

I.5. Mécanismes de renforcement

knowing that: $K_{IC} \propto \sqrt{G E}$

strengthening ← $\sigma_F^2 \propto \frac{G \uparrow E \uparrow}{a_c \downarrow}$ → toughening stiffness increase improved processing

toughening

? → $G = 2\gamma + G_1 + G_2 + G_3 + \dots$

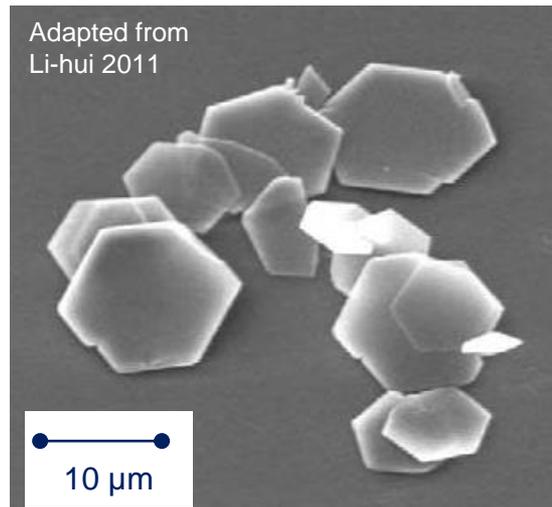
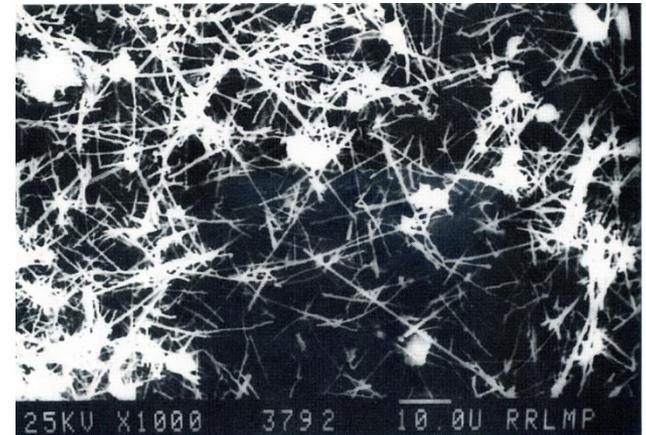
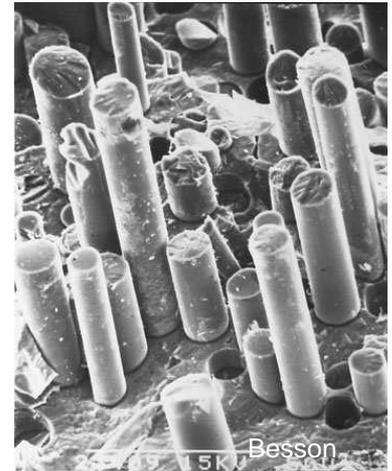
composites

move from brittle to ductile behaviour ?

I.5. Mécanismes de renforcement

Introduction of secondary phases:
large choice of shape and size!

- long fibres
- whiskers
- platelets
- particles



Composites à particules dispersées

Composites à renfort discontinu

Type de renfort

Particules de seconde phase
(*métallique ou céramique*)

**Augmentation de
l'énergie de rupture**

$$G_c = G_{Mc} + \mathcal{Q}$$

G_{Mc} : énergie de rupture de la matrice non renforcée

\mathcal{Q} : énergie associée à chaque type de renforcement activé

Microfissuration induite au frittage

Introduction de particules dans une matrice ayant des coefficients de dilatation et des propriétés élastiques différentes

Cas d'une particule sphérique P (rayon R) dans une matrice M

$$\Delta\alpha = \alpha_M - \alpha_P \quad \Delta T = T_{\text{frittage}} - T_{\text{ambiante}}$$

Pression isostatique autour de la particule

$$P = -\frac{\Delta\alpha \Delta T}{\frac{1+\nu_M}{2E_M} + \frac{1+2\nu_P}{E_P}} \quad \left\{ \begin{array}{l} \sigma_r = \frac{P}{2(R/r)^3} \\ \sigma_t = -\frac{P}{(R/r)^3} \end{array} \right.$$

$\Delta\alpha < 0$: resserrement lèvrès fissures

$\Delta\alpha > 0$: microfissuration ($\sigma_t > \sigma_R$)

Taille critique particules conduisant à la microfissuration au refroidissement

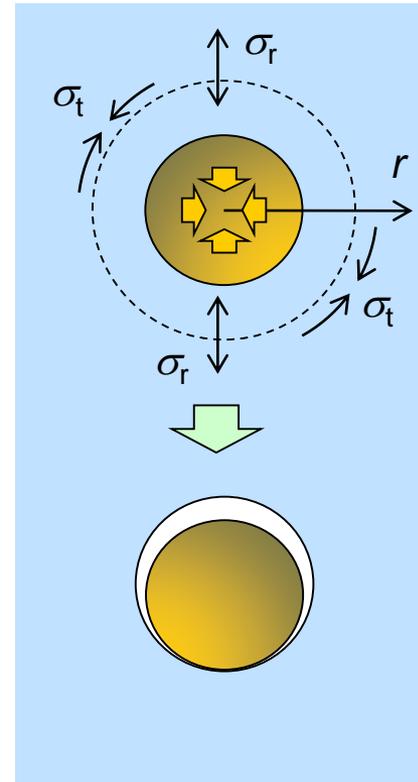
$$D_c = 30 \frac{K_{Ic}^2(\text{matrice})}{\sigma_r^2(r=R)}$$



Apparition de **contraintes résiduelles** au refroidissement après élaboration (frittage)

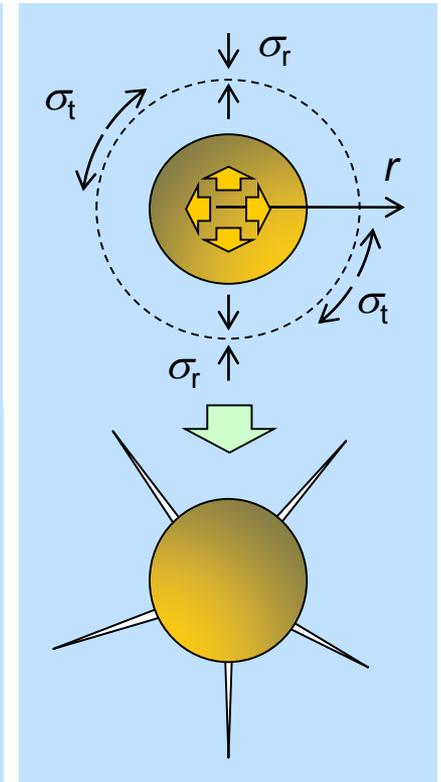
$$\alpha_M < \alpha_P : \Delta\alpha < 0$$

$$\alpha_M > \alpha_P : \Delta\alpha > 0$$



Déchaussement (faible adhérence)

Matrice en compression



Fissuration (matrice fragile)

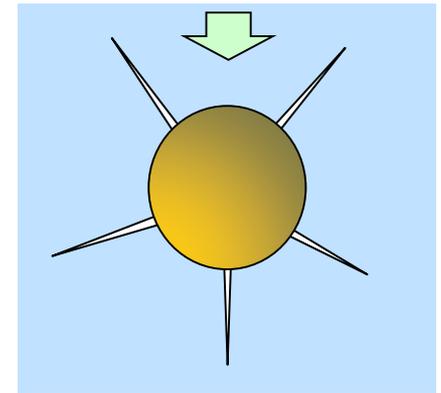
Matrice en tension II.4

Lange a établi la relation suivante :

$$D_C = Cte / \sigma_{\max}^2$$

(σ_{\max} étant la contrainte qui s'exerce au niveau de la particule).
qui donne la taille critique D_C en-dessous de laquelle les microfissures ne sont pas formées.

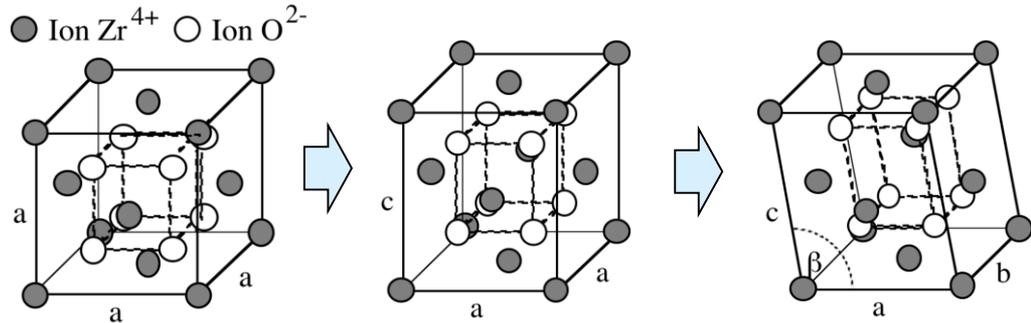
Il est évident que la présence de microfissures associées à de larges particules a pour conséquence une taille de défaut critique importante qui conduit à réduire considérablement la résistance à la rupture. Dès lors, l'augmentation de la ténacité se fait aux dépens de la résistance à la rupture.



Fissuration
(matrice fragile)

Renforcement par transformation de phase de la zircone

Trois variétés cristallines (polymorphisme) de la **zircone pure** en fonction de la température



Liquide $\xleftrightarrow{2700^\circ \text{ C}}$ Cubique

Cubique $\xleftrightarrow{2370^\circ \text{ C}}$ Quadratique « tetragonal »

Quadratique « tetragonal » $\xleftrightarrow{\approx 950^\circ \text{ C}}$ Monoclinique (stable à l'ambiante)
 $\xleftarrow{\approx 1170^\circ \text{ C}}$

Transformation Q \rightarrow M de type **martensitique** (sans diffusion, par cisaillement du réseau)



Importante **inflation volumique** $\frac{\Delta V}{V} \approx 5\%$

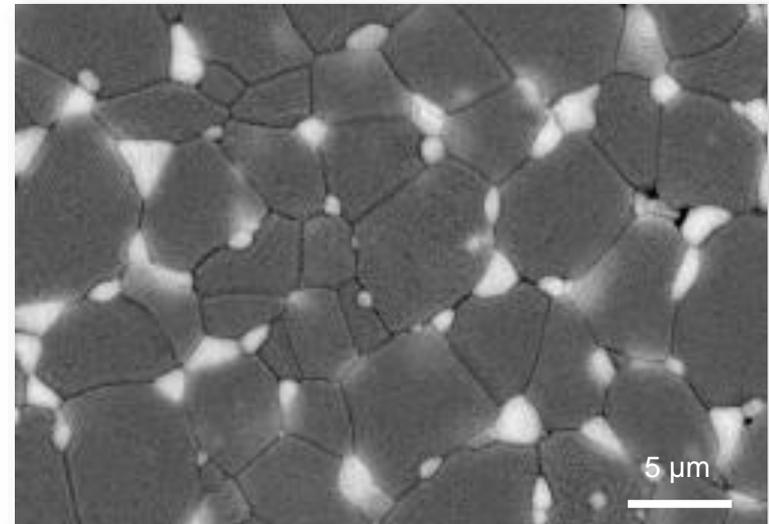
Introduction de gains de **zircone quadratique** (donc **métastable**) dans une matrice céramique

Composite alumine – zircone : **ZTA** « Zirconia Toughened Alumina »



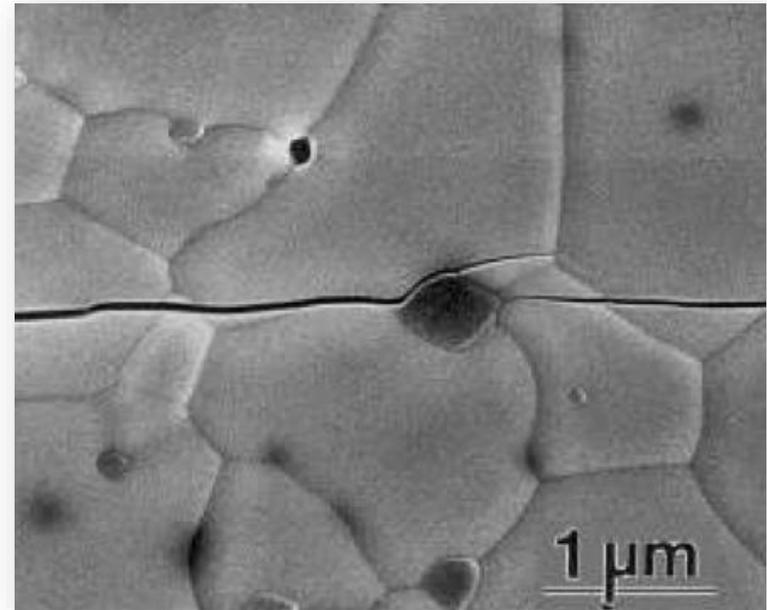
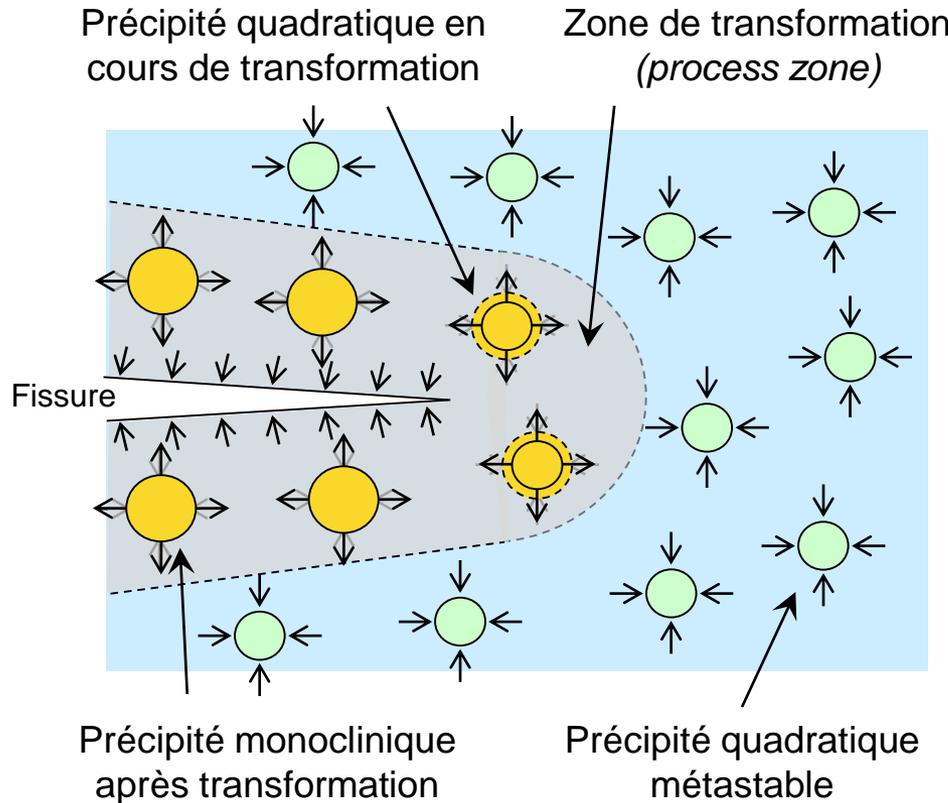
État métastable des grains de zircone dû aux efforts de compression exercés par la matrice (confinement hydrostatique)

Taille critique de transformation spontanée



Renforcement par transformation de phase induite sous contrainte

Transformation quadratique Q \rightarrow M monoclinique au passage d'une fissure

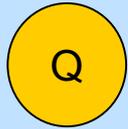


Déviation de la fissure

- Relaxation des contraintes en front de fissure (*présence d'une surface libre*)
- Déstabilisation locale des précipités : transformation Q \rightarrow M
- Inflation volumique des précipités M (*maclage et microfissuration éventuelle*)
- Mise en compression du front de fissure : ralentissement ou blocage de la fissure

Renforcement par microfissuration induite sous contrainte

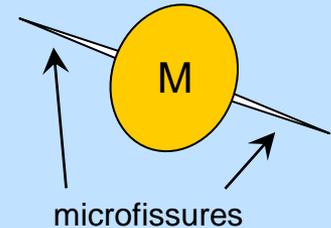
Particule de zircono
métastable



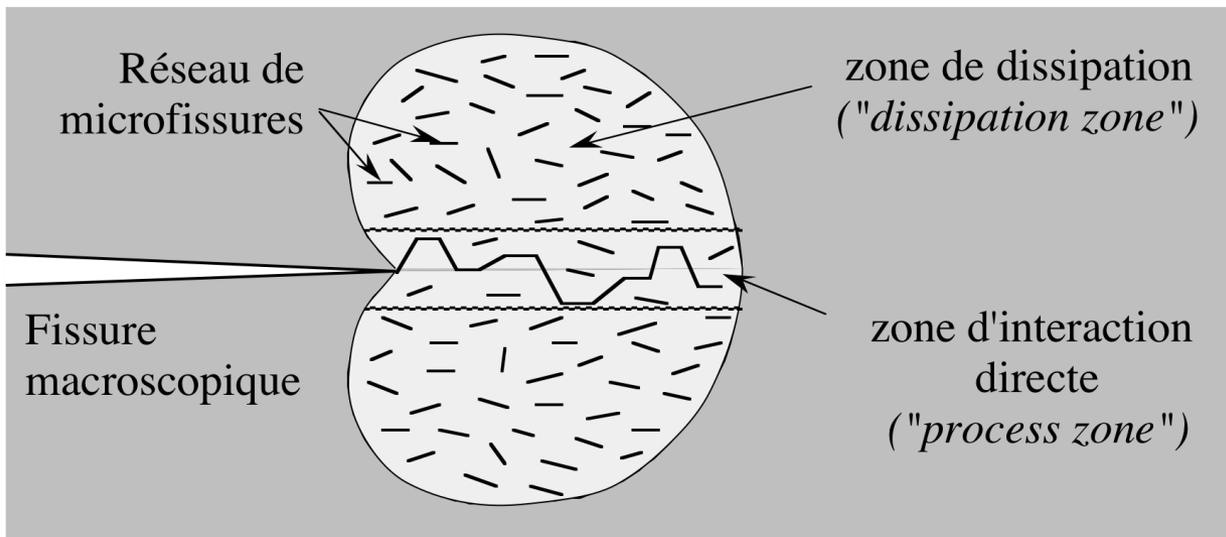
Formation d'un **réseau de microfissures**
autour des particules de zircono par
transformation $Q \rightarrow M$ au moment du
refroidissement suivant un **traitement**
thermique post-frittage
(recuit "ageing", $1200^{\circ} C - 30 min$)



Particule de zircono
transformée

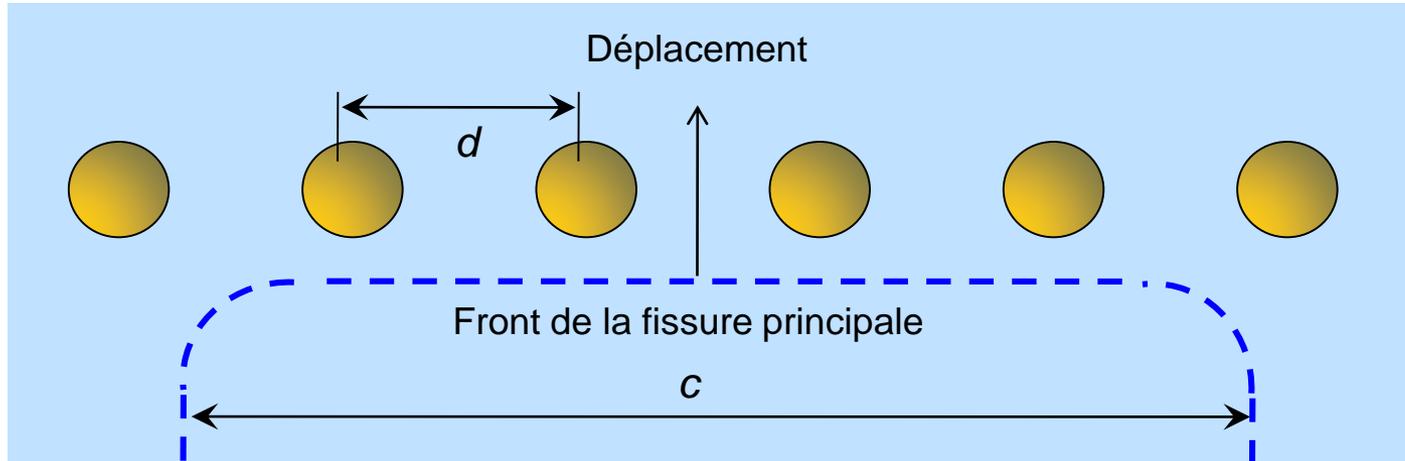


Augmentation de la ténacité par **fissuration déviée** ("crack deflection toughening")
d'une fissure macroscopique à travers un réseau de **microfissures préexistantes**
(*dissipation d'énergie par accroissement de la surface de rupture*)

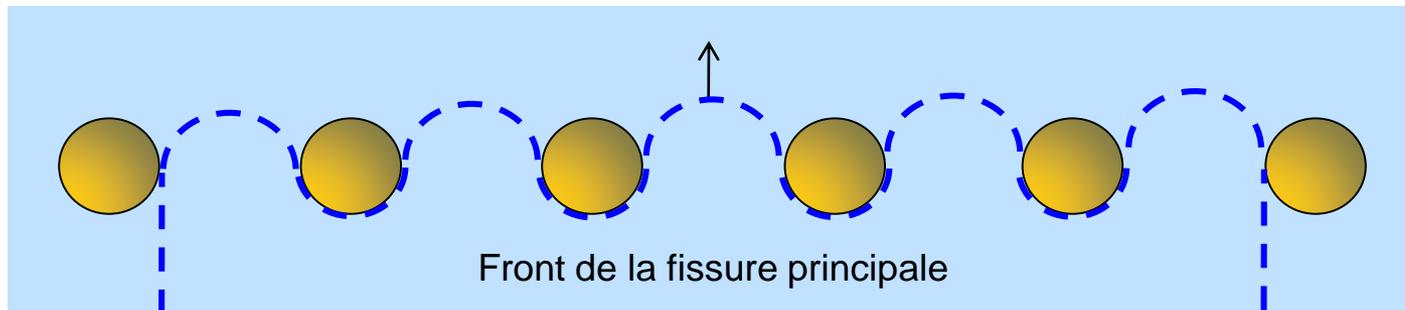


Renforcement par blocage de fissure

Ancrage de la fissure principale par des particules de seconde phase



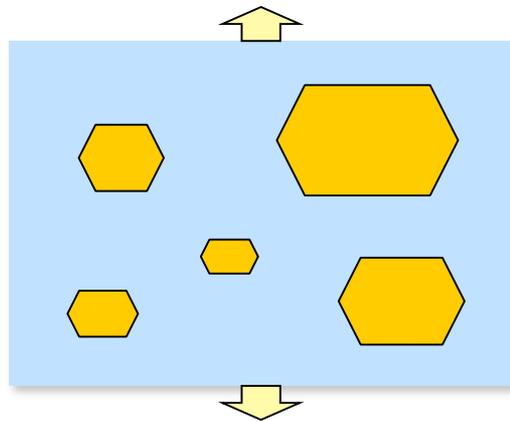
La taille des défauts critiques (*fissures susceptibles de se propager*) est contrôlée par le libre parcours moyen entre particules (*modèle analogue au déplacement des dislocations*)



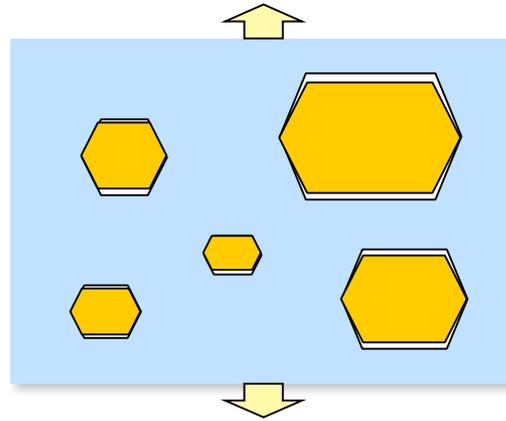
Augmentation de l'énergie de rupture proportionnel au rapport c/d

Renforcement par déviation et multiplication de fissure

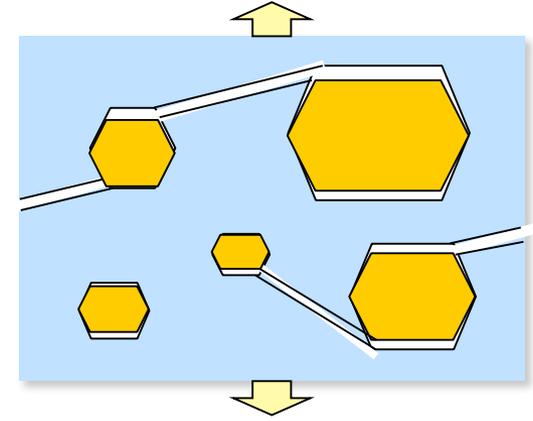
Comportement en traction d'une céramique avec **faible adhérence particules - matrice**



Comportement non linéaire en traction pure

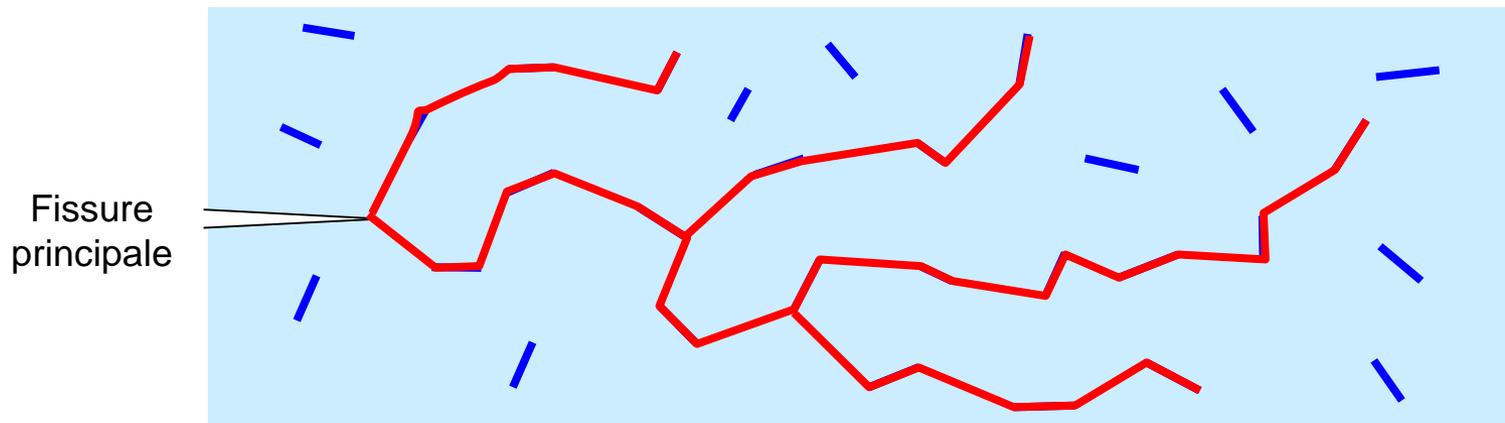


Apparition de décohésions entre agrégats et matrice

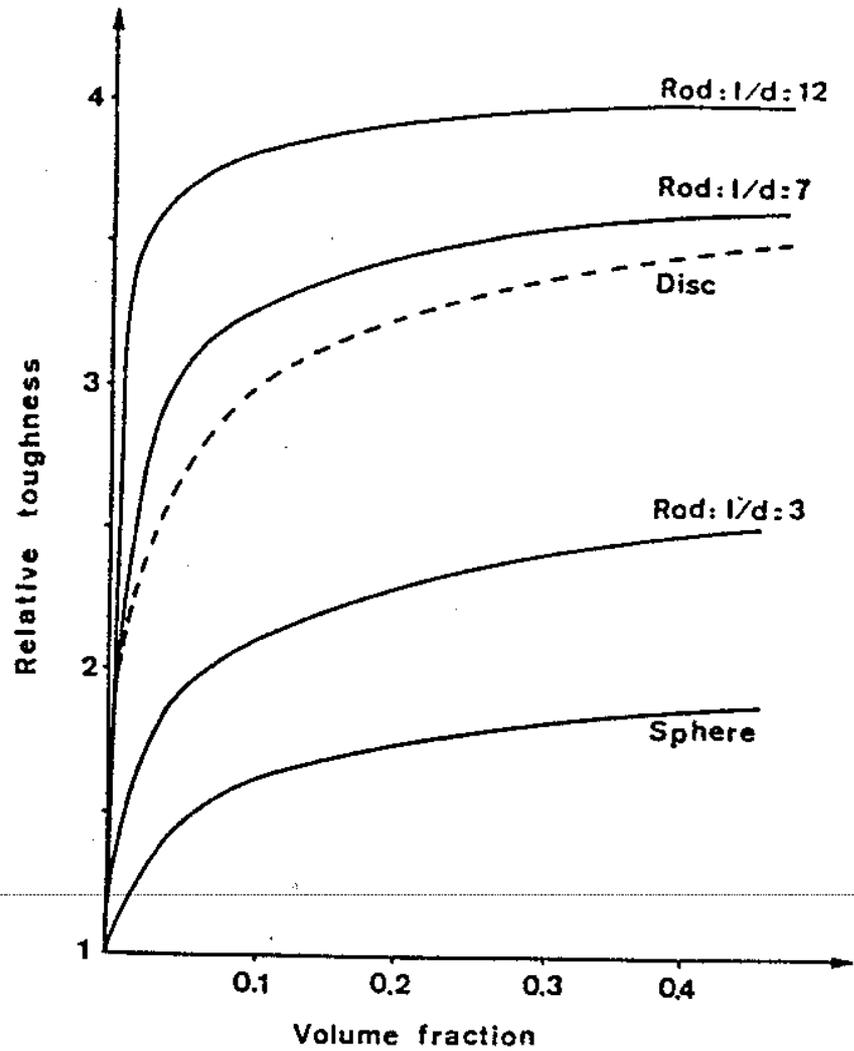


Fissuration multiple de la matrice

Déviation d'une fissure dans une **matrice préfissurée** et multiplication de la fissure

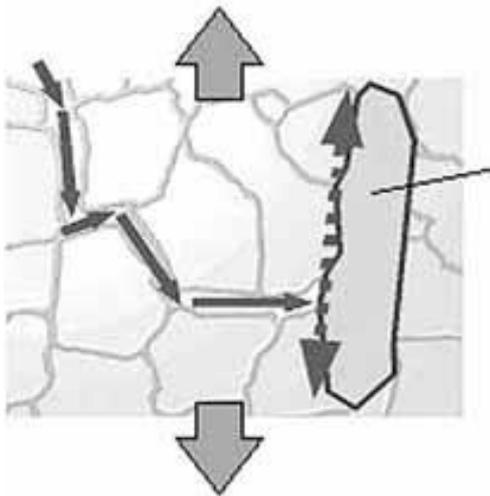
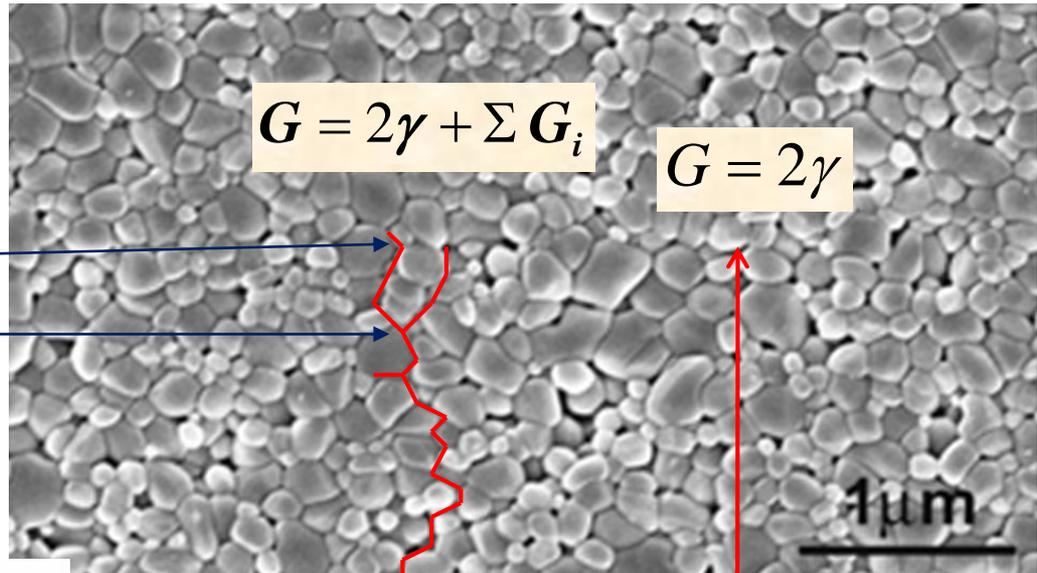


Renforcement par déviation et multiplication de fissure

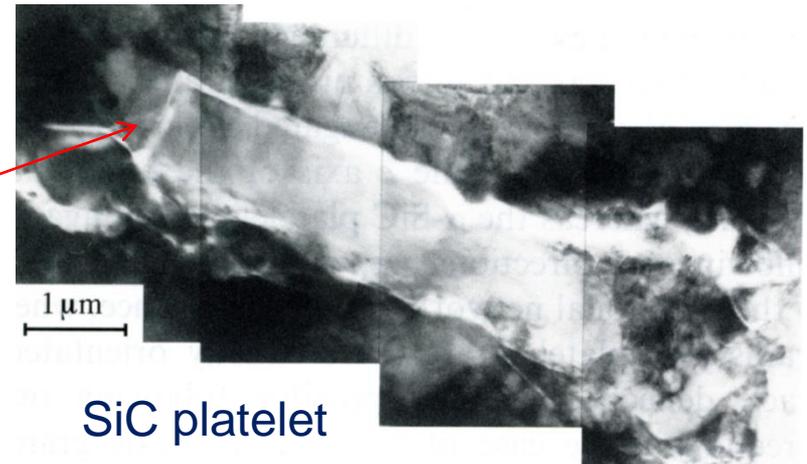


classical toughening mechanisms :

- crack deflection
- crack branching
- crack bridging / pull out (mainly fibers – but also other anisotropic particles – whiskers, platelets, ...)

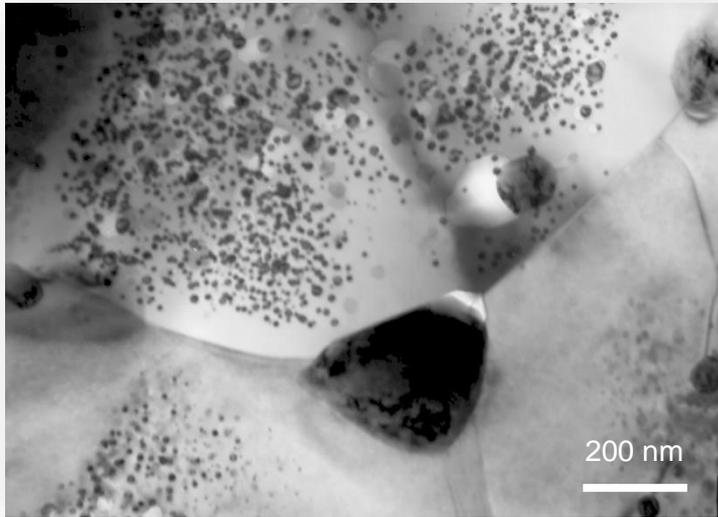


flaw can be stopped by a crystal (owing to its peculiar shape) or simply deflected!

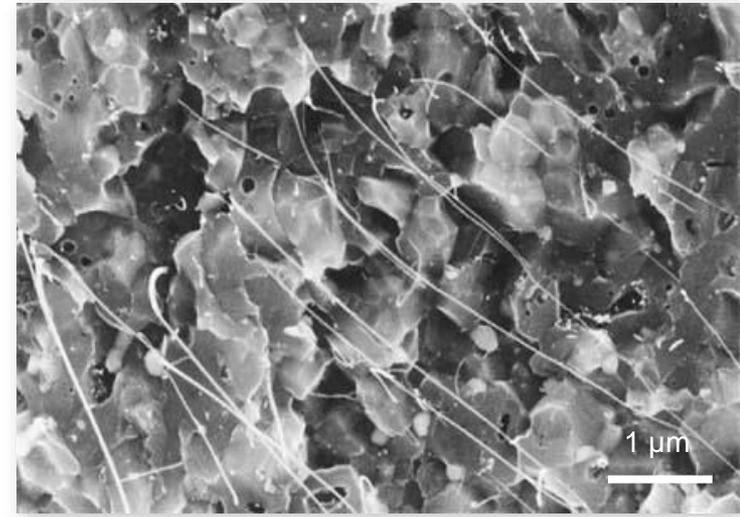


Renforcement par extraction et pontage

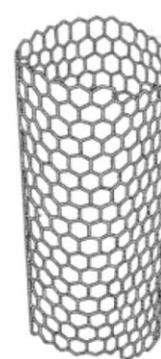
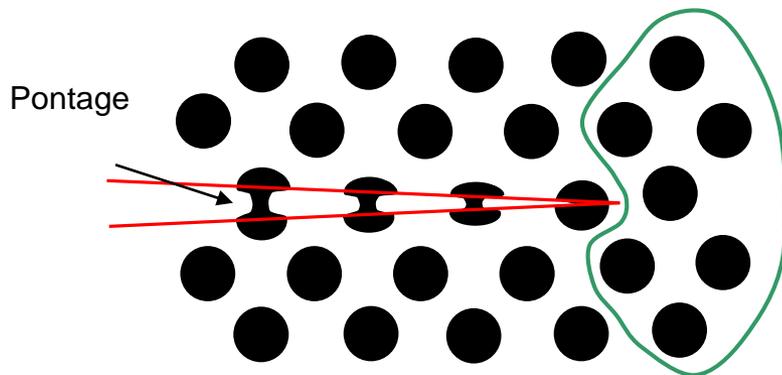
Nanocomposites à matrice alumine à forte densité de nanoparticules



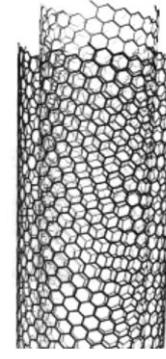
Fe/Cr-Al₂O₃ : particules de solution solide fer/chrome intra et intergranulaires dans une matrice alumine (CIRIMAT Toulouse)



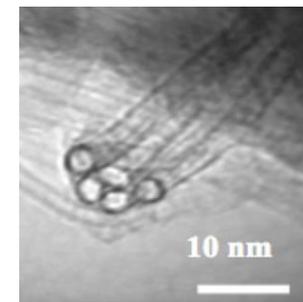
Facès de rupture d'un NTC-Fe-Al₂O₃ : nanotubes de carbone intergranulaires dans une matrice alumine (CIRIMAT Toulouse)



SWNT



MWNT



Faisceau de NTC

Renforcement par extraction et pontage

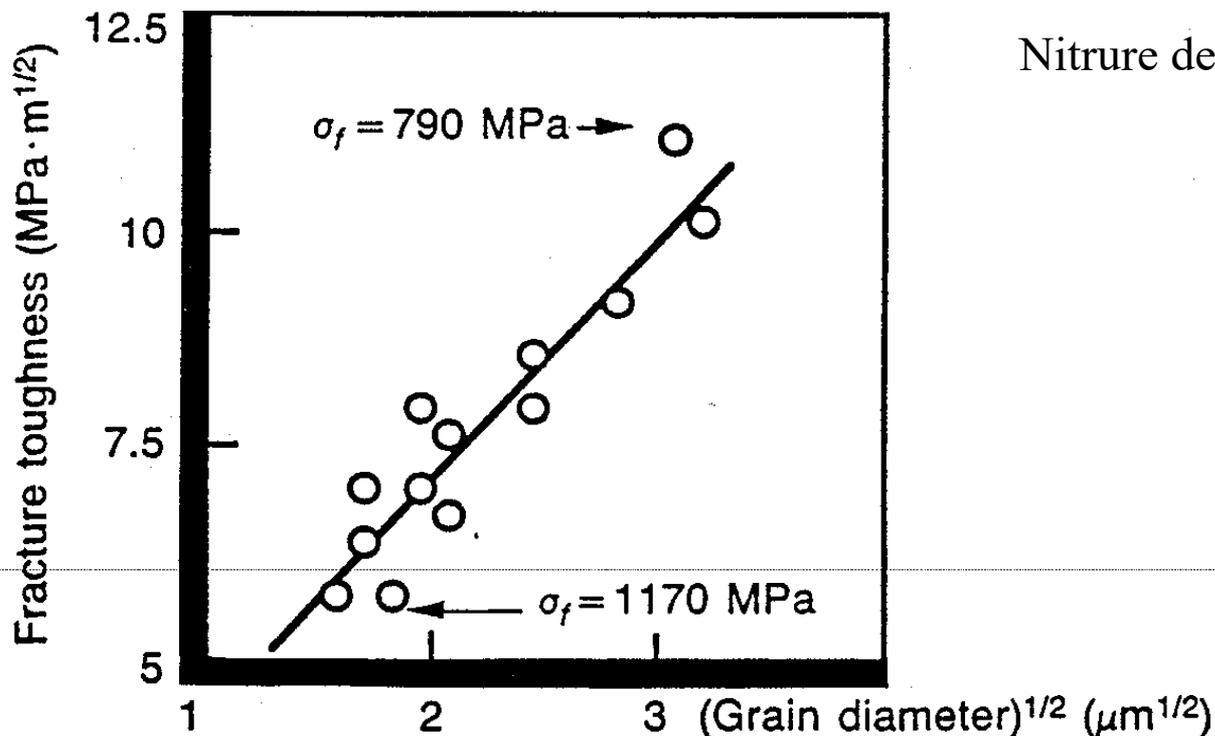
L'énergie supplémentaire consommée dans la zone de pontage s'écrit:

$$\Delta G \approx A \tau d/2$$

avec A la fraction de pontage des grains

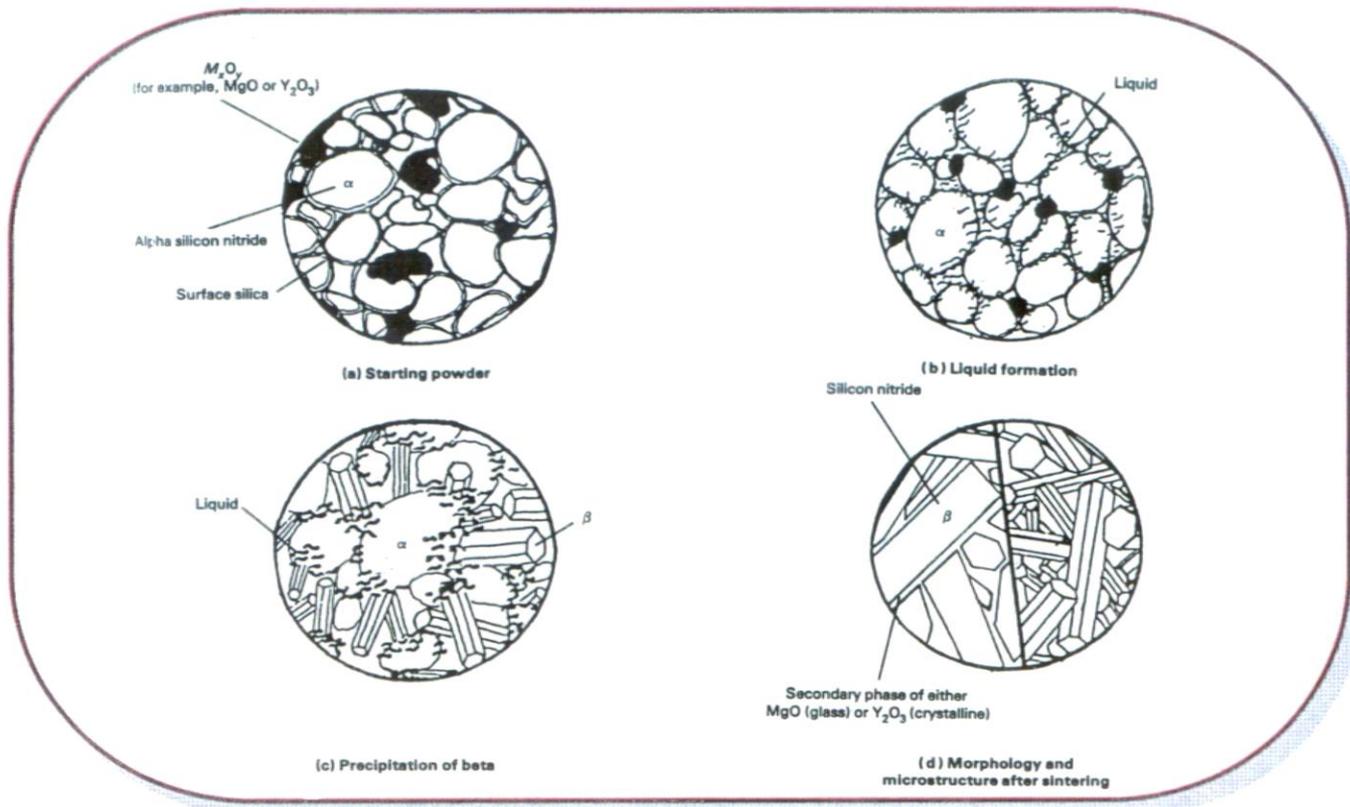
τ la force de cisaillement de friction

d la taille des grains



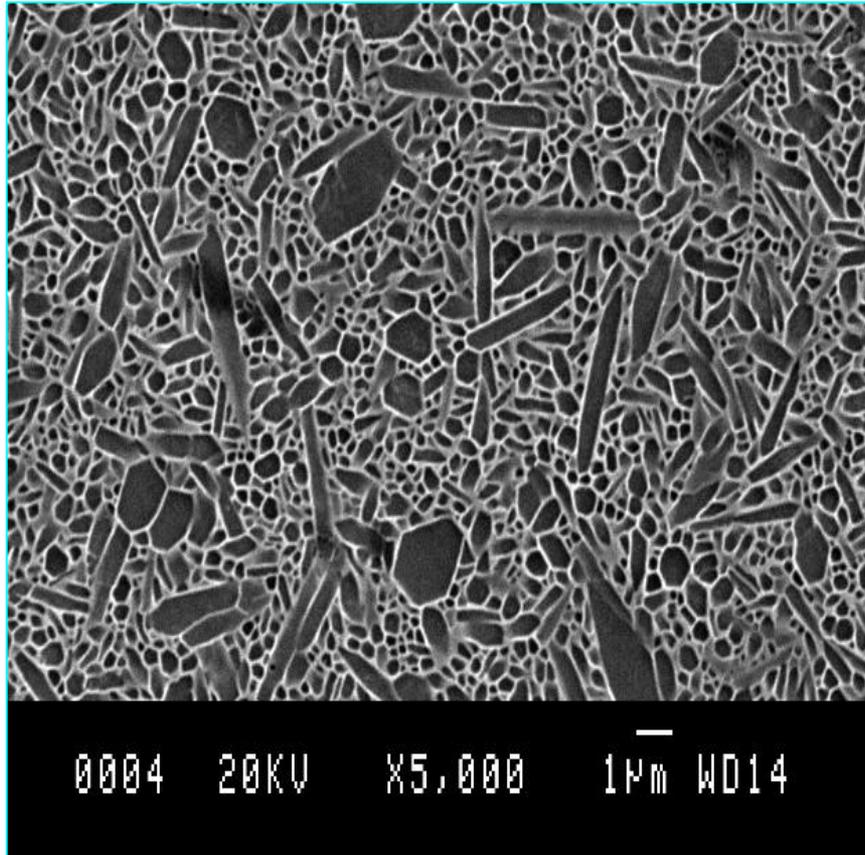
Self toughening: Si_3N_4

K. Jack et al. (from beginning '70)

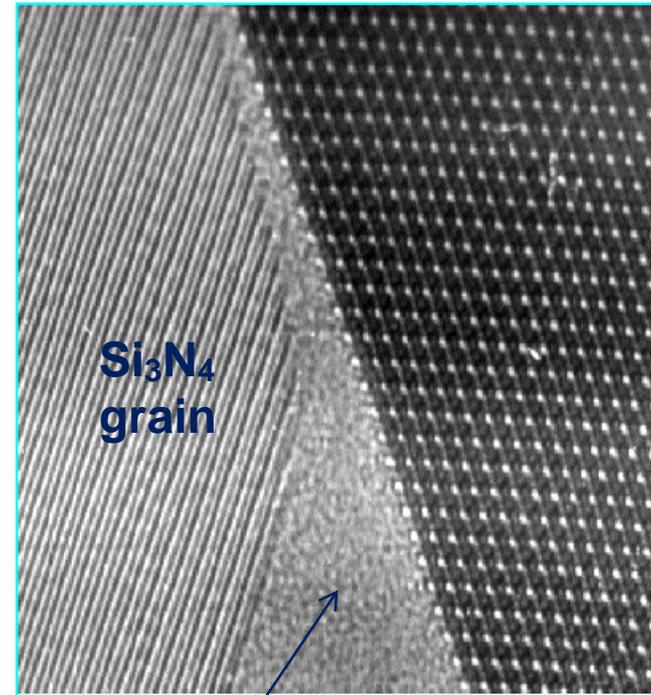


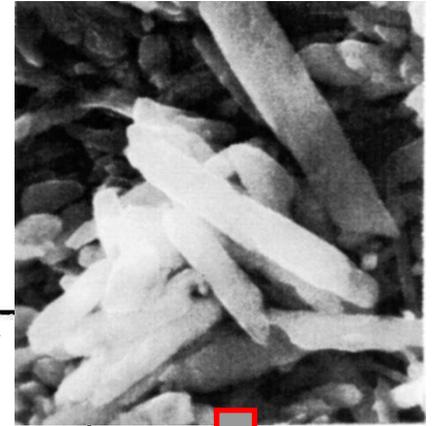
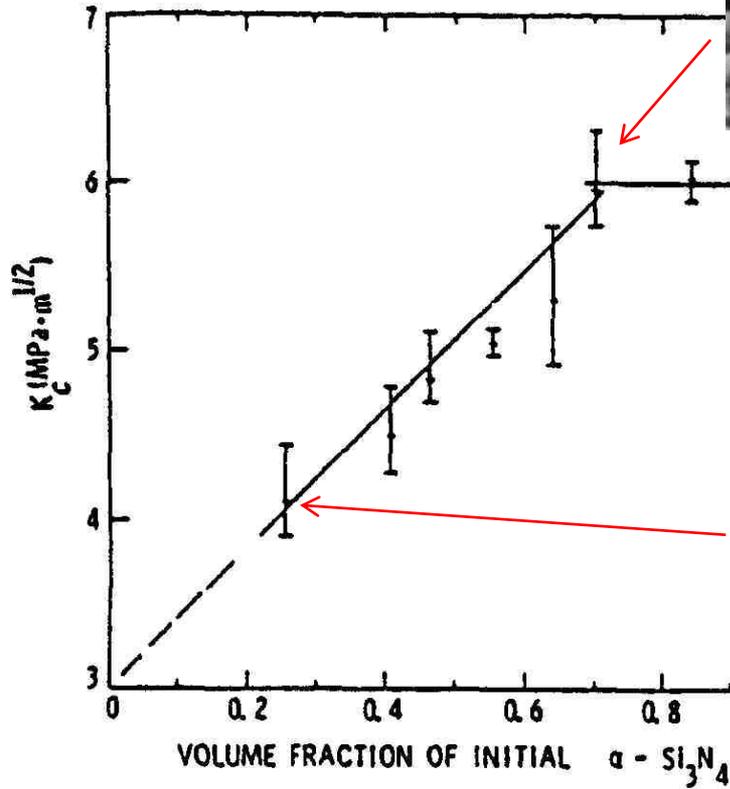
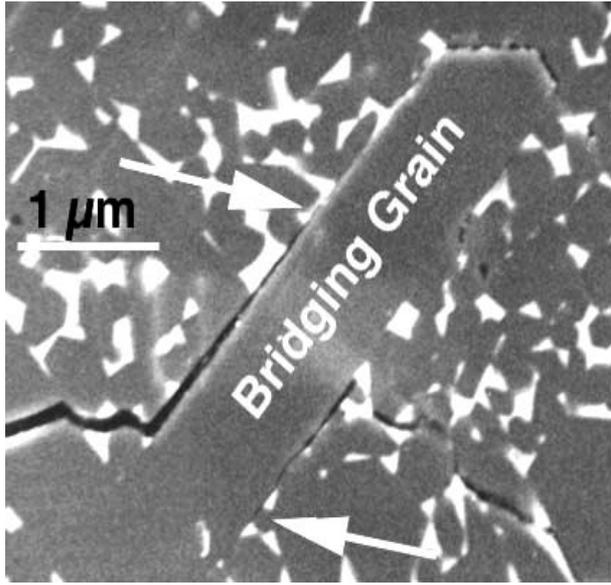
Physical processes occurring during the sintering of Si_3N_4 ceramics

From micro- to nano- ceramic composites

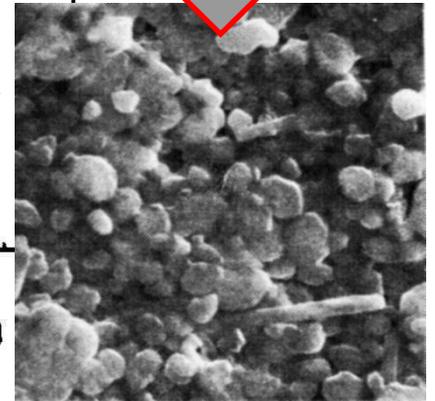


Courtesy S. Hampshire



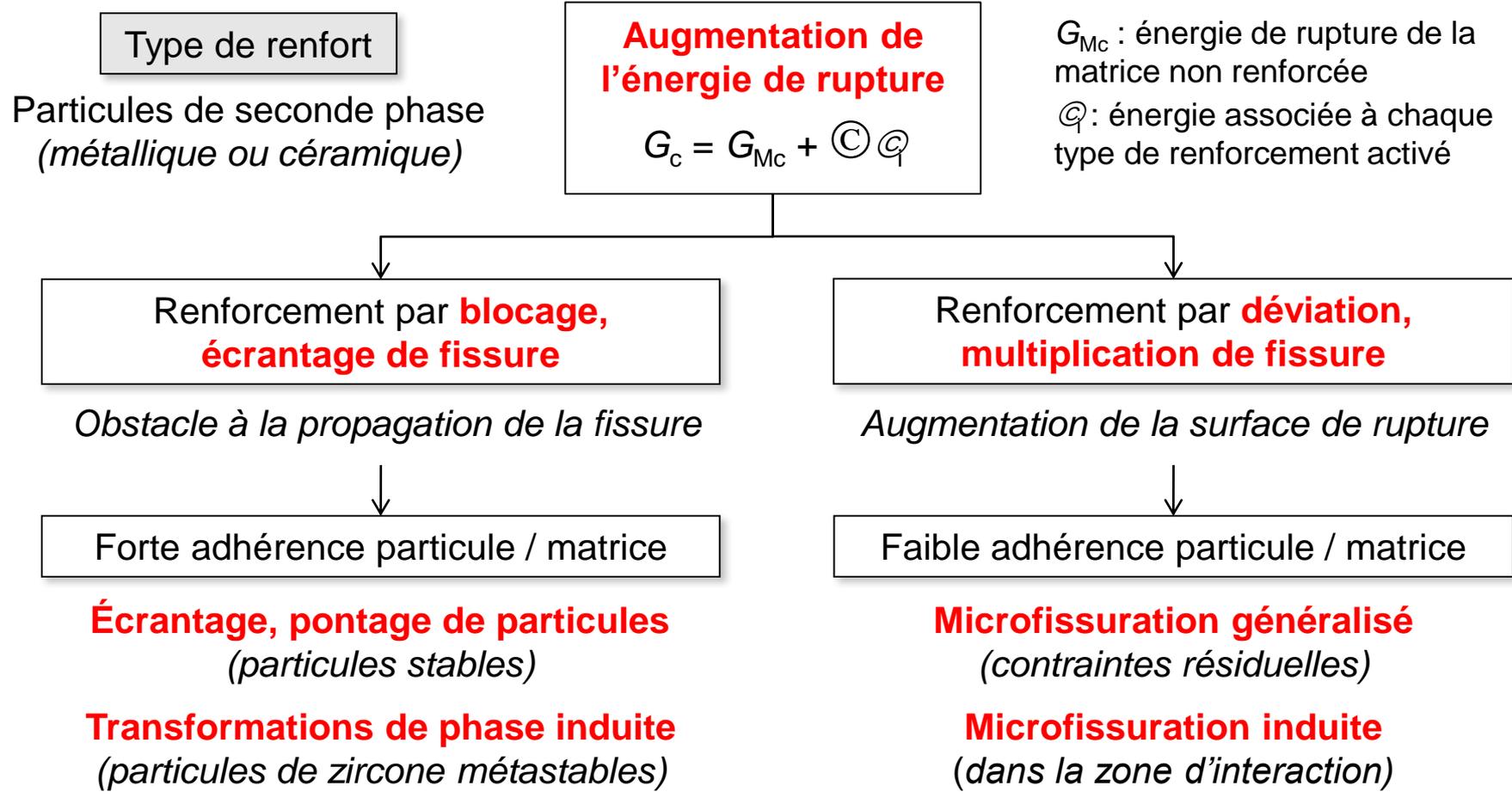


aspect ratio
decreases



Composites à particules dispersées

Composites à renfort discontinu



➡ Augmentation de la **ténacité**

COMPOSITES À FIBRES

Type de renfort

Fibres courtes et trichites (« whiskers » en anglais) céramiques

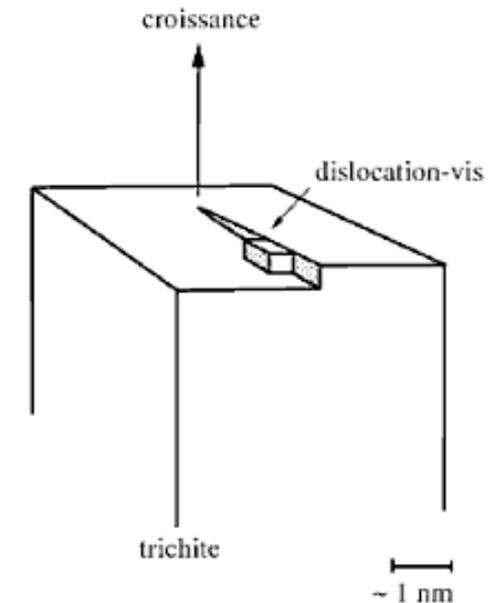
- **Fibres** : polycristaux de faible diamètre (Al_2O_3 , SiC_f , graphite, Si_3N_4 ...)
- **Fibres longues**: C
- **Trichites** : monocristaux filamenteux (SiC_w , graphite)



Trichites de carbure de silicium SiC_w

Élaboration des trichites par croissance le long d'une dislocation-vis

Prix élevé, manipulation difficile, risques pour la santé



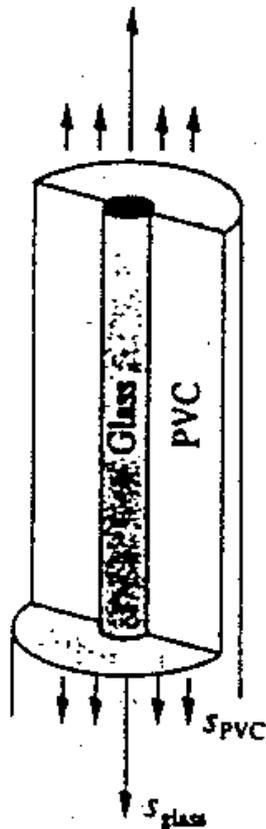
- **Céramique polycristalline massive** : présence de défauts microstructuraux
- **Fibre** : taille des défauts dans une fibre < diamètre de la fibre
- **Trichite** : monocristal sans défaut, résistance proche de la valeur théorique

Renforcement par transfert de charge

Si la liaison matrice-fibre est forte, on observe, en général, un simple transfert de charge (matrice - fibre) et la résistance à la rupture du composite peut être améliorée par rapport à celle de la matrice.

Par exemple, comme le montre la figure I.23, lorsqu'un polymère (chlorure de polyvinyl) renforcé avec une fibre de verre est sollicité en traction, les deux matériaux doivent se déformer ensemble. Si la déformation est égale à 0.002 pour des modules de Young de 70 000 MPa (fibre) et 350 MPa (PVC), le verre supportera une contrainte de 140 MPa contre 0.7 MPa pour le PVC.

$$\varepsilon = 0.002 = \frac{s_v}{70000} = \frac{s_{pvc}}{350}$$



Renforcement par transfert de charge

Dans le cas où toutes les fibres sont alignées parallèlement à la direction de la charge (traction), on peut calculer le module du composite à partir des fractions volumiques (f_i) et des modules (E_i) des composants.

$$E_c = \sum f_i E_i.$$

Pour fixer les idées, considérons un composite de fibres de carbone ($E_f=300\text{GPa}$) et de résine époxyde ($E_m=2\text{GPa}$) contenant 50 % de fibres en volume. On calcule:

$$E_c = 1 + 150 = 151 \text{ GPa}.$$

Dans ces conditions, on peut dire qu'en pratique, la contrainte a été transférée intégralement au renfort fibreux.

Si la force F est appliquée dans une direction perpendiculaire au sens des fibres, la contrainte appliquée aux fibres et à la matrice est identique. Dans ce cas l'allongement du composite est égal à la somme des allongements de la fibre et de la matrice et la déformation relative du composite est reliée à la déformation relative de la fibre et de la matrice. On obtient l'expression finale:

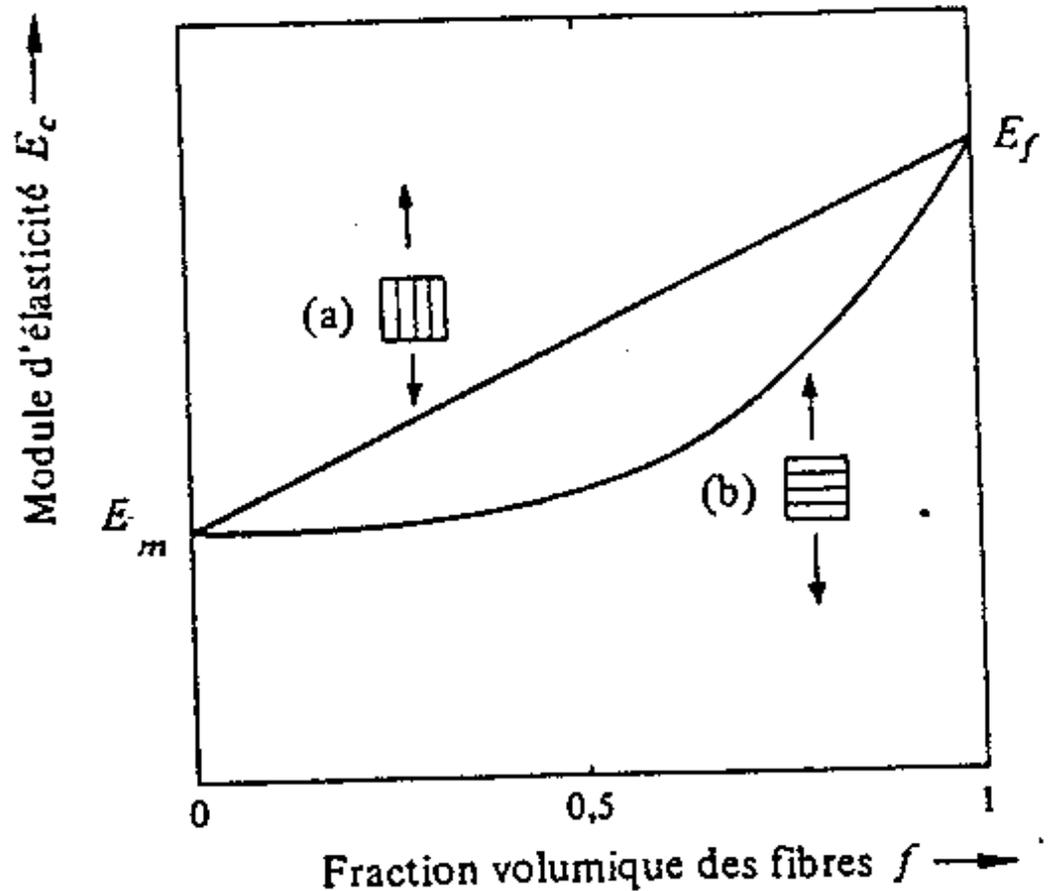
$$\frac{1}{E_c} = \frac{f}{E_f} + \frac{1-f}{E_m}$$

Renforcement par transfert de charge

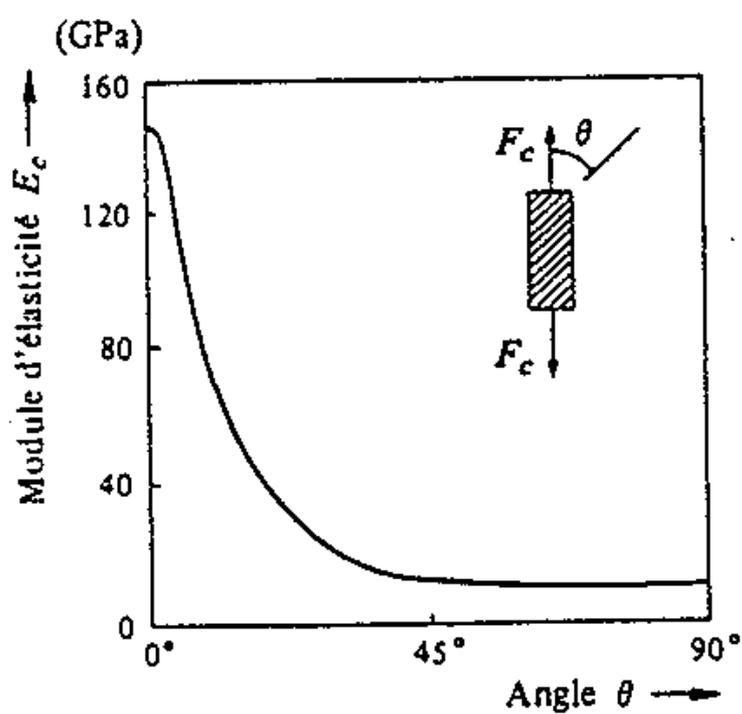
En calculant le module E_c pour le composite fibre de carbone-époxy, on obtient:

$$E_c = \frac{1}{(0.5/300 + 0.5/2)} \sim 4 \text{ GPa}$$

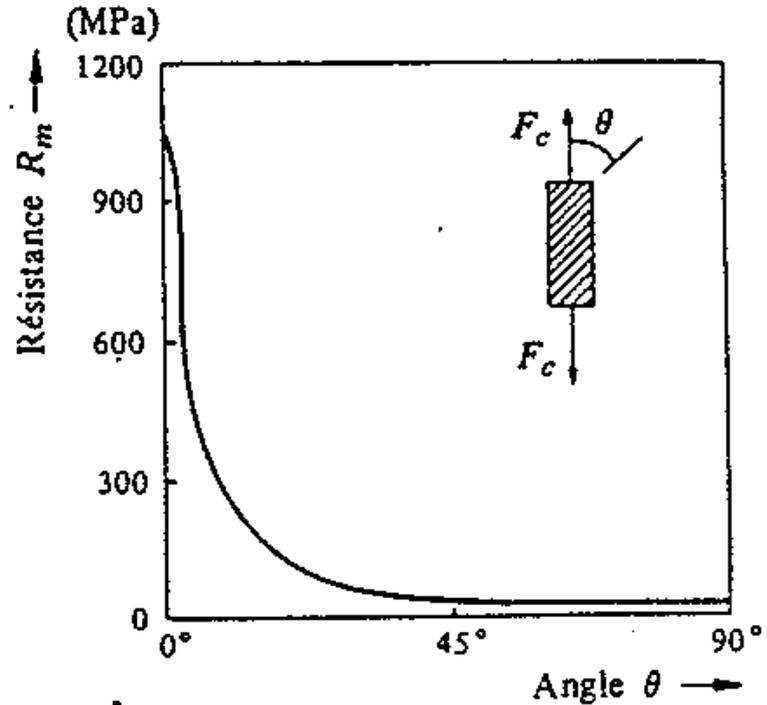
Au lieu des 151 GPa dans le cas parallèle aux fibres



Renforcement par transfert de charge



(a)



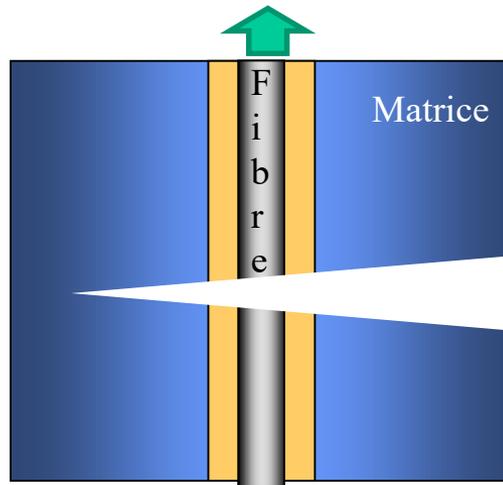
(b)

Effet de l'orientation des fibres sur le module élastique et la résistance mécanique

Renforcement par transfert de charge

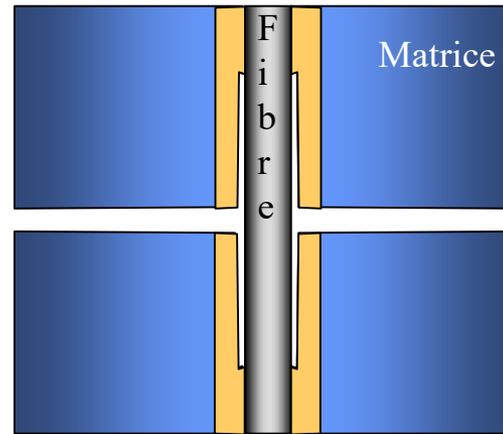
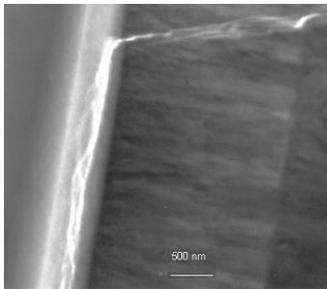
Liaison interfaciale
Fibre/Matrice :

* forte

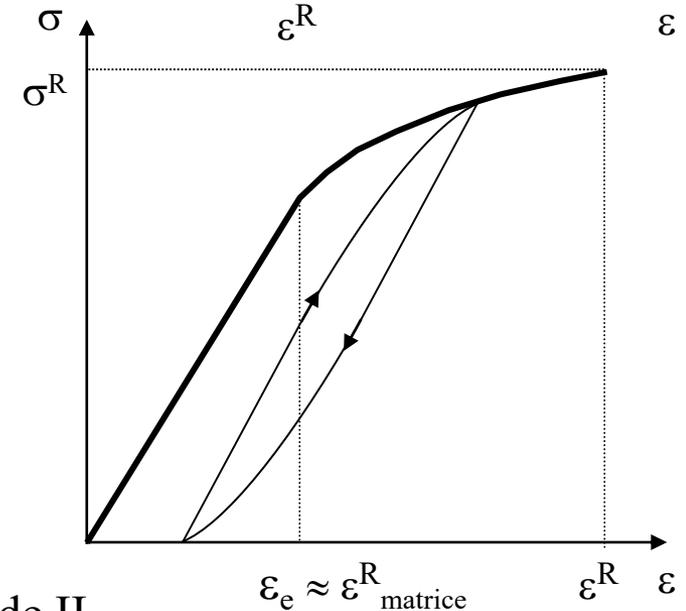
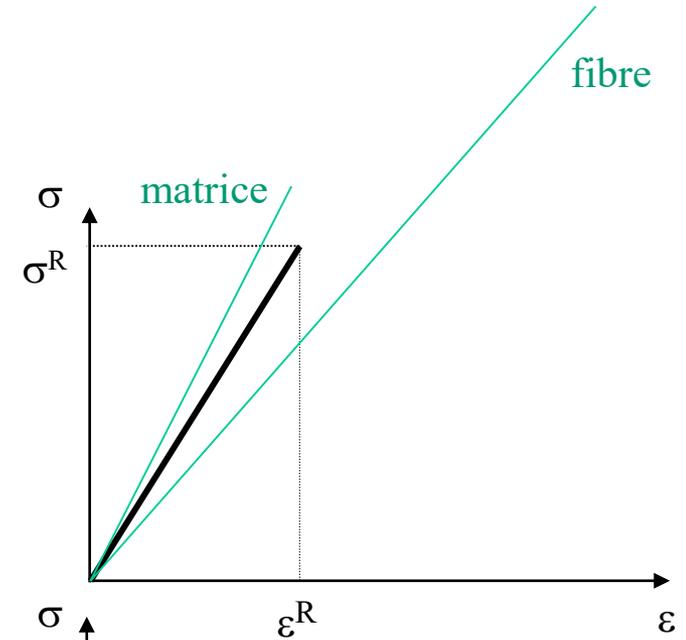


Composites inverses
avec $\epsilon_f^R > \epsilon_m^R$

* modérée



Interphase = fusible mécanique 
= déviateur des fissures matricielles en mode I dans un mode II

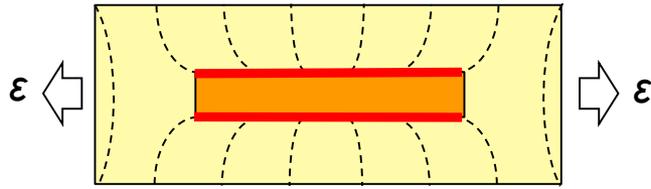


Renforcement par transfert de charge

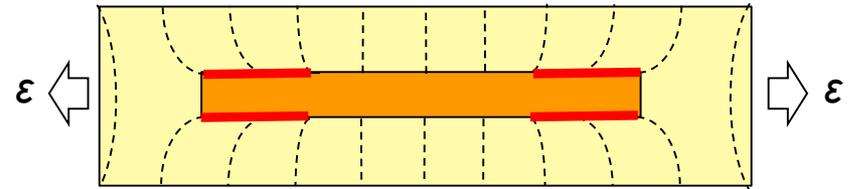
Jusqu'à présent, nous n'avons pris en considération que les fibres longues. On peut montrer que les composites constitués de fibres courtes ont un comportement mécanique équivalent si le rapport de la longueur de la fibre à son diamètre (facteur de forme l/d) dépasse une certaine valeur critique de l'ordre de 100. La valeur critique l_c est d'autant plus grande que le diamètre de la fibre de renfort est élevé.

Dans ces calculs, on suppose une adhésion parfaite entre la fibre et la matrice qui ont toutes deux un comportement élastique idéal.

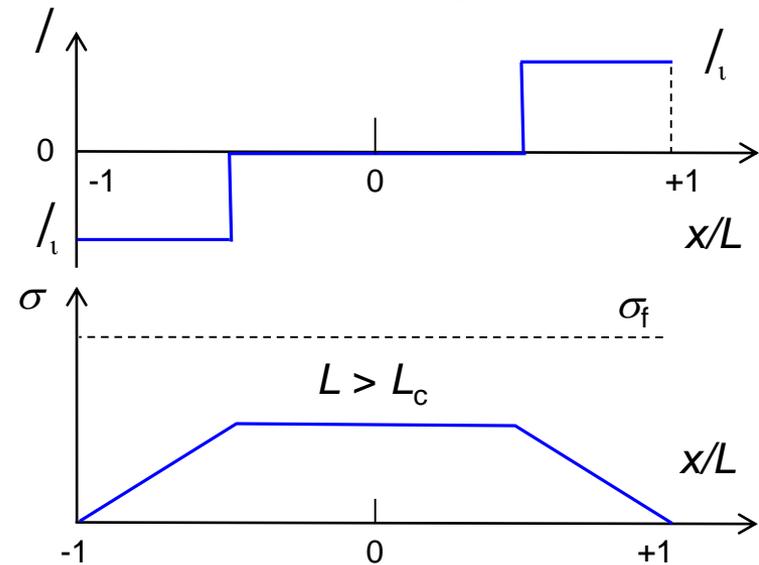
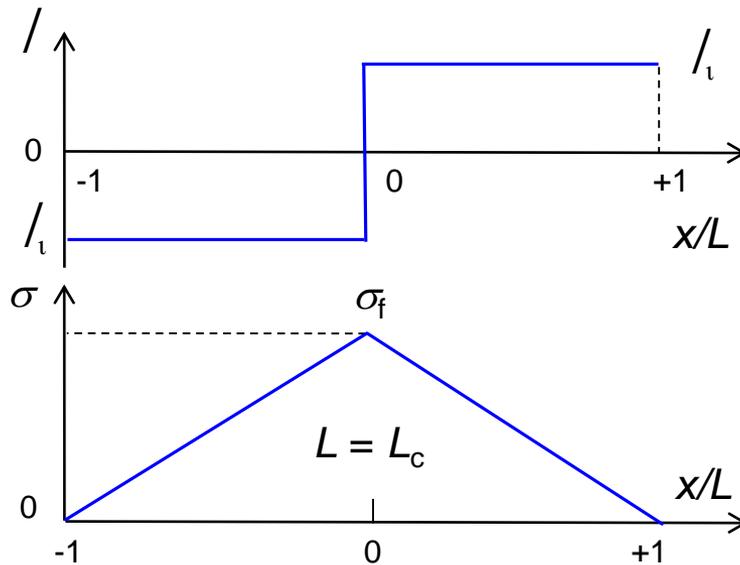
Transfert de charge de la matrice sur la fibre : longueur critique de fibre



fibre « courte »



fibre « longue »



Déformation de la matrice
autour de la fibre (*faible
renforcement, équivalent à
une particule*)

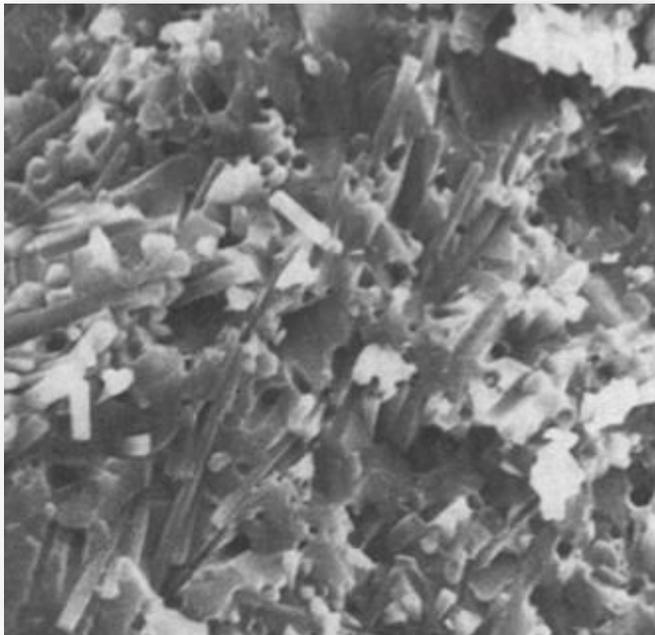
$$L_c = \frac{\sigma_f d}{2 \tau_i}$$

σ_f : contrainte à rupture de la fibre
 d : diamètre de la fibre
 τ_i : résistance de l'interface fibre-matrice
 (ou limite élastique en cisaillement de la
 matrice si $E_m < \tau_i$)

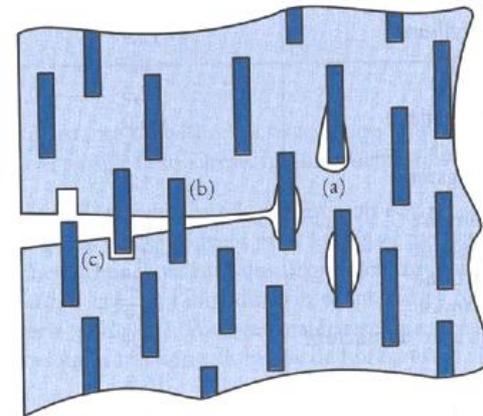
Transfert de charge de la matrice sur la fibre : orientation des fibres

Direction des fibres	Sens de la contrainte	Efficacité du renforcement
Fibres totalement alignées	parallèle aux fibres perpendiculaire fibres	1 0
Fibres réparties aléatoirement dans un plan Fibres réparties aléatoirement dans le volume	dans le plan des fibres toutes directions	3/8 1/5

Faciès de rupture d'une alumine renforcée par des trichites de SiC



Modes de renforcement par fibres courtes

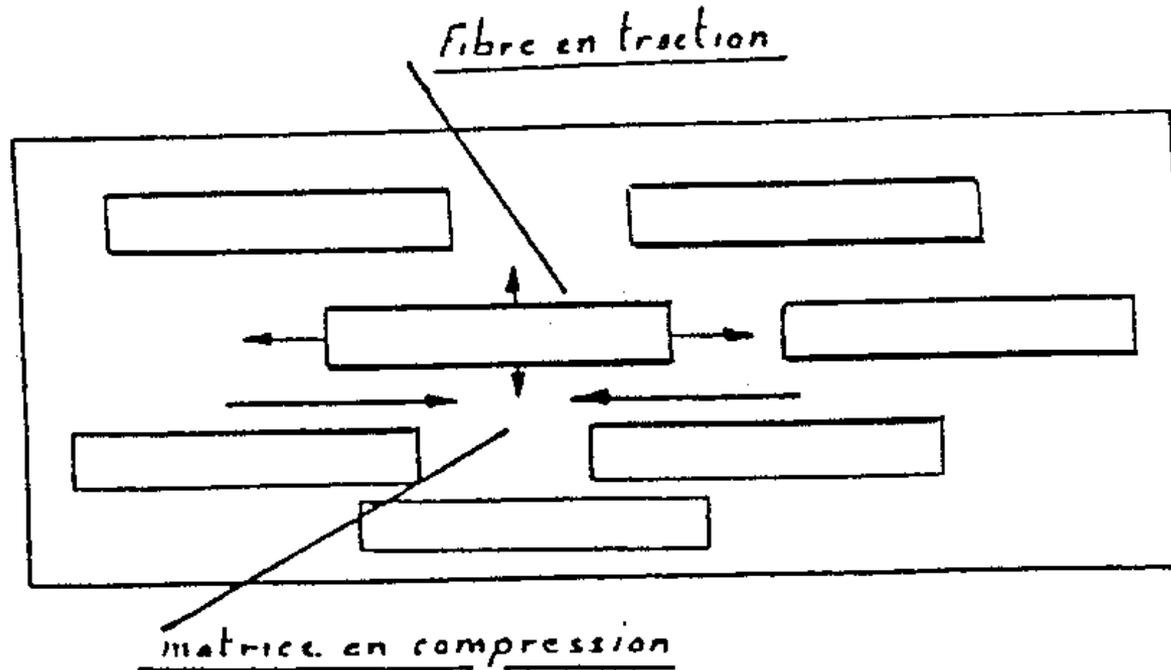


- (a) Décohésion matrice-fibres (*diminution des concentrations locales de contraintes*)
- (b) Pontage des lèvres de la fissure
- (c) Glissement fibre-matrice, déchaussement et extraction des fibres

Rupture de l'interface fibre-matrice + rupture de la matrice (*sans rupture des fibres*)

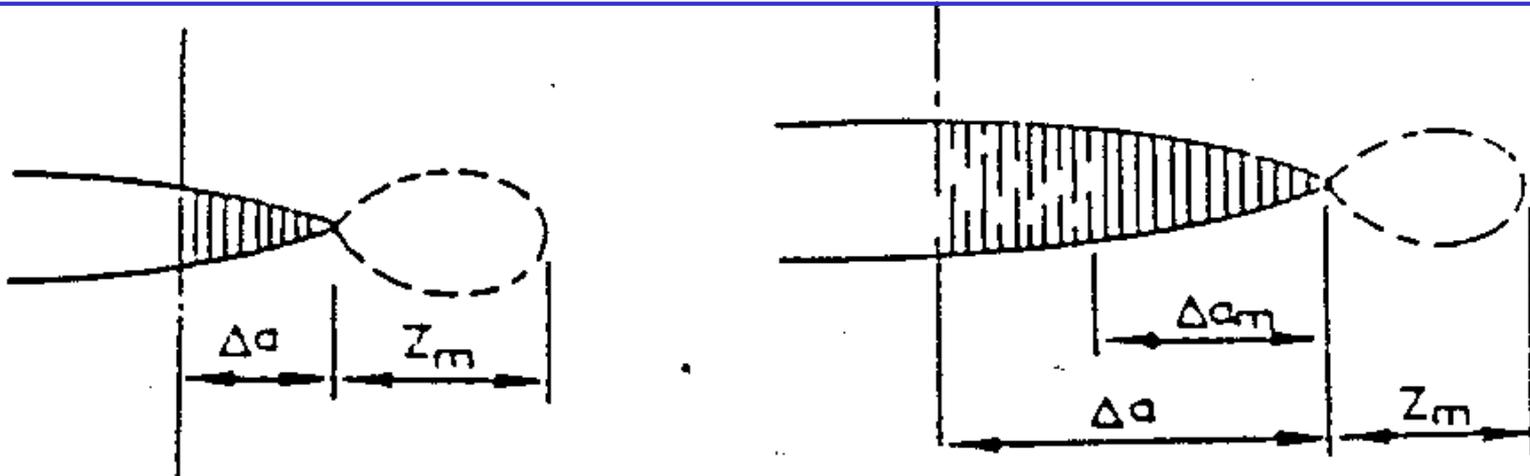
Renforcement par mise sous contrainte de la matrice

Si $\alpha_m < \alpha_f$



→ ralentissement de la fissure dans un champ en compression

Renforcement par pontage



$$K_{IC}^{\text{composite}} = (E^c (G_{IC} + \Delta G^{\text{fb}} + \dots))^{1/2}$$

On peut démontrer que $\Delta G^{\text{fb}} = \sigma_f^2 r_f V_f c_f / E_f c_i$

- avec :
- σ_f : résistance de la fibre
 - r_f : rayon de la fibre
 - V_f : fraction volumique de la fibre
 - γ_f : énergie de fracture de la fibre
 - E_f : module d'Young de la fibre
 - γ_i : énergie de fracture de l'interface

Renforcement par extraction des fibres

Si l'adhésion entre les fibres et la matrice est faible, les fibres peuvent se déchausser.

Du fait de l'absorption d'énergie lors du frottement fibres-matrice, un travail additionnel devra être fourni conduisant à une augmentation de la ténacité.

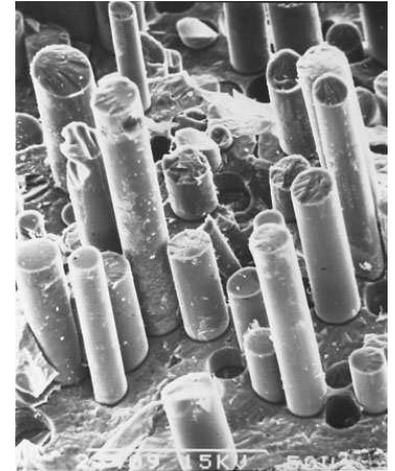
$$\Delta G^{\text{ext}} = A_{\text{ext}} \tau_i r (l_{\text{ext}} / r)^2$$

avec A_{ext} = fraction d'extraction des fibres

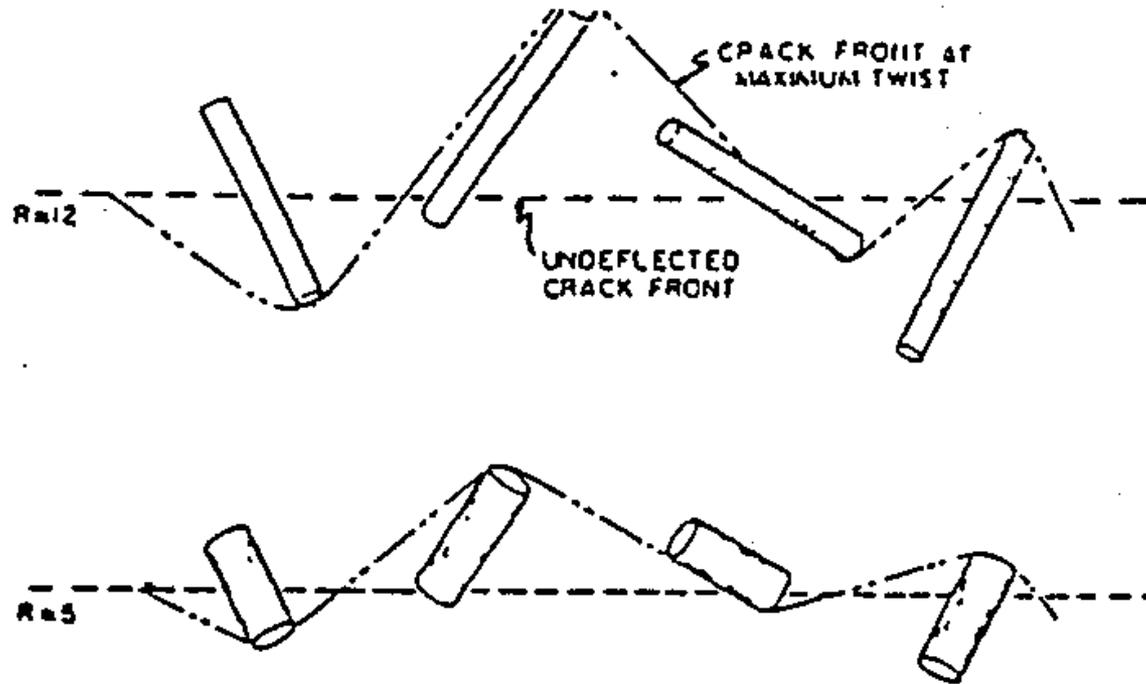
τ_i = résistance à la friction

r = rayon de la fibre

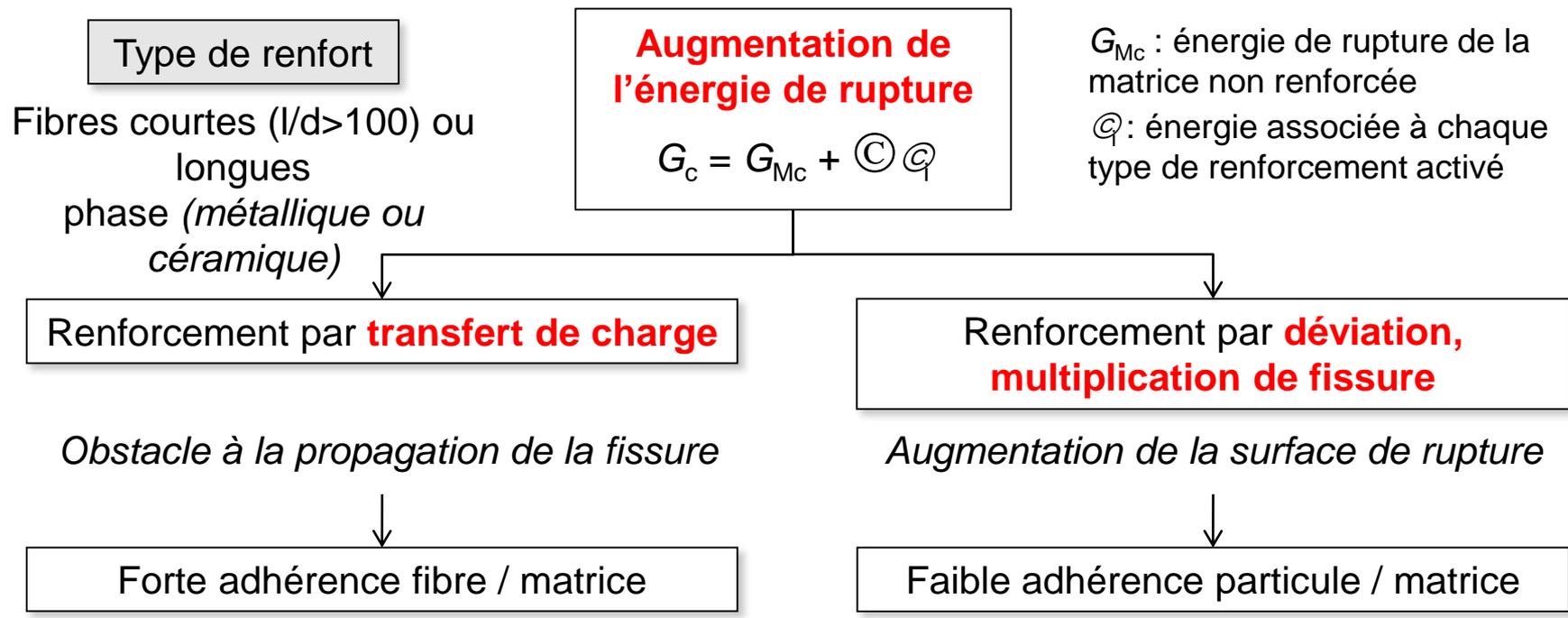
l_{ext} = longueur de l'extraction



Renforcement par déviation



Composites à FIBRES



Écrantage, pontage

Extraction des fibres

Si $\alpha_m < \alpha_p$
Mise sous contrainte de la matrice

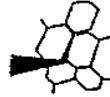
 **Augmentation de la **ténacité****

TOUGHENING MECHANISMS

(after Ritchie, modified)

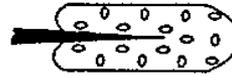
1. CRACK DEFLECTION

AND MEANDERING



2. ZONE SHIELDING

- TRANSFORMATION
TOUGHENING



- MICROCRACK
TOUGHENING



3. CONTACT SHIELDING

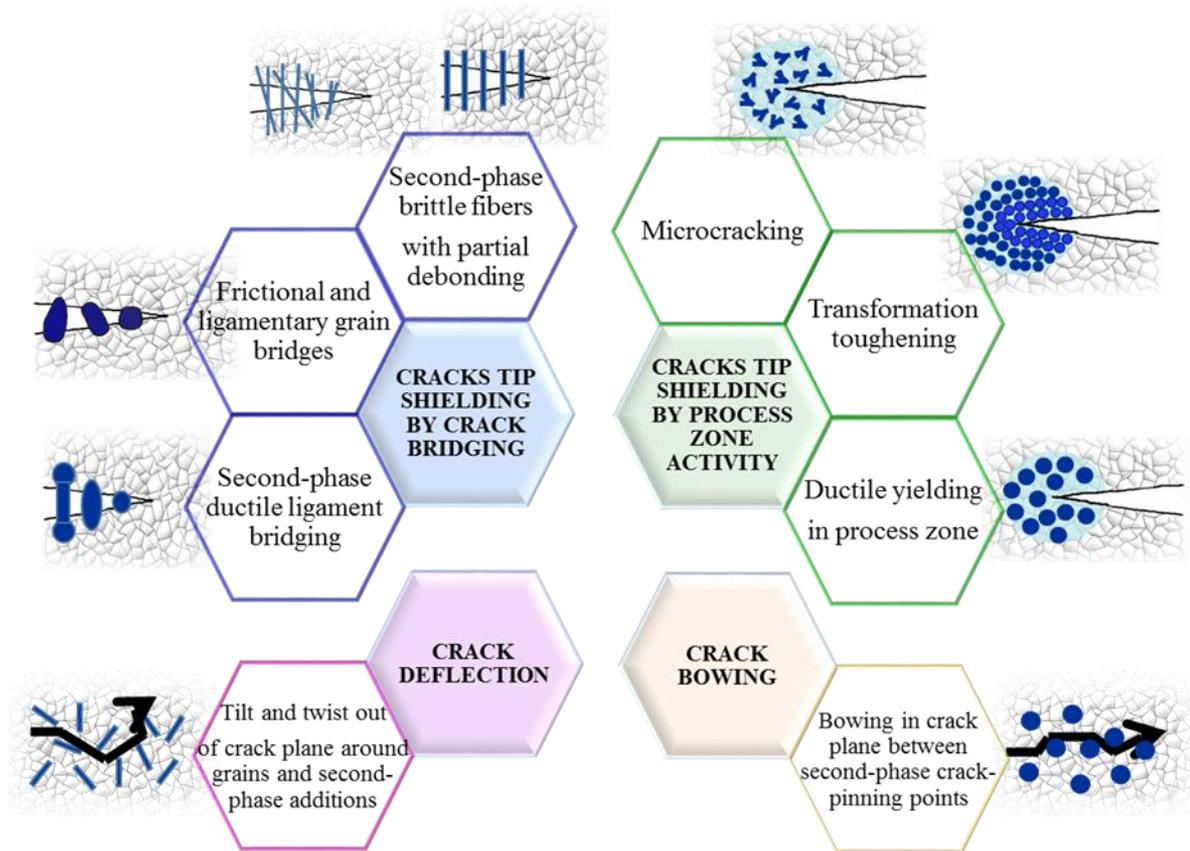
- FRICTION OF
SERRATED GRAINS



- BRIDGING OF
LIGAMENTS



Schematic illustrations of toughening mechanisms in ceramic materials



EFFICACITE DES MECANISMES

L'efficacité du renforcement dépend de

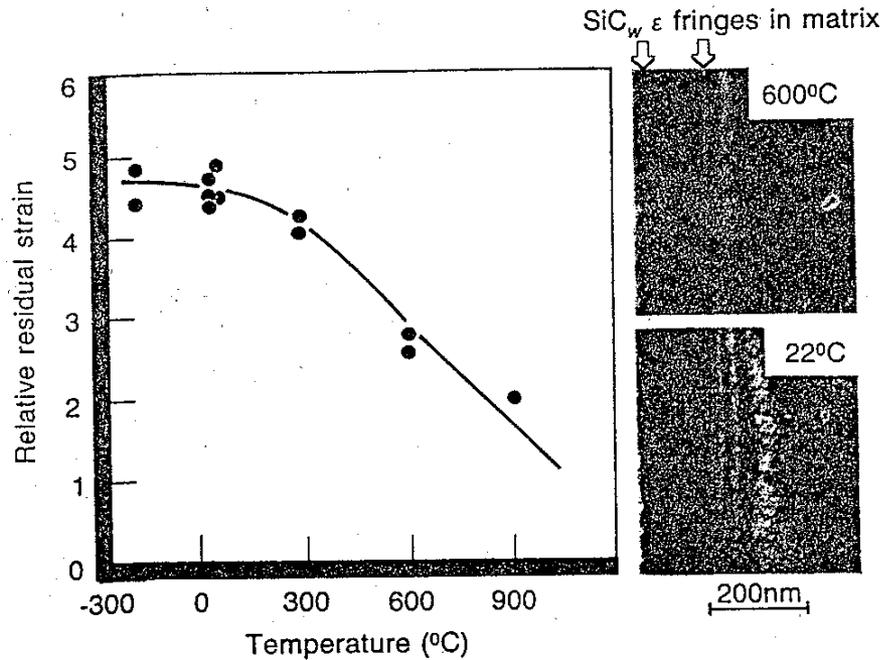
- la taille du renfort

Lorsque les particules dispersées présentent une taille importante et une grande différence de coefficient de dilatation avec la matrice, elles causent une fissuration de la matrice lors du refroidissement.

⇒ le diamètre des phases de renforcement est limité et dépend des propriétés élastiques de la matrice et des phases de renforcement.

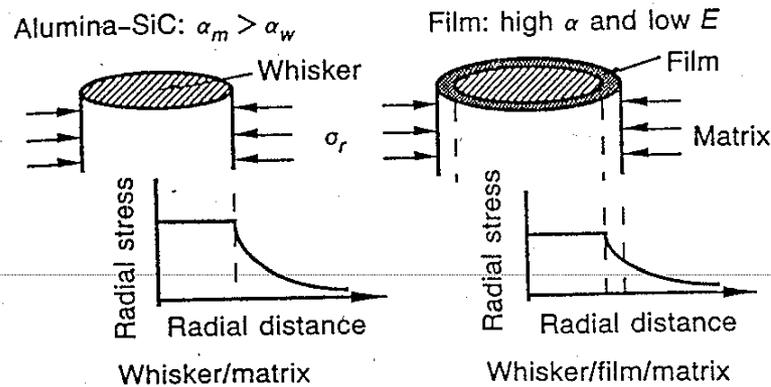
- la nature de l'interface
- l'état de surface du renfort

L'état de surface du renfort influence fortement les contraintes interfaciales renfort-matrice. Ainsi les trichites doivent présenter une surface sans rugosité pour donner un interface net et limiter la genèse de contraintes.



Nature de l'interface

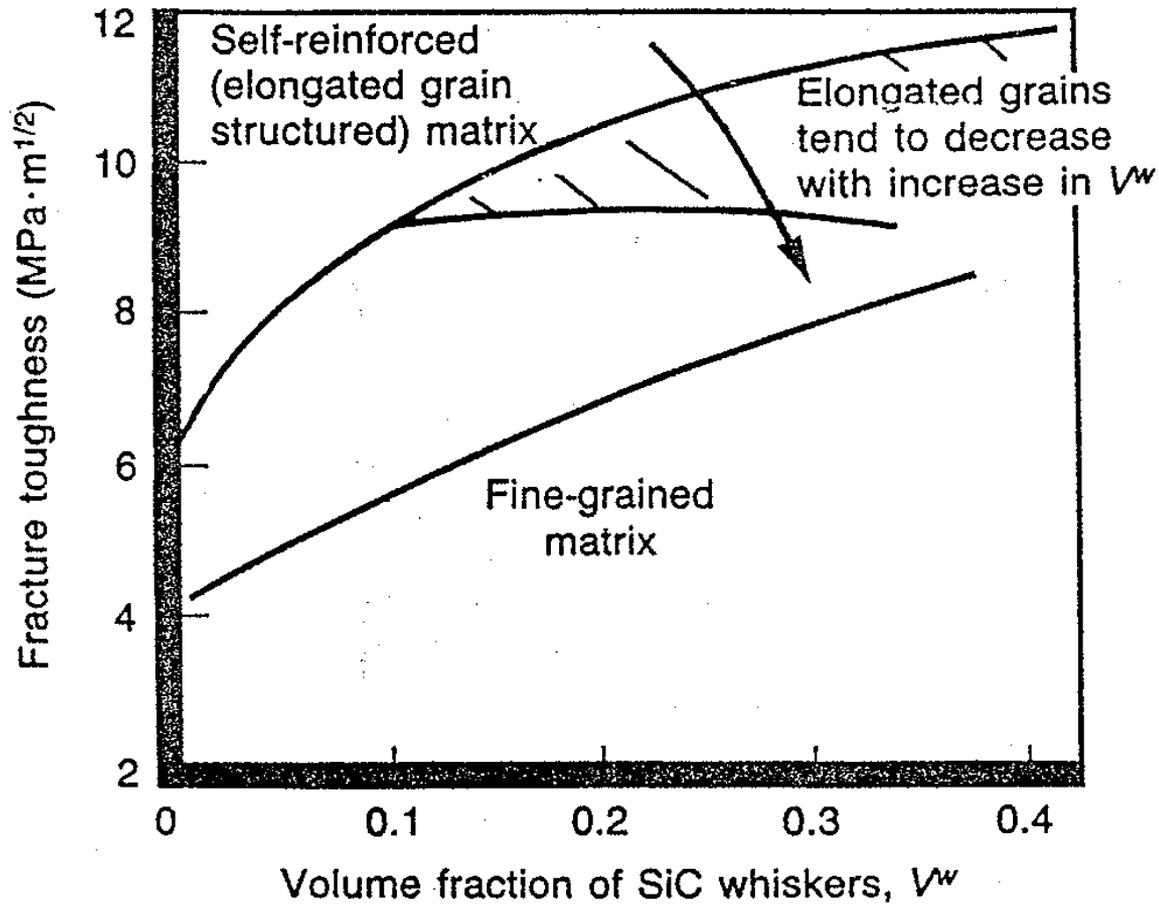
(A)



(B)

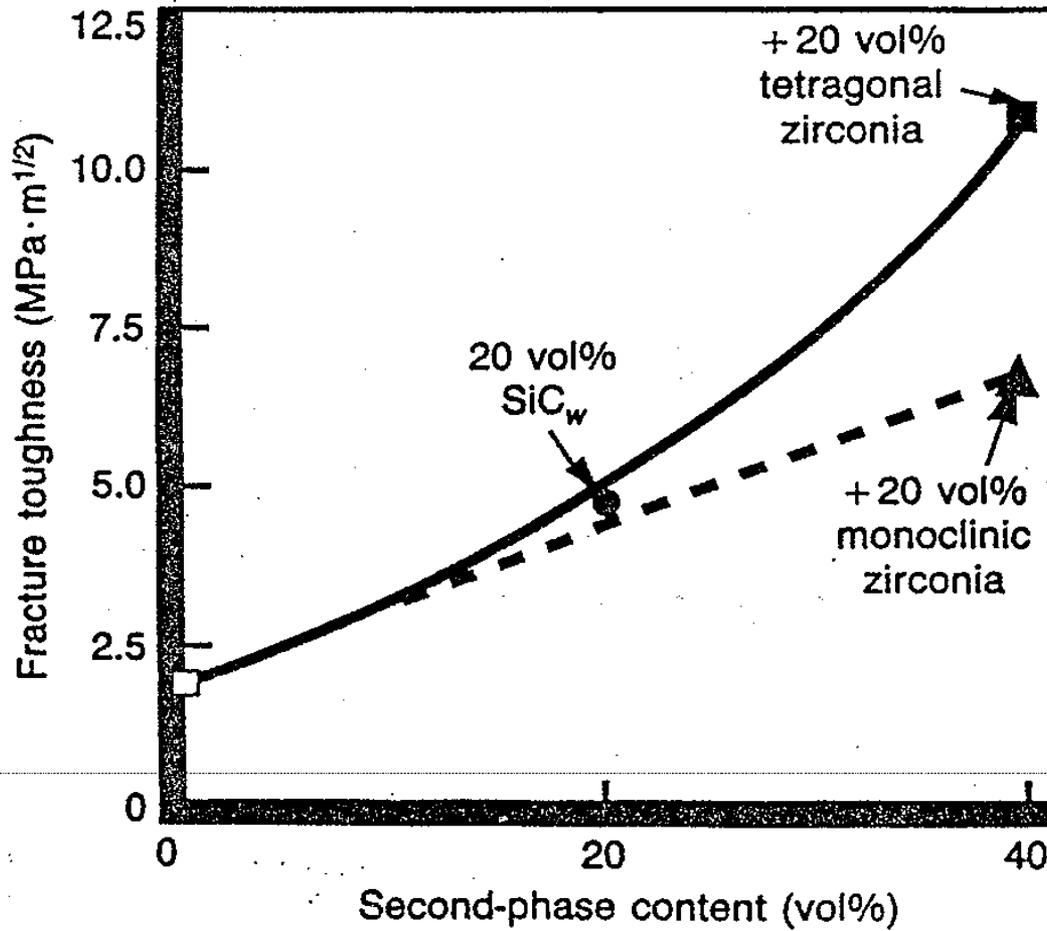
Figure I.29 : Contrainte de compression radiale générée par la différence de coefficient de dilatation agissant sur l'interface matrice-trichite. (A) Les contraintes augmentent durant le refroidissement. (B) Réduction de ces contraintes par la présence d'un film à l'interface.

COMBINAISON DE PLUSIEURS MECANISMES

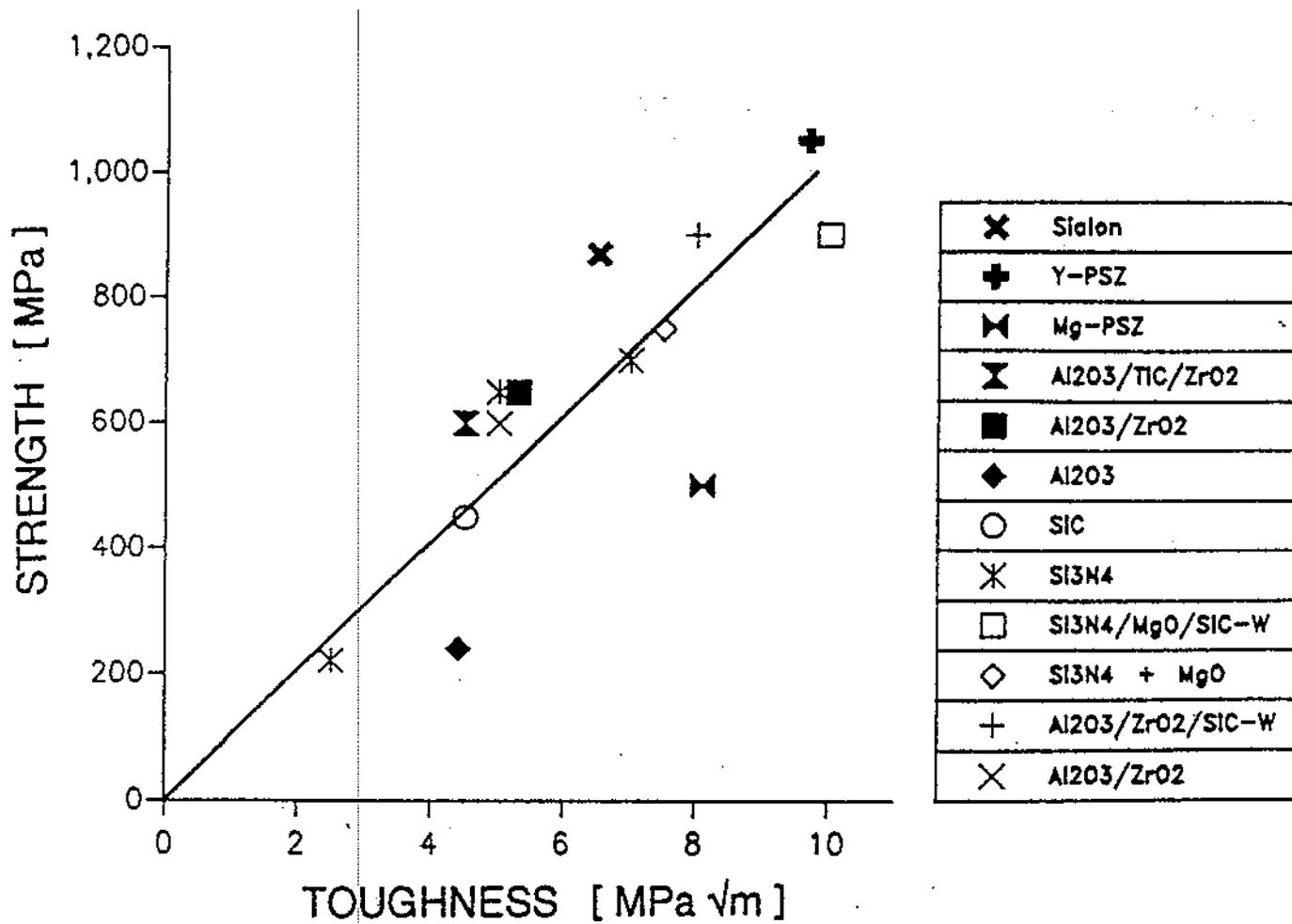


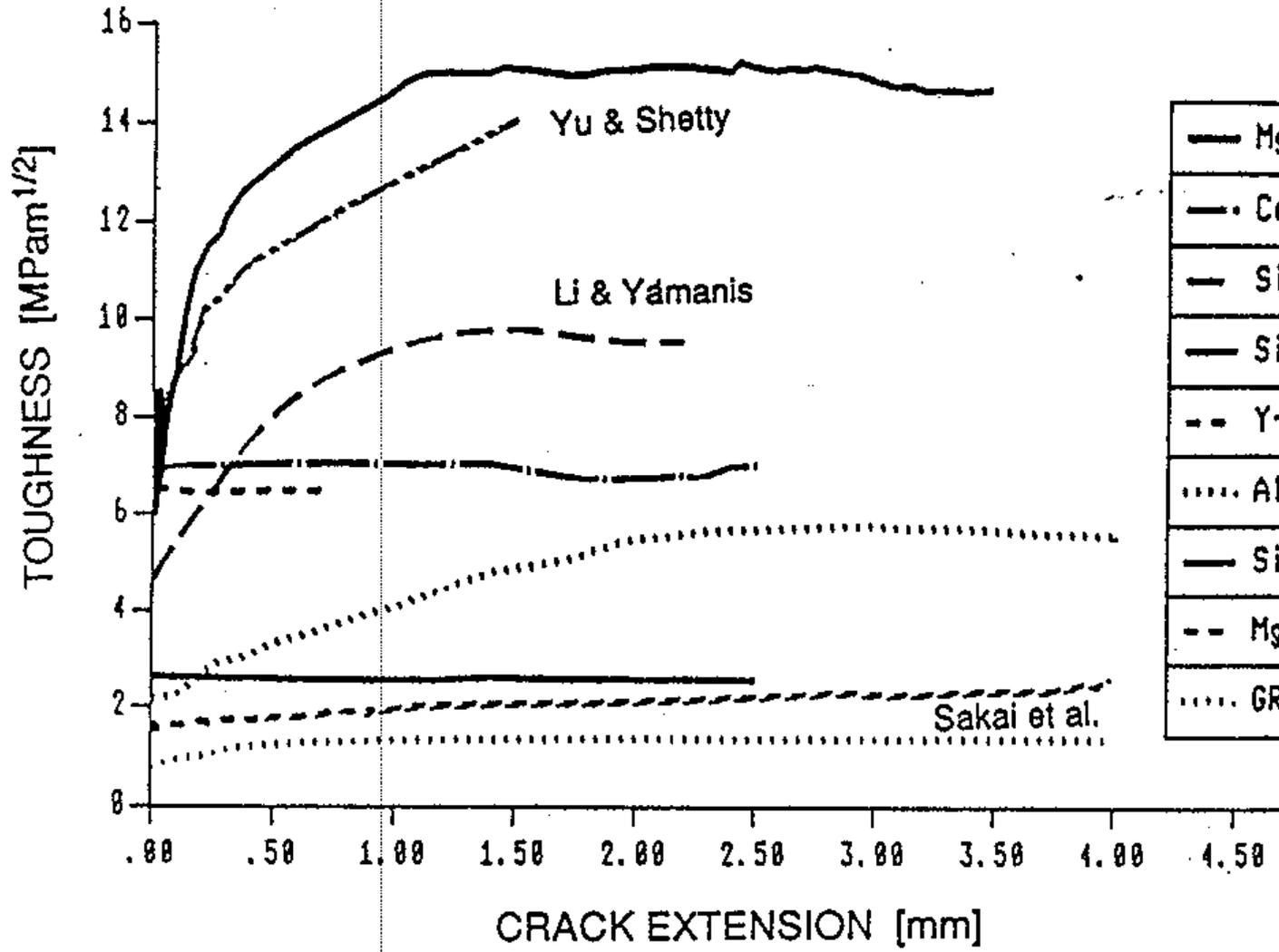
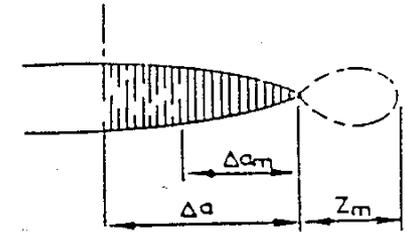
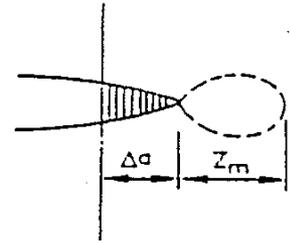
Matrice en Nitrure de silicium

COMBINAISON DE PLUSIEURS MECANISMES



Matrice en Mullite





—	Mg-PSZ
—•—	Ce-TZP
—	Si3N4-B
—	Si3N4-A
- - -	Y-TZP
.....	Al2O3
—	SiC
- - -	MgAl2O4
.....	GRAPHITE

Quelques applications...

Pièces d'usure
Réfractaires (*échangeurs de chaleur*)



Filtre à gaz haute température en composite à matrice Al_2O_3

Échangeur de chaleur et composant de four en composite Al_2O_3 - SiC_p (Urquhart, 1991)

Exemples de composants Al_2O_3 - SiC_p pour applications nécessitant une bonne résistance à l'usure érosive par des particules solides dans un liquide (diamètre de pompe environ 640 mm)

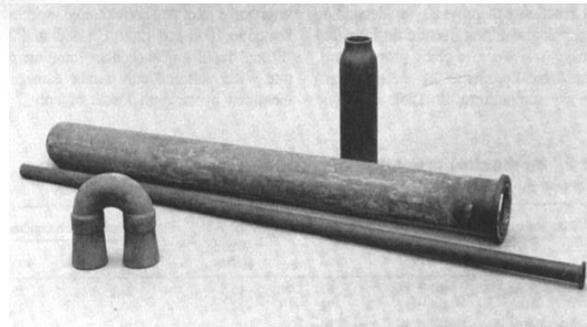


Tableau I.5 Comparaison des mécanismes de renforcement pour différents composites céramiques (● mécanismes prépondérants, ○ autres mécanismes importants)

Second phase	Long fibres		Particles		Whiskers	Particles and whiskers
Example of composites	C/C	Glass/C	Al ₂ O ₃ /ZrO ₂	Si ₃ N ₄ /TiC	Al ₂ O ₃ /SiC _w	Al ₂ O ₃ /ZrO ₂ /SiC _w
Expected toughening mechanism						
Load transfer						
Prestressing						
Phase transformation						
Microcracking						
Crack deflection or						
Crack impediment						
Crack bridging						