



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux

Présenté par :

DOGHA Ibtissam & DILMI Nadjat

Thème

Analyse du comportement mécanique d'une
céramique par photographie de speckle digital

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
ROUABHI YOUSSEF	MCB	Président
ZEMMAMOUCHE R	MCB	Encadreur
MOUSSAOUI NAFISSA	MAA	Examineur

Année Universitaire :
2019/2020 2020

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تحليل السلوك الميكانيكي لخزف تيتانات الألمنيوم بطريقة بصرية وخزف الالومين المسامية من خلال إجراء تجربة الانحناء في أربع نقاط و تجربة الضغط على الترتيب وتحليل و مقارنة النتائج المتحصل عليها

Résumé

Le but de cette étude est d'analyser le comportement mécanique des céramiques au titanate d'aluminium par méthode optique et des céramiques d'alumine poreuse en menant une expérience de pliage en quatre points et un essai de compression et en analysant et comparant les résultats obtenus.

Abstract

The objectif of This study is to analyze the mechanical behavior of aluminum titanate ceramics by Optical method and porous alumina ceramic by conducting a four-point bending experiment and an arrangement compression experiment, and analyzing and comparing the results obtained.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Au début, je remercie dieu pour qui je suis à ce stade

Et mes grands remerciement et respect à mon professeur

« zemmamouche redouane » qui m'a guidé et m'a donné des idées pour terminer ce mémoire, et je remercie tous les professeurs du département de génie mécanique.

Au final, je remercie ma famille qui m'a soutenu tout au long de mon parcours académique.

Sommaire

Chapitre I : Généralité sur les c céramique

I.1 .Définition	1
Structure	1
céramique ionique et céramique covalente	2
les céramique a base d'oxyde.....	3
les céramique non oxyde.....	4
les matières premières	5
les argiles.....	5
les kaolins.....	7
formation.....	8
Application.....	9
La silice	10
Le quartz	10
Classification.....	11
Les céramique traditionnelle	11
Les céramiques techniques.....	13
Elaboration des céramiques	14
Broyage des poudres	14
Définition de broyage.....	14
Type de broyage.....	15
Mécanismes de broyage	15
La mise en forme	16
Compaction sèche des poudres... ..	16
Coulage en barbotine	19
Le frittage.....	19

Chapitre II : Comportement mécanique de céramique.

Introduction	24
Le module d'élasticité	24
Constante des cristaux céramique	26
II.2.1. Constante élastique des matériaux composites.....	28
Résistance à la compression	29
Comportement en fluage.....	30
La ténacité.....	33
Relation entre les différentes approches	35
La rupture des céramiques	37

Chapitre III : La technique de speckle.

Phénomène de speckle.....	42
Les prospérités.....	42
Statique de première ordre	43
Statique de 2 ^{ème} ordre	46
Speckle objectif et subjectif	48
Speckle objectif.....	48
Speckle subjectif	50
Définition et origine du déplacement et de la décortication du speckle.....	51
La photographie de speckle	61
Photographie de focalise	61
Filtrage point par point	63

Chapitre IV : Partie expérimental

Introduction.....	68
Matérielle et méthode de la première étude	68
Matérielle et méthode de la deuxième étude	72
Résultat et discussion de la première étude.....	73
Résultat et discussion de 2eme étude	78

Principales Notations

(I)	Fonction de densité de probabilité
I	Distribution d'intensité de la figure de speckle
I _{ob}	Intensité de l'onde objet
I _r	Intensité de l'onde référence
⟨I⟩	Intensité moyenne
c	Contraste de la figure de speckle
o	Déviatoin standard de l'intensité
h	Longueur d'onde
x-y	Plan objet X-Y Plan image
£-5	Plan de la lentille/Plan de reconstruction en holographie digitale
d ₀	Distance d'observation d'un speckle objectif / distance objet lentille en speckle subjectif
D	Diamètre de la surface éclairée en speckle objectif
d _i	Distance lentille image en speckle subjectif
g	Grandissement de la lentille
F	Nombre d'ouverture de la lentille
f	Distance focale de la lentille
(X,Y)	Distribution d'amplitude dans le plan image
ar	Amplitude complexe de l'onde objet
aob	Module de l'amplitude complexe de l'onde objet
(x,y)	Amplitude complexe de l'onde de référence
ar	Module de l'amplitude complexe de l'onde de référence
(£,5)	Fonction pupillaire

k	Nombre d'onde
(u_x, u_y)	Déplacement du speckle dans le plan objet
(a_x, a_y, a_z)	Composantes du déplacement du speckle dans le plan objet/vecteur de déplacement en holographie
(A_X, A_Y)	Déplacement du speckle dans le plan image
h	Transmittance du speckle gramme/Transmittance de l'hologramme
(k, l)	Indices de la matrice d'une image
\vec{k}_i	Vecteur de propagation
I_{sat}	Intensité de saturation de la caméra
d	Distance de reconstruction/enregistrement
$IN[.]$	Partie imaginaire
$Re[.]$	Partie réelle
$\Delta x, \Delta y$	Taille du pixel de la camera CCD
$\Delta \xi, \Delta \zeta$	Taille du pixel de l'hologramme reconstruit
f_{Nax}	Fréquence spatiale maximale à résoudre en holographie digitale
θ_{Nax}	Angle maximale entre l'onde objet et l'onde référence
δ_{opt}	Variation du chemin optique
S	Vecteur de sensibilité
Δ	Variation de la phase due à la déformation
IN	Terme de modulation
I_{av}	Terme d'intensité
y	Terme de modulation normalisé
n	Terme de modulation réel
r_X	Coefficient de corrélation

Liste de figure

Fig. I.1. Microphotographie en MEB d'une céramique

Fig. I.2. Structures ioniques

Fig. I.3. Structures covalentes

Fig. I.4. Structures des minéraux argileux

Fig. I.5. Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux (cas d'une illite)

Fig. I. 6. Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire

Fig. I.7. Exemple d'un dépôt de kaolin sédimentaire

Fig. I. 8. Cristaux de quartz.

