPa/m<sup>1/2</sup>

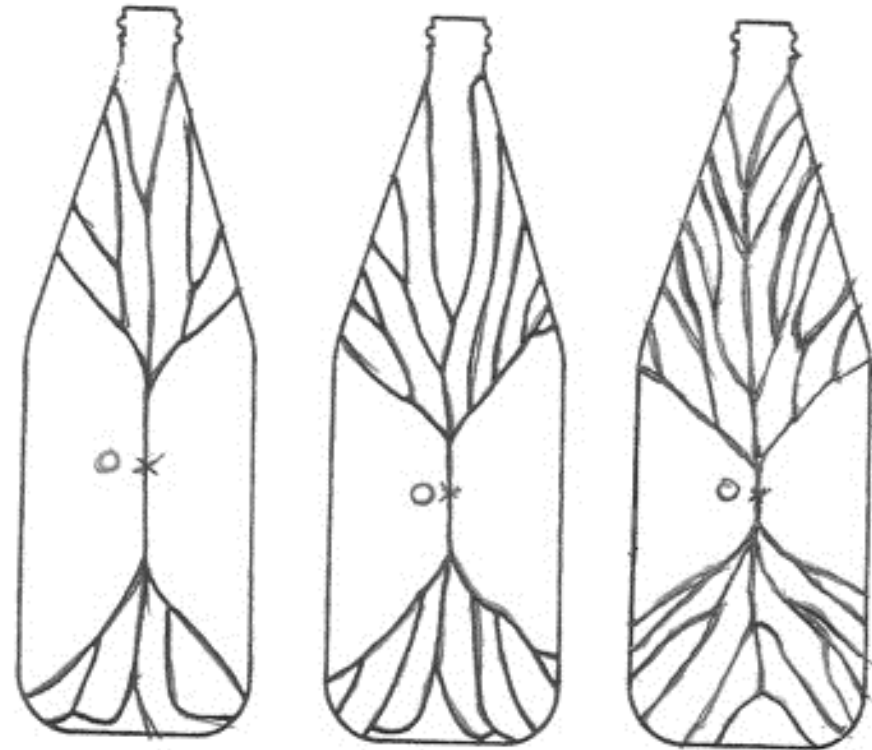


- A est déterminé expérimentalement sur des éprouvettes cassées à différentes contraintes.

- Si la contrainte de casse est supérieure ou égale à la contrainte habituelle de rupture, la casse est normale. On cherchera dans ce cas à déterminer si l'objet est bien dimensionné et compatible avec l'utilisation qui en est faite.
- En revanche, si l'estimation de la contrainte de rupture indique une contrainte inférieure, on peut suspecter la présence d'un défaut fragilisant, ou un phénomène de fatigue.

# Bifurcations (forking)

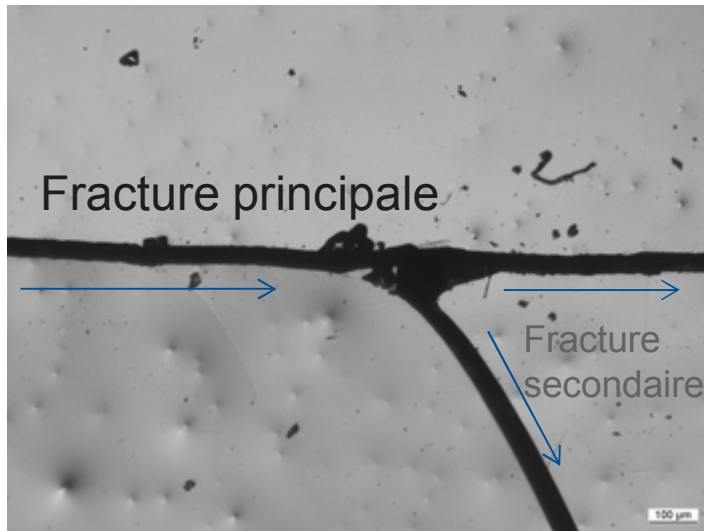
- Lorsqu'une fracture se propage et que le niveau de stress augmente, la fracture atteint une vitesse terminale (de l'ordre de 1000m/s), la fracture se sépare et forme d'autres fractures de manière à pouvoir dissiper l'énergie.
- Plus la contrainte de rupture est élevée, plus le nombre de fragments obtenu est grand.
- Noter également que la distance à laquelle la fracture commence à se séparer en 2 nouvelles fractures se raccourci lorsque la contrainte augmente.



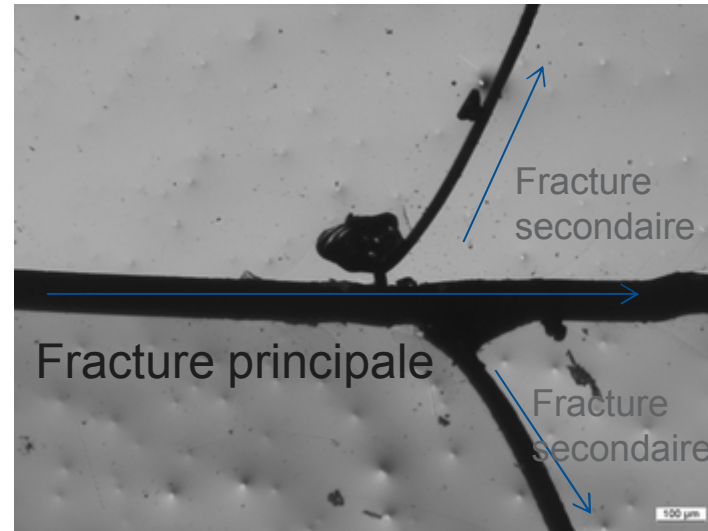
Vue schématique de 3 bouteilles cassées a des pressions croissantes

Glass fracture patterns and the  $(G,R)$  vs  $\Delta C$  diagram  
Richard C. Bradt

# Bifurcations (forking)



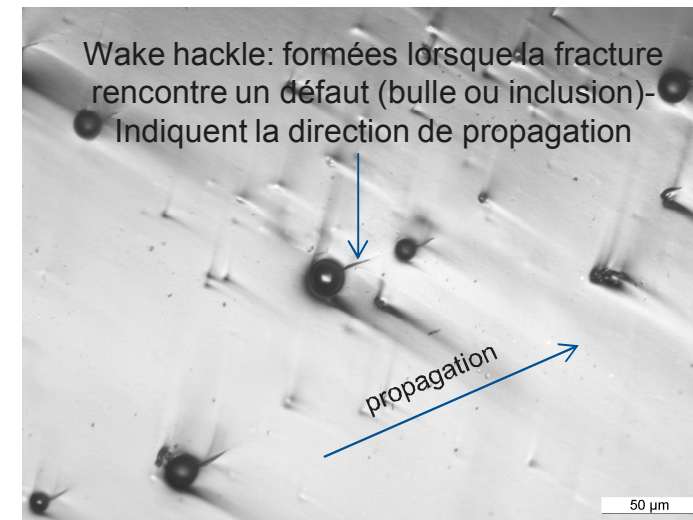
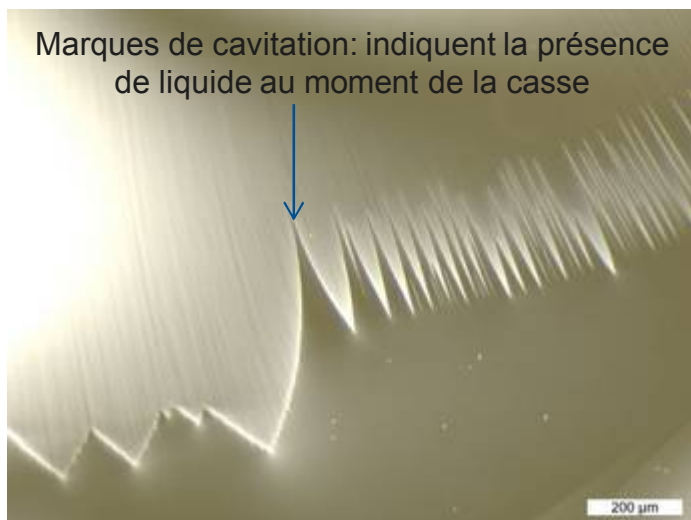
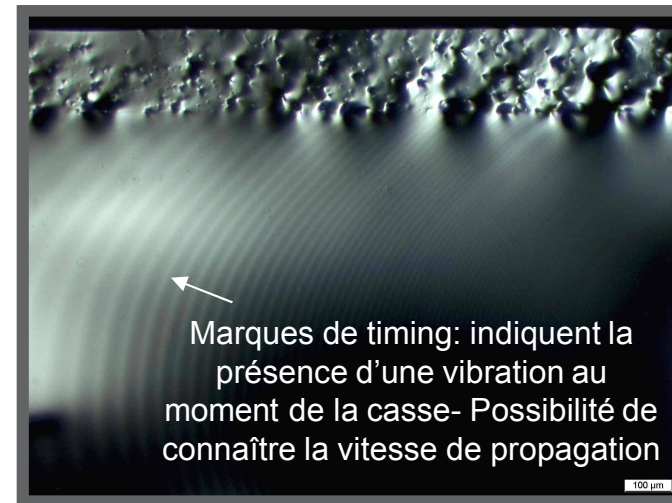
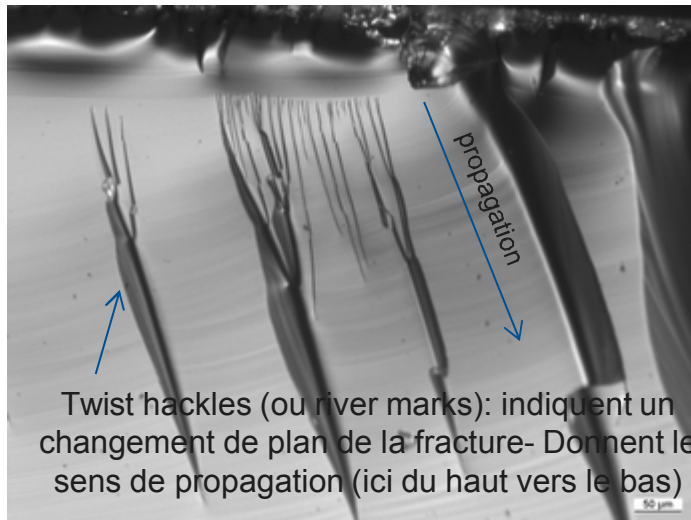
Forking x50



Forking x50 2

- Dans ces 2 exemples, l'origine de casse est située vers la gauche, la fracture se propage de la gauche vers la droite.

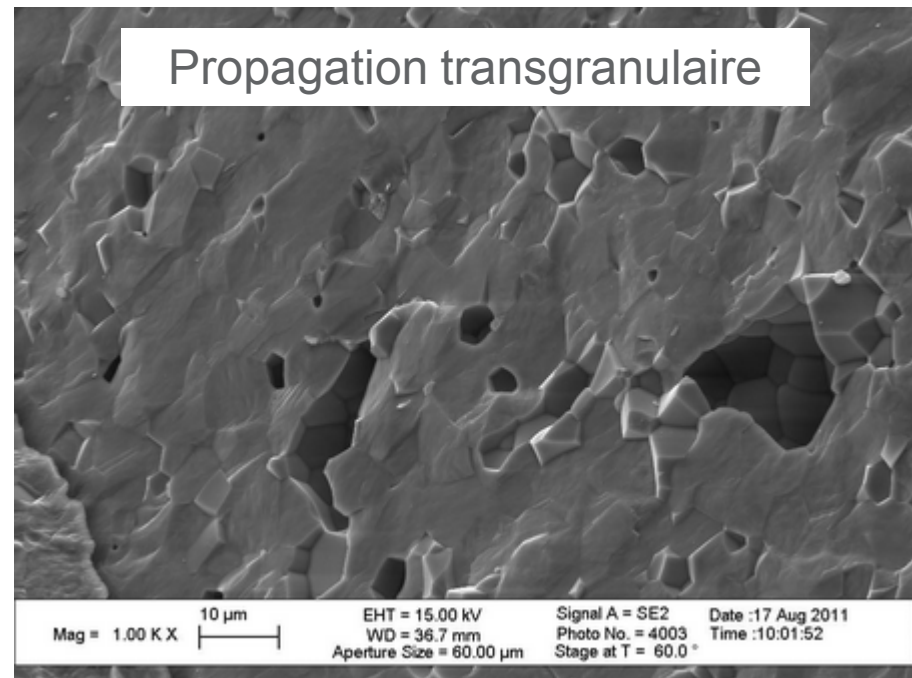
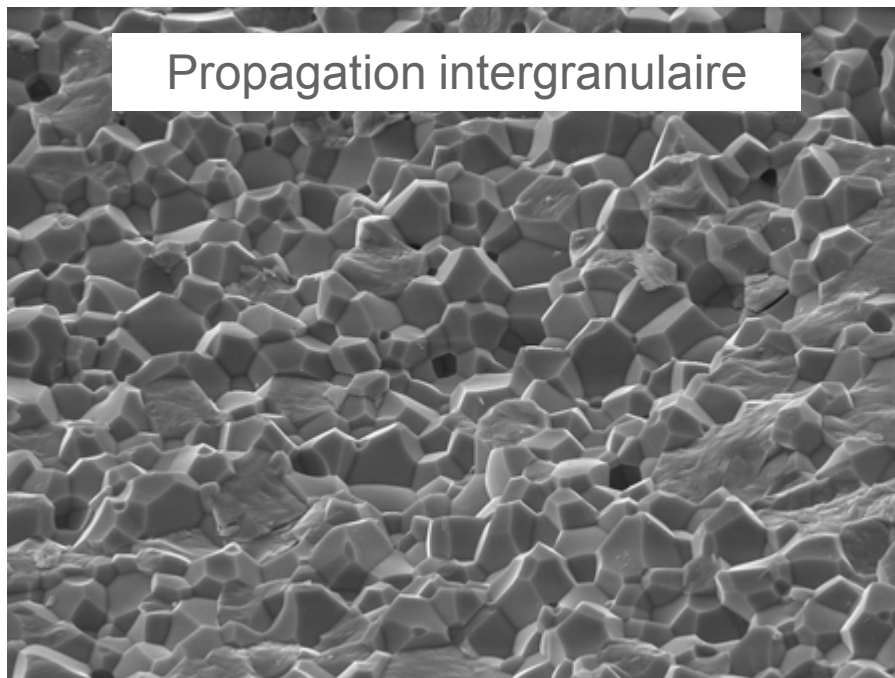
# Aspects micrographiques- Autres marques d'intérêt



# CORNING

Spécificités liées à la cristallisation

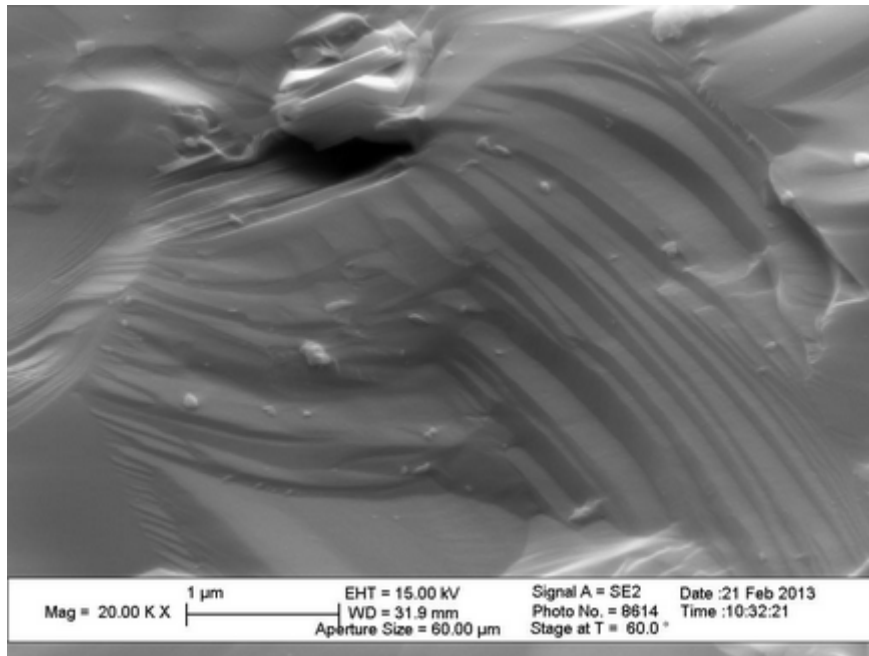
# Propagation transgranulaire et intergranulaire dans les céramiques polycristallines isotropes



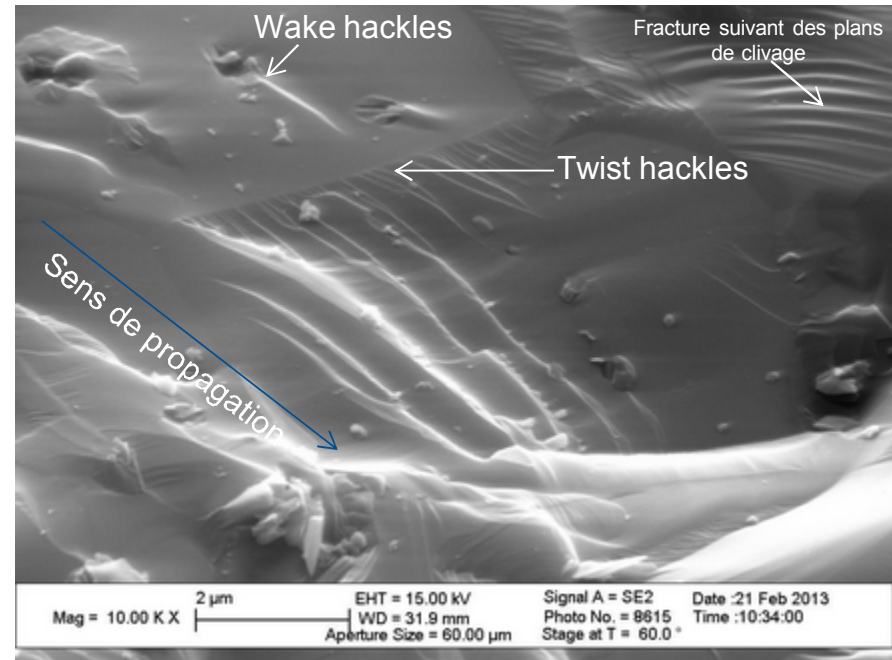
- Dans les céramiques la propagation d'une fracture peut avoir lieu au niveau des joints de grains, ou à travers les grains.
- Une propagation intergranulaire donnera peu accès à des marques exploitables dans le plan de rupture.
- Lorsque la propagation est intragranulaire, il est possible de déterminer une direction de propagation.

# Influence de la microstructure

- Dans les matériaux cristallisés, la présence de plans de clivage interfère avec les marques caractéristiques de la rupture.



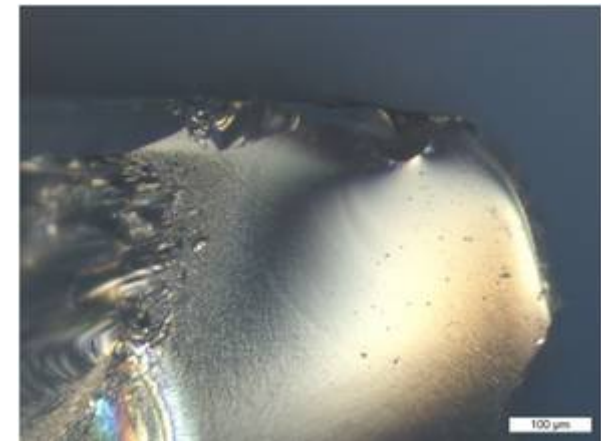
Fracture suivant des plans de clivage x20k



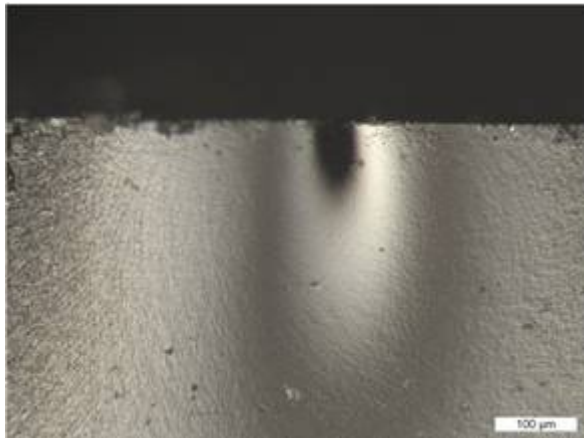
Twist et Wake hackles x10000

# Influence de la microstructure- Conditions d'observations

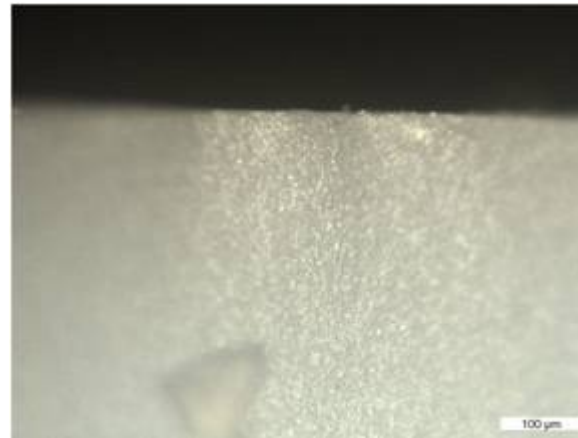
- Dans le cas des vitrocéramiques, la propagation peut également être influencée par la présence des cristaux.
- La rugosité de la surface fracturée augmente avec la taille des grains et interfère avec les marques caractéristiques de la rupture.
- Pour ces matériaux, l'observation au MEB se révèle très utile.



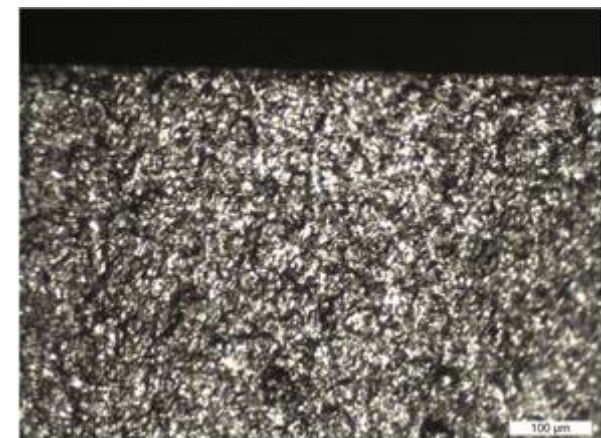
Verre X100 microscope



VC noire x100 microscope

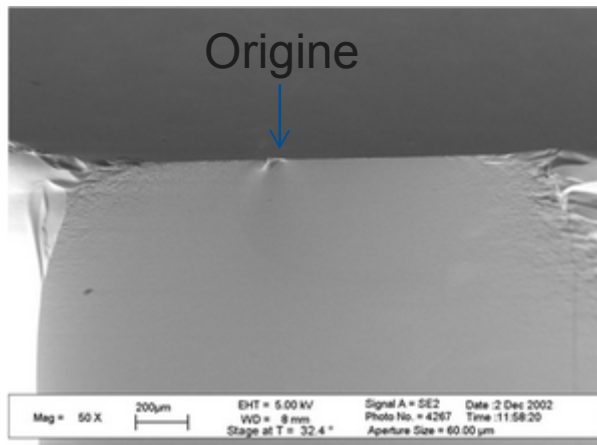


VC blanche x100 microscope

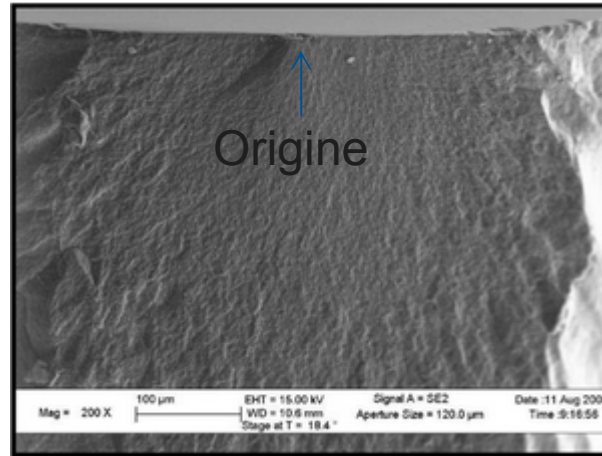


SiC x100 microscope

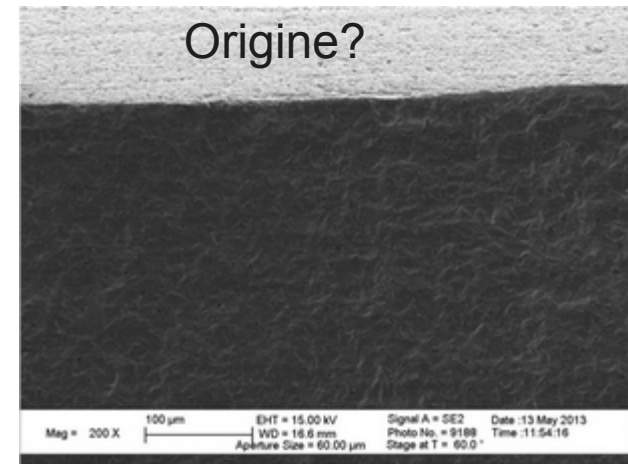
# Aspects caractéristiques des surfaces fracturées au MEB



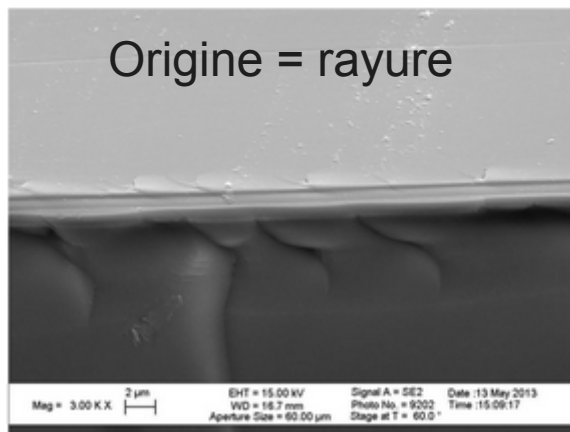
VC noire MEB x50



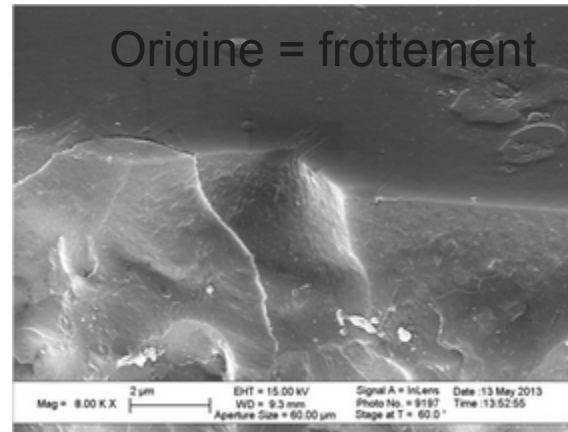
VC blanche MEB x200



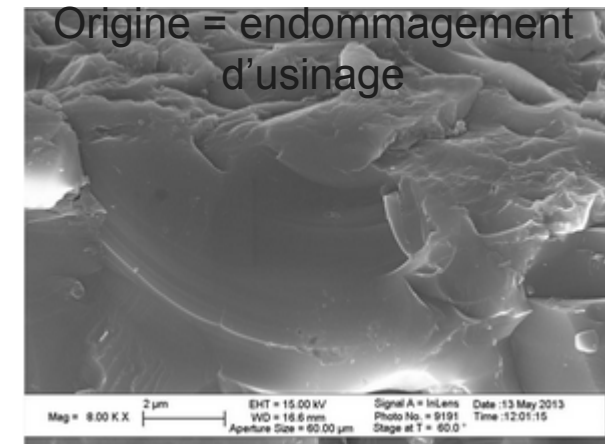
SIC X200



VC NOIRE X3000



VC BLANCHE X8000 2



SIC X8000

# Conclusions

---

- L'analyse de casse peut être entreprise suivant la même méthodologie pour du verre, des vitrocéramiques ou des céramiques.
- Les marques présentes dans le plan de la fracture sont identiques quel que soit l'état de cristallisation du matériau.
- Leur lecture nécessitera l'utilisation d'outils adaptés selon la microstructure du matériau.
- Le microscope électronique à balayage s'avère particulièrement utile dans le cas des céramiques.

# Questions

---