Fig. I. 9. Structure cristalline du quartz

Fig .I.10. Assiettes, vases, sanitaires, ... en porcelaine

Fig .I.11. Roulements à billes

Fig. I.12 : Les étapes principales d'élaboration des céramiques

Fig. 1.13. Schéma de principe du pressage uni axial

Fig 1.14. La disparition progressive de la porosité inter granulaire et de la porosité Intra granulaire durant le pressage de la poudre atomisée

Fig. I.15. Frittage des particules de céramiques

Fig. I.16. Courbe de densification isotherme

Fig. I.17. Différentes étapes du frittage en phase liquide

Fig. II.1. évolution de la limite d'élasticité (en MPa) de différentes classes de matériaux en fonction de leur densité (en Mg.m^{-3})

Fig. II.2 Corps soumis à traction simple

Fig. II.3. Module de young du composite alumine / verre en fonction de volume % d'alumine, 180 alumina de taille moyenne

Fig. II .4. Essai de compression

Fig. II.5. Allures typiques d'une courbe de fluage

Fig II.6. Fluage Nabarro-Herring

Fig. II.7. Fluage Coble

Fig. II.8. Illustration des trois modes de sollicitation de la fissure

Fig. II.9. Fissure elliptique de grande $2a$ la contrainte

Fig. II.10. Epruvette de flexion entaillée sollicitée en flexion 3 points

Fig.II.11. Rupture des céramiques et métaux

Fig.II.12. Comportement mécanique de matériaux fragile et ductile. Courbes déformation-contrainte pour un essai de traction.

Fig.II.13. Diagramme typique de fissuration sous-critique. Il existe trois régimes de propagation : le premier (I) est gouverné par une réaction chimique, le second (II) par la diffusion des espèces corrosives, et le troisième (III) correspond à la rupture mécanique brutale

Fig .III.1. Formation d'une figure de speckle par une surface rugueuse

Fig .III.2. Addition des amplitude complexe aléatoire

Fig.III.3. Fonction de densité de probabilité de la distribution de l'intensité dans un champ speckle

Fig.III.4. Coupe transversale de l'intensité du chatoiement. En (a) autocorrélation et en (b) densité spectrale de puissance pour la propagation en espace libre à partir d'un point de diffusion circulaire

Fig.III.5. Configuration d'observation d'un speckle objectif.

Fig.III.6. Formation du speckle subjectif

Fig.III.7. origine du déplacement du speckle et de la décorrelation due à la déformation de déplacement d'objet (a), champ de diffraction (b) champ d'image

Fig.III.8. Système de coordonnées pour le calcul du déplacement de speckle objectif dans le champ de diffraction

Fig. III.9. Système de coordonnées pour la détermination de déplacement de speckle dans le champ image

Fig.III.11. Système d'imagerie photographique sur plaque

Fig.III.12. Dispositif de filtrage point par point

Fig.III.13. Disposition du filtrage sur tout le champ pour obtenir les informations de déplacement du specklegram à double exposition

Fig.IV.1. Dispositif de pliage à quatre points utilisé conçu.

Fig.IV.2. Calendrier de capture d'image numérique.

Fig.IV.3. Principe de la corrélation d'images numériques. Largeur = 10,5 mm = 288 pixels

Fig.IV.4. Courbe charge-déflexion de VF. Les points A, B, C et D représentent les quatre temps choisis pour les mesures de déformation en plein champ.

Fig.IV.5. Évolution des champs de déformation pendant l'essai de flexion pour l'échantillon

AU4G (a) et l'échantillon VF (b).

Fig.IV.6. Cartes des déformations le long de l'axe X pour les quatre temps définis à la Fig.IV.4.

Fig.IV.7. Évolution des fibres neutres en termes de temps pour les échantillons AU4G (a) et VF (b).

Fig.IV.8. Taux de compression / tension en fonction du temps.

Fig.IV.9. Images de tomographie aux rayons X d'un échantillon avec 39% vol de porosité (petits pores), après rupture fragile en compression

Fig. IV.10. Images SEM des coupes polies pour des échantillons préparés avec: (a) 40% en volume de grandes sphères, (b) 65% en volume de grandes sphères et (c) 65% en volume de petite sphères.

Fig.IV.11. Courbes de charge-déplacement typiques pour les échantillons préparés avec: (a) 40% en volume et (b) 65% en volume de formateur de pores (petites sphères)

Fig.IV.12. Résistance à la compression par rapport à la fraction de macroporosité de l'alumine poreuse

Fig. IV.13. Images de tomographie aux rayons X d'un échantillon avec 39% vol de porosité (petits pores), après rupture fragile en compression

Fig. IV.14 (a) Images successives de tomographie aux rayons X (coupes reconstruites) d'un échantillon avec 66% vol de porosité (grands pores) testés en compression. La première image est à zéro charge appliquée. (b) Courbe charge-déflexion du même échantillon, avec des flèches indiquant quand les images ont été prises

INTRODUCTION GENERAL

Céramique, matériau manufacturé obtenu en modelant puis en cuisant une pâte argileuse. La nature et le style de la céramique dépendent de la composition de la pâte, de sa préparation, de la température de cuisson et de l'enduit utilisé. On distingue les pâtes tendres (terre cuite, poterie lustrée, poterie vernissée, poterie émaillée), les pâtes dures (faïence fine, grès cérame) et les pâtes dures translucides (porcelaine dure, porcelaine tendre). La poterie non vernissée, par exemple, se distingue de l'alumine par son caractère poreux et opaque ; sa température de cuisson est en outre moins élevée et elle n'est pas vitrifiée.

Les comportements mécaniques des céramiques dépendent, dans une large mesure, des matières premières employées, ainsi que des méthodes de fabrication qui fixent les microstructures finales et déterminent la répartition des différentes phases présentes. Pendant l'étape de frittage, il y a un soudage des particules par diffusion à l'état solide et une diminution graduelle de la porosité. L'objectif actuel de ce travail est l'analyse de comportement mécanique de céramique.

Le mémoire est composé de quatre chapitres.

- ✓ Le premier chapitre parle de généralité sur les céramiques.
- ✓ Le deuxième chapitre traite des comportements mécaniques des céramiques.
- ✓ Le troisième chapitre est la technique de speckle.
- ✓ Le quatrième chapitre est la partie expérimentale.

1.1. Définition :

La racine grecque du mot céramique est kéramos qui signifie argile. Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente. Elles sont mises en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée. Dans une deuxième étape la densification et la consolidation de cet agglomérat sont obtenues par un traitement thermique appelé frittage. [1]

Le phénomène de *céramisation* commence à être compris, et les chercheurs ont entrepris d'analyser et de modéliser les étapes de la fabrication. Grâce aux connaissances scientifiques acquises, il est possible de réaliser des modèles mathématiques permettant de visualiser et de simuler les étapes d'élaboration pour comprendre et maîtriser la fragilité du matériau.

1.2. Structure :

La céramique est un objet formé d'un matériau inorganique poly cristallin, présentant une microstructure complexe de grains et de joints de grains, qui a été élaboré par une technologie particulière appelée technologie céramique.[3]

La structure et la microstructure en sont définies lors du cycle d'élaboration. Ce dernier est caractérisé par une première phase de mise en forme de l'objet à température ambiante à partir de matières premières le plus souvent pulvérulentes. Dans une phase ultérieure, l'objet est transformé au cours d'un cycle thermique en un solide dense, idéalement exempt de pores, et dont les propriétés tiennent de celles de secs grains mais éventuellement aussi de son hétérogénéité. La phase technologique clé de l'élaboration d'une céramique est donc son frittage (appelé communément cycle de cuisson), qui est le cycle température – atmosphère-temps au cours duquel les grains initialement mis au contact les uns avec les autres lors des opérations de mise en forme se lient suite à l'activation par la chaleur de divers mécanismes de transport pour ensuite acquérir la microstructure recherchée (figure I.1.) .[4]

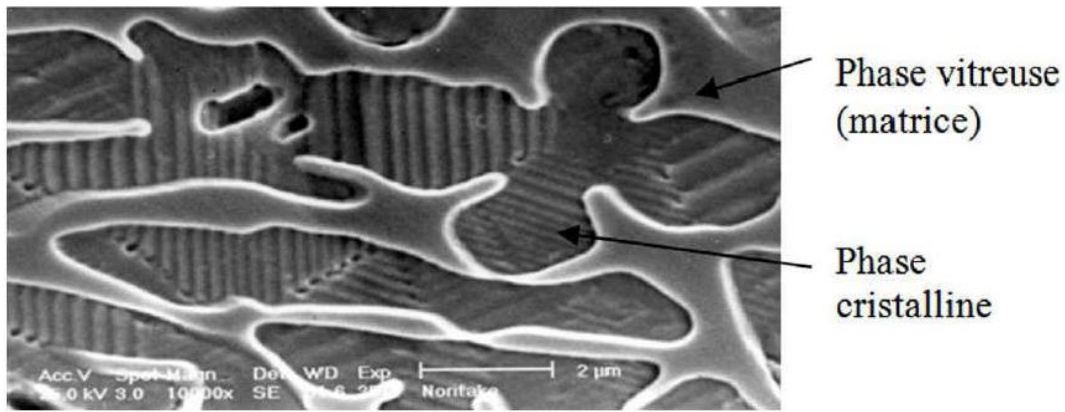


Fig. I.1. Microphotographie en MEB d'une céramique.[5]

1.2.1. Céramique ionique et céramique covalentes :[6 ,7]

On différencie les céramiques à caractère majoritairement covalent et celles à caractère majoritairement ionique dans leurs liaisons atomiques.

✓ Les céramiques ioniques :

Les céramiques ioniques sont composées d'un métal et d'un non-métal. L'attraction électrostatique entre charge de signes opposés constitue la source principale de liaison. Les ions adoptent un empilement dense afin de minimiser les distances entre charges de signes opposés. Cet empilement est aussi contrôlé par une restriction que les charges de même signe ne se touchent pas. La structure de ce type de céramique est généralement cristalline (Figure I.2) .

Exemples :

- Chlorure de sodium(NaCl)
- Magnésie(MgO)
- Alumine(Al₂O₃)
- Zirconium(ZrO₂)

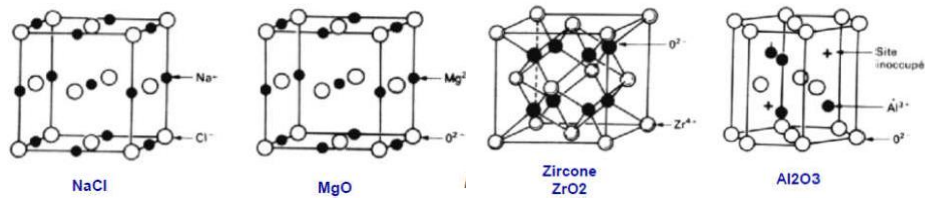
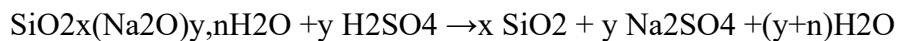


Fig. I.2. Structures ioniques.

✓ Les céramiques covalentes

Les céramiques covalentes sont composées de deux non-métaux ou d'éléments purs. La cohésion du solide est assurée par la présence de liaisons covalentes, c'est-à-dire le partage des atomes avec ses voisins. L'énergie est minimum, non par le développement d'un empilement dense comme pour les céramiques ioniques, mais par la formation de chaînes, feuillets ou réseaux. Les céramiques à liaison covalentes sont plus fréquemment amorphes (Figure I.3).[6]



Exemple

- Silice(SiO₂)
- Diamant(c)
- Silicium(Si)

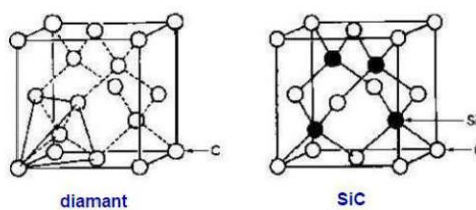


Fig.I.3. Structures covalentes.[7]

1.2.2. Les céramiques à base d'oxydes :

Les céramiques oxydes se caractérisent par une température de fusion très élevée, une grande stabilité chimique même à haute température, une résistance à l'oxydation évidente, une dureté élevée. L'ensemble de ses ces propriétés sont liées au caractère fortement ionique de leur liaison. Parmi les oxydes les plus utilisés pour des applications thermomécaniques, citons l'oxyde d'aluminium appelé communément alumine, l'oxyde de zirconium (la zirconite)

et la cordiérite ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$). Leurs principales propriétés sont rassemblées dans le tableau I.1. [8]

Propriétés	Alumine	Silice	Cordiérite Magnésie	Zircone yttrée	Zircone
T°fusion (°C)	2030	1710	36	2720	2720
Masse volumique (g .cm ³)	3,98	2,2	2,5	6,05	6,05
Resistancerupture (Mpa)	400	75	50-100	600	800-1200
Coeif .dilt .thermique (10 ⁻ K ⁻¹)	8,1	0,4	2-3,7	9,8	10,5
Resist .chocs thermique	150	Elevée	300	300	250
Conductivité thermique	36	1,5	4	2, 3	2,9
Dureté (Gpa)	25	5	9	12	14

Tableau. I.1.Principales propriétés des céramiques à base d'oxydes.[9]

1.2.3. Les céramiques non - oxydes :

Les céramiques non-oxydes se caractérisent par des températures de fusion ou de décomposition élevées, une bonne stabilité chimique même à haute température , une assez bonne résistance à l'oxydation , des duretés et des résistance mécanique très élevées
Toute ces propriétés sont liées au caractère fortement covalent de leurs liaisons interatomique.
Dès lors, on retrouve ces céramiques en tant qu'abrasifs et outils de coupe grâce à leurs duretés exceptionnelle et leurs bonne ténacité ainsi que comme élément de structure à moyenne et haute température en milieu corrosif en raison de leur bonne tenue mécanique .

Parmi les non-oxydes les plus utilisés pour des applications thermomécaniques, figurent les carbures de silicium, de titane, de bore et de tungstène, le diamant, le borure de titane et les nitrures de silicium, de bore et de titane. Leurs principales propriétés sont rassemblées au tableau. I.2.[8]

Propriétés	SiO	Si ₃ N ₄
Température de décomposition(°C)	2300-2500	17500-1900
Module d'élasticité estime (Gpa)	~400	~300
Coeif .dilt . thermique	4,3-5,5	3,1
Conductivité thermique	40-120	16-25
Dureté (Gpa)	28-33	16-25
Limite d'élasticité estime	10000	8000
Resist électrique	10-40	25
Masse volumique	3,17-3,20	3,10-3,19
Rm (Mpa)	240-520	415-965

Tableau I.2.Principales propriétés des céramiques non- oxydes [10]

1.3. Les matières premières :

Les matières premières sont rarement pures et à côté des phases principales, par exemple la kaolinite dans les argiles et les kaolins, se trouve d'autres composés dans des pourcentages qui peuvent être élevés, par exemple le quartz et les micas dans les kaolins et les argiles [11]. Les composés de faible concentration, le plus souvent des oxydes métalliques, sont considérés comme des impuretés. La concentration et la nature de ces impuretés jouent un rôle très important sur les propriétés thermodynamiques et microstructurales des matériaux élaboré, et cela d'autant plus que leurs éliminations sélective ou totale est le plus souvent difficile et onéreuse.

1.3.1. Les argiles

Les argiles sont des produits de décomposition des roches siliceuses par dégradation physique et mécanique puis par altération chimique [12]. Elles tirent essentiellement leurs origines d'altération chimique de certains minéraux composant les minéraux parent [13]. Les argiles ont une origine géologique secondaire [14], elles ont été formées par la dégradation des roches ignées (volcaniques) due à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques [15].

Actuellement, il n'existe pas de définition unique du terme argile. Le mot argile englobe deux commutations, l'une liée à la taille des grains ($<2\mu\text{m}$) et l'autre à la minéralogie [16]. Ce sont des silicates d'alumine hydratés d'une structure feuillet qu'on appelle phyllosilicates [15].

Ils sont organisés en couches planes infinies constituées d'unités structurales tétraédriques (T) et octaédriques (O) reliées par leurs sommets. Ce type de structure à très grande surface spécifique associée à des caractéristiques physico-chimiques très particulières, explique la capacité des argiles à admettre de nombreux échanges de cations et d'anions dans le réseau ou adsorbés en surface.

➤ Les types des minéraux argileux

Selon le nombre des couches octaédriques (O) et tétraédriques (T), on distingue trois principaux types de minéraux [4] :

- Les minéraux de type 1:1 (ou T-O) à une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdres. L'équidistance caractéristique est d'environ $7,1\text{\AA}$, ce type correspond le groupe de la kaolinite
- Les minéraux de type 2:1 (ou T-O-T) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques. L'équidistance caractéristique varie de 10 à 15\AA selon le contenu de l'interfeuillé, ce type correspond aux groupes du talc, des smectites, des vermiculites et celui des micas.
- Les minéraux de type 2:1:1 (ou T-O-T-O) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques, et un interfeuillé constitué par une couche d'octaèdres ; l'équidistance caractéristique est alors d'environ 14\AA ; ce type correspond au groupe du chlorite (Figure I.4 et Figure. I.5).[16]

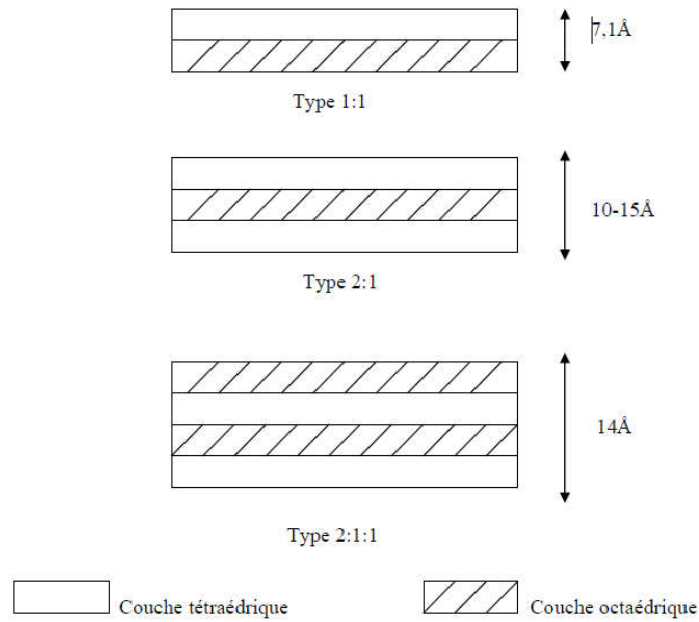


Fig.I.4. Structures des minéraux argileux .[17]

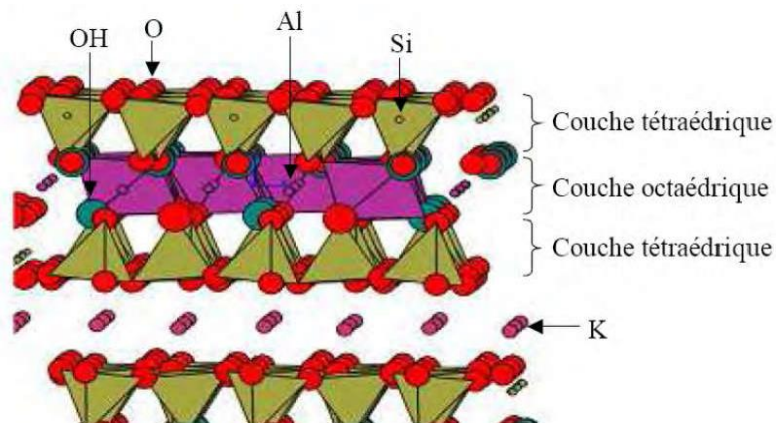


Fig.I.5 Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux (cas d'une illite) .[18]

1.3.2. Les kaolins

Le terme Kaolin, d'origine chinoise vient de «Koling» il signifie littéralement «haut colline». Le kaolin est souvent blanchâtre. La présence d'impuretés, particulièrement à base de fer ou de titane, donne au kaolin une certaine coloration. Généralement, le kaolin naturel brut contient d'autres impuretés telles que le quartz, feldspath. Cette matière première entrant dans la fabrication des porcelaines chinoise était extraite d'une colline proche de Kingteching à partir de 210 avant Jésus-christ. Le kaolin est une roche composée essentiellement de

Kaolinite, résultant de la décomposition des grains de feldspaths par hydrolyse sous un climat chaud et humide ou par une action hydrothermale.[19]

1.3.2.1. Formation :

➤ Les kaolins primaires ou kaolins résiduels :

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre.

Certaines substances, une fois dissoutes dans l'eau, augmentent le caractère acide de celle-ci, accélérant ainsi la décomposition des minéraux primaires. Helgeson et Mackenzie [20], ont montré que la dissolution du gaz carbonique atmosphérique peut, lors de l'hydrolyse tripler les vitesses de décomposition des feldspaths potassiques et de formation de la kaolinite. Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite [21].

Les kaolins résiduels sont généralement situés à la surface de la roche mère. Ils sont relativement purs, avec peu d'intrusion en leur sein [22].

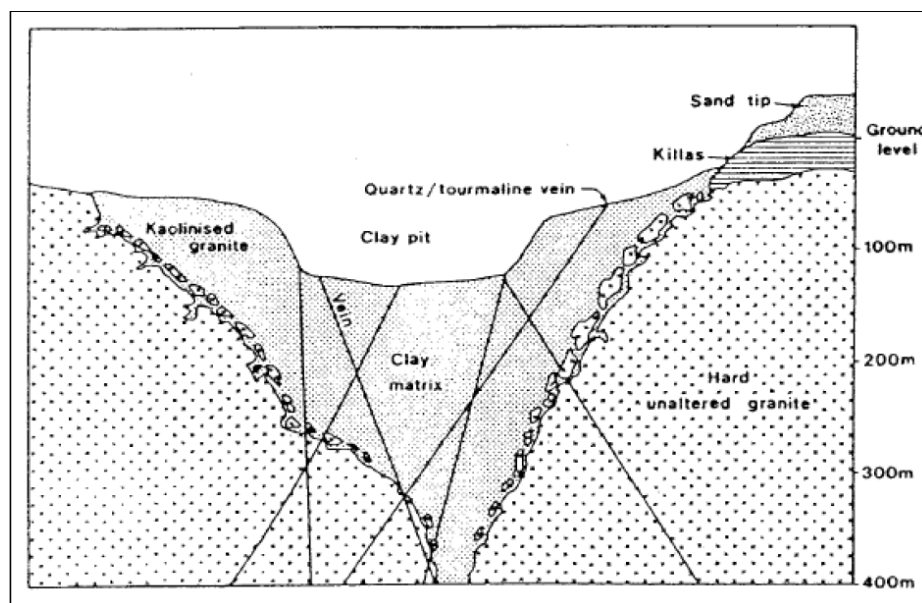


Fig.I.6. Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire [23]

➤ Kaolins secondaires ou sédimentaires :

Les kaolins primaires peuvent être entraînés par les eaux de ruissellement. Ils sont mélangés alors au sable et se déposent dans des fosses. Ils constituent alors des kaolins dits secondaires ou sédimentaires.

Il existe deux zones possibles pour la formation de ces dépôts :

- **en eau douce**

Si les argiles, généralement chargées négativement dans l'eau, ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, formés de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite.

- **en eau de mer**

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement floculent. Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélange avec d'autres éléments tels que micas, quartz, pyrites, etc.)

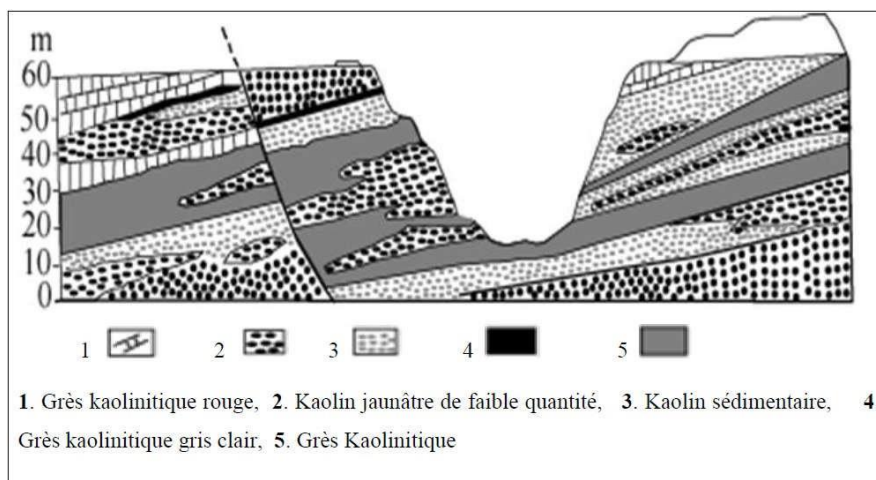


Fig. I.7. Exemple d'un dépôt de kaolin sédimentaire [24]

1.3.2.2. Applications :

Au niveau microscopique, le kaolin est composé de cristaux qui ont une forme feuilletée. Ce type de structure cristalline est à l'origine des propriétés (comme la viscosité) du kaolin, qui en font un minéral utile à usages multiples.

- Le kaolin fond à des températures élevées ; par conséquent, on l'utilise comme isolant thermique.
- La structure particulière du kaolin permet de l'utiliser comme pigment de couche dans le papier, ce qui augmente la brillance, le lissé et la blancheur du papier tout en prévenant le dégorgeement de l'encre. Le kaolin est également utilisé comme matière de charge et revêtement pour les articles en carton et les encres.

- En raison de sa plasticité, de sa couleur pâle et de sa résistance, le kaolin est utilisé dans la fabrication de porcelaine.[26]

1.3.3. La silice

Le dioxyde de silicium (SiO_2) communément appelé silice sans nul doute le corps composé le plus répandu sur terre.[27].

La silice est le composé le plus abondant de l'écorce terrestre à l'état libre elle se trouve surtout sous la forme cristallisée quartz α (dans les quartzites), mais elle se rentre également dans la composition d'un nombre élevé de composés naturels ou artificiels. Ainsi elle est un composé essentiel des kaolins, des micas, des feldspaths à l'état naturels et elle est aussi un constituant de base des matériaux naturels transformés par cuisson pour donner les matériaux réfractaires. La silice cristallisée possède de nombreuses variétés allotropiques la plus fréquente et la plus stable est le quartz α ou quartz de basse température (quartz low) qui se transforme en fonction de la température en plusieurs variétés allotropiques, d'abord en quartz β ou quartz de haute température (quartz high), puis en d'autres variétés cristallographiques telles la trydimite α et β et surtout la cristobalite α et β [7].[27]

1.3.4. Le quartz :

Sous le nom de *silice* on désigne la combinaison chimique SiO_2 , composée des deux éléments les plus abondants de l'écorce terrestre, l'oxygène et le silicium. L'oxygène représente environ 60% des atomes de la croûte continentale et le silicium 20 %.

La silice libre cristallise habituellement sous forme de quartz, minéral qui forme à lui seul près de 13 % de la croûte terrestre. Le quartz est la silice à l'état cristallisé, il se trouve sous la variété allotropique, quartz α dite de basse température. S'il n'était pas cristallisé on pourrait dire qu'il est une sorte de « verre naturel », cependant les conditions de sa formation (refroidissement lent) en on fait un cristal. En le faisant fondre de nouveau on peut le transformer, selon la convenance, en verre, en jouant sur le temps de refroidissement.[28]

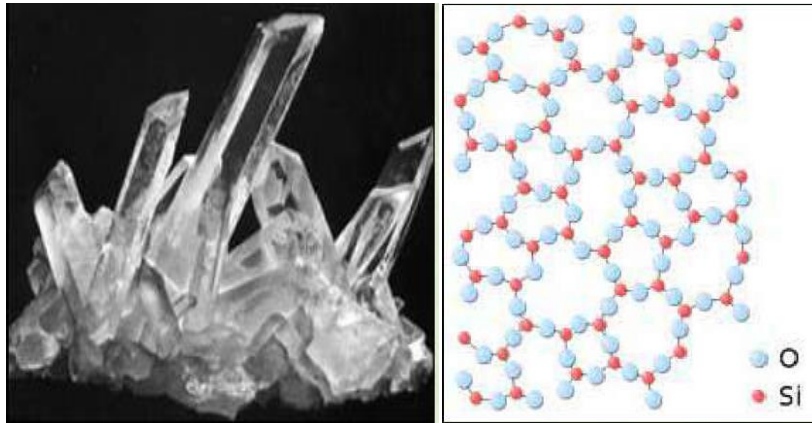


Fig.I. 8. Cristauxdequartz.

Fig.I. 9. Structure cristalline du quartz.

1.4. Classification des céramiques :

1.4.1. Les céramiques traditionnelles :

Ce vocable céramique traditionnelles recouvre typiquement les applications industrielles des céramiques existant avant la seconde Guerre mondiale : les céramique dites aluminosilicates car utilisant comme matières premières essentiellement, des composés dont la structure cristalline un squelette de tétraèdres dont les quatre sommets sont occupés par des ions O^{2-} et le centre par un ion Si^{4+} ainsi que des octaèdres dont les six sommets sont occupé par des ions O^{2-} et le centre par un ion Al^{3+} (l'argile ou le kaolin étant les composés de base de ces compositions) et les céramiques réfractaires dont les exemples les plus anciens étaient également des aluminosilicates comportant des argiles dans leur composition

Les céramiques traditionnelles sont généralement issues de matières premières naturelles (Argile, kaolin, quartz), sont des matériaux largement disponible et bon marché, qu'on trouve dans notre environnement quotidien : arts de la table, sanitaires. Généralement leurs mises en œuvre par coulée (barbotine) [30].

La fabrication des céramique traditionnelles fait appel à des matières premières naturelles généralement constituées de plusieurs minéraux susceptibles d'avoir une influence aussi bien sur le comportement du mélange pendant la mise en forme, le séchage et la cuisson que sur les caractéristiques des produit finis. Ainsi, sont vendus sous le nom de kaolin des produits riches en kaolinite pouvant contenir, à des taux très variables, du quartz, de l'illite, de la muscovite, du microcline, de l'anatase et bien d'autres minéraux

Les céramiques traditionnelles sont obtenues par la mise en forme à l'état plastique par addition d'eau et ensuite cuisson (frittage et fusion de silice).(Figure. I. 10).



Fig .I.10. Assiettes, vases, sanitaires, ... en porcelaine

On peut distinguer entre autres :

➤ **Les céramiques feldspathiques :**

Les céramiques feldspathiques sont les céramiques qui présentent la proportion la plus importante de phase vitreuse.

Chimiquement, la phase vitreuse est composée à 55-78% d'oxyde de silicium (constituant majeur de la phase vitreuse) et jusqu'à 10% d'oxyde d'aluminium (augmente la résistance mécanique de la phase vitreuse). Ces 2 oxydes sont les oxydes principaux de la phase vitreuse. Des oxydes modificateurs tels l'oxyde de sodium ou l'oxyde de potassium représentent entre 10 et 17% du poids de la céramique et permettent de modifier les propriétés de la phase vitreuse. Enfin, des oxydes mineurs tel l'oxyde de zirconium sont utilisés comme opacifiant pour masquer l'infrastructure sous-jacente ou comme plastifiant pour faciliter leur mise en forme.

La phase cristalline est composée de cristaux de quartz et en moindre quantité d'alumine, présents sous forme de cristaux dispersés.

Certaines céramiques feldspathiques sont renforcées à la sanidine ou à la leucite. La leucite correspond à une combinaison de silice avec des oxydes de potassium et d'aluminium (K_2O , Al_2O_3) entraînant une augmentation significative de la résistance de ces céramiques.

➤ **Les céramiques alumineuses :**

Elles comprennent une proportion importante d'alumine (Al_2O_3) dont le rôle est d'augmenter les propriétés mécaniques du produit. Ces céramiques ont été développées pour se substituer aux armatures métalliques. Ce sont des céramiques d'infrastructure. Elles peuvent être moulées par injection ou cuites sur revêtement.

➤ **Les vitrocéramiques :**

Les vitrocéramiques comportent une phase cristalline (environ 55% de la totalité de la céramique) plus importante que les céramiques feldspathiques, améliorant leur résistance mécanique grâce aux interfaces matrice-cristaux qui limitent la propagation des fissures. Ces céramiques initialement à l'état de verre subissent un traitement thermique pour obtenir une cristallisation volontaire, contrôlée et partielle. Cette cristallisation se déroule en deux étapes en présence de germinateurs : la nucléation puis la croissance des cristaux. C'est le cas de l'IPS Empress dont la base est un verre contenant de manière latente des germes de cristallisation de leucite. On passe ainsi d'une structure de verre monophasée à une structure biphasée avec dispersion de cristaux orientés au hasard au sein de la phase vitreuse.

Les principaux composants sont : la silice, des oxydes de potassium, de magnésium mais également de l'alumine et des oxydes de zirconium.

La composition de la phase cristalline permet de définir 4 formes chimiques de vitrocéramiques. On différencie celle renforcée par l'ajout de cristaux de leucite (Empress), de celle renforcée par des cristaux de disilicate de lithium (E.Max) ou encore de micro et nanofluoroapatite. (43)

I.3.2. Céramiques techniques :

Aujourd'hui, les céramiques techniques ont peu de ressemblance avec leurs origines. Elles offrent des propriétés uniques et étonnantes, tant physiques que thermiques, optiques et électriques, qui ont ouvert un monde nouveau d'opportunités de développement dans tous types d'industries. Sont les matériaux développés récemment dans les laboratoires de recherche, obtenues le plus souvent par frittage. Le frittage est un traitement thermique avec ou sans application de pression externe, lors duquel un ensemble de particules individuelles ou un corps poreux se densifie jusqu'à un état de compacité maximale [30].

Le qualificatif de céramiques techniques recouvre des applications industrielles apparues essentiellement après la Seconde Guerre mondiale. Elles sont essentiellement composées d'oxydes autres que les composés silico-alumineux des céramiques traditionnelles, mais aussi, parfois, de borures, de nitrures ou de carbures. Elle ont été longtemps qualifiée de céramiques nouvelle, mais ce terme est devenu désuet suite d'une part à l'importance grandissante des poids économiques des industries concernées et, surtout, du fait que leurs applications sont maintenant relatives à notre environnement quotidien.



Fig .I.11. Roulements à billes .

1.5. Elaboration des céramiques :

L'art de céramiste consiste à réaliser dans la même opération le matériau et la pièce, alors que le métallurgiste produit d'abord des lingots qui, dans un second temps, sont mis en forme. En général, le cycle d'élaboration d'un produit céramique comprend trois étapes principales : la préparation de la poudre, la mise en forme puis un traitement thermique appelé frittage.

Chacune de ces étapes peut être une source potentielle de défauts.

1.5.1. Broyage des poudres :

1.5.1.1. Définition de broyage :

Le broyage est un procédé qui consiste à réduire le minéral concassé d'une granulométrie de 0 à 200mm à un produit de 0 à 20mm.[31]

Le but du broyage est d'augmenter la réactivité de la poudre (surface spécifique) en vue de son frittage. Les principaux mécanismes de broyage sont la rupture par impact et l'usure par frottement (attrition). Les différentes techniques de broyage sont recensées dans le tableau 1.4.

La taille moyenne finale des particules dépend de la technique utilisée. Au-delà d'un certain temps de broyage, la taille des particules n'évolue plus, car l'énergie apportée n'est plus suffisante pour casser les particules de plus en plus fines qui contiennent de moins en moins d'amorces de rupture.[28]

Technique	Mécanisme de broyage
Tourne-jarres	Impact
Broyeur à marteaux	Impact
Broyeur planétaire	Impact
Attrition	Frottement, cisaillement

Tableau 1.4 : Techniques de broyage couramment employées.

1.5.1.2. Type de broyage

- **Broyage sec :**

Il est surtout utilisé depuis plus de 70 ans, un broyage qui diminue les frais de séchage des produits broyer, quand la roche doit être séchée ou calcinée avant d'être transportée toutefois, un séchage est indispensable pour emmener le taux d'humidité à environ 2%

- **Broyage humide :**

Les broyeurs opèrent sur les pulpes minérales et remplacent les concasseurs secondaires et les broyeurs à barres dans des installations de minerais non ferreux en effectuant une réduction de taille avec une production d'un minimum de fines afin de faciliter les traitements ultérieurs. Dans les broyeurs on ajoute généralement, pour les minerais non ferreux, quelques boulets d'acier de 100 et 125 mm de diamètre soit 2 à 10 % de la charge broyant .[31]

1.5.1.3. Mécanismes de broyage :

Les corps broyant n'ont pas un parcours préétabli comme dans le cas des concasseurs ils sont grands, lourds et durs par rapport aux particules mais petits par rapport au volume du broyeur. Les corps broyant sont soulevés le long de la paroi intérieure jusqu'à une position d'équilibre dynamique, à partir de laquelle ils descendent vers l'endroit où se trouvent le reste de la charge et les particules. La vitesse de rotation détermine le type de mouvement de la charge. A de faibles vitesses de rotation la charge descend plutôt par un mouvement en cascade qui favorise la fragmentation par attrition, donc la production de particules très fines. A des vitesses plus élevées, la charge décolle de la paroi et tombe suivent une trajectoire parabolique appelée cataracte pour aller frapper le reste de la charge et les particules dans la partie inférieure du broyeur. Si la vitesse est plus grande, la charge frappera le blindage au-dessus des particules, ce qui se traduira par une usure rapide du revêtement du broyeur et par un

inefficacité d'opération si le broyeur tourne encore plus vite, la charge est « centrifugé » et ne décolle jamais.

La vitesse minimale à laquelle ce phénomène se produit est appelée la vitesse critique du broyeur. La vitesse d'opération d'un broyeur doit donc être une fraction de la vitesse critique (entre 50% et 90%) [31]

Le phénomène du broyage est le résultat de divers mécanismes :

- Impact et compression en raison de forces perpendiculaires aux surfaces.
- Burinage ou écaillage à cause des forces obliques.
- Abrasion due à des forces parallèles.

1.5.2. La mise en forme

La mise en forme est un thème essentiel dans la fabrication des céramiques (figure .12). Les propriétés intrinsèques des céramiques, fragilité, dureté et très haut point de fusion, limite l'utilisation des méthodes classiques.

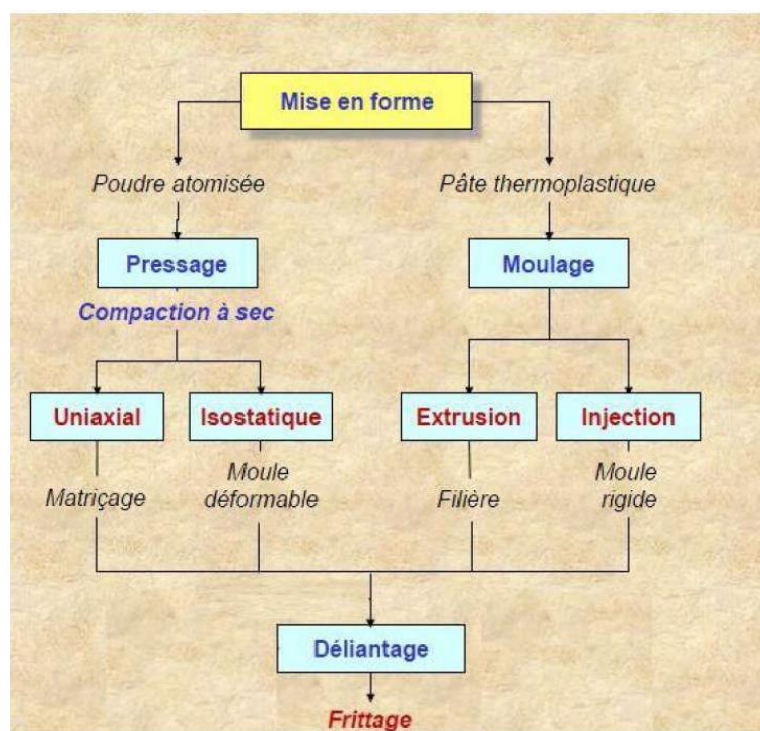


Fig.I.12. Les étapes principales d'élaboration des céramiques.

1.5.2.1. Compaction sèche des poudres

a. Pressage uniaxiale

Le pressage à sec des céramiques est une méthode fondamentale pour produire des composants de haute qualité. L'opération consiste en la compaction et la mise en forme simultanées d'une poudre ou de granules dans une matrice rigide (pressage uniaxial) ou moule flexible (pressage isostatique) dans le but d'avoir un produit cru qui peut être manipulé après, sans risque de cassure ni de déformation. Le pourcentage d'eau utilisée est faible (3 à 9%), par conséquent, les produits élaborés sèchent rapidement et le retrait après séchage sera moindre. Le pressage à sec est largement utilisé dans la production des réfractaires, du fait de son économie et de sa capacité à fournir de meilleures réfractaires avec une fabrication en grande série. Il est très utilisé surtout dans le cas de certains produits spéciaux.

Le moule d'un pressage uniaxial est constitué de deux pistons pénétrant dans une matrice, généralement en acier trempé ou en alliage carbures de tungstène –cobalt. On peut réaliser ainsi des pièces de complexité variable, généralement de quelque millimètre d'épaisseur. Le pressage uniaxial permet d'appliquer une pression dans une seule direction (pressage dit à double action).

En général, l'aptitude d'une poudre au pressage se caractérise en premier lieu par la variation de la densité relative d'un échantillon en fonction de la pression appliquée, la mesure de la densité s'effectuant soit au cours du pressage proprement dit, soit après extraction de l'échantillon du moule (figure.13).

On admet généralement que la séquence des étapes intervenant lors du pressage d'une poudre atomisée est la suivante:

Stade I: Le réarrangement des granules;

Stade II: La déformation ou la fragmentation, des granules, conduit à l'élimination de la macroporosité entre les granules que nous désignerons aussi par porosité intergranulaire. La déformation des granules, les uns contre les autres, forme des interfaces planes, qui peuvent être visualisées sur les surfaces des échantillons pressés.

Stade III: Sous des pressions plus élevées, il y a élimination de la microporosité initialement présente à l'intérieur des granules, par réarrangement ou fragmentation des particules. Cette microporosité sera aussi appelée porosité intragranulaire. Dans ce stade, seul le réarrangement des particules à l'intérieur des granules, et éventuellement leur rupture sous une très forte pression, peut expliquer la diminution de la porosité intragranulaire. Ces étapes sont illustrées sur les figures.I.14.[28]

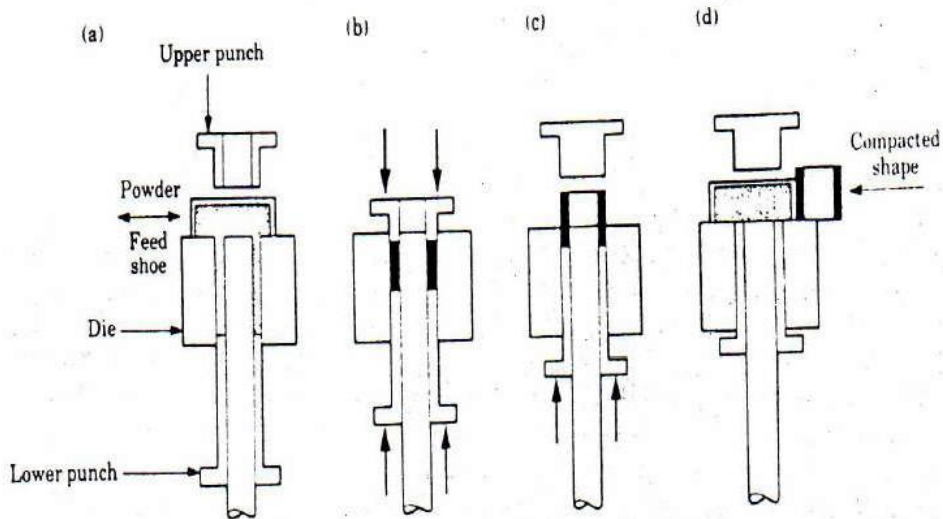


Fig. 1.13. Schéma de principe du pressage uniaxial

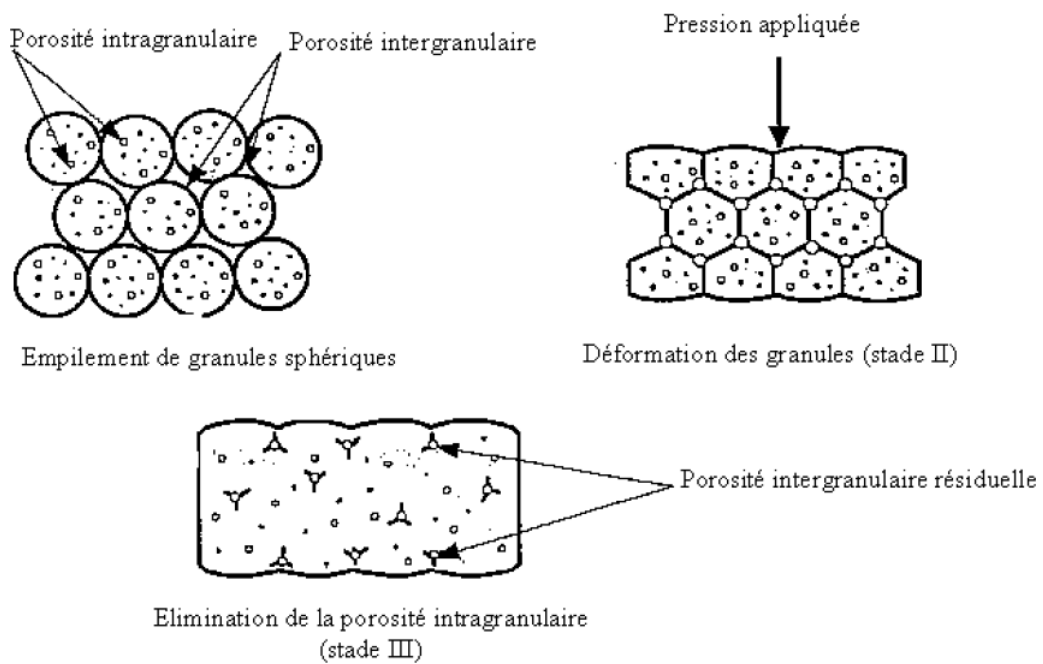


Fig.1.14. La disparition progressive de la porosité intergranulaire et de la porosité intragranulaire durant le pressage de la poudre atomisée [28].

b. Le pressage isostatique :

Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces difficiles à obtenir en pressage uniaxial: pièces présentant une direction allongée (tubes), pièces de forme complexes et/ou de volume important. Cette méthode de pressage offre l'avantage de conduire à une

répartition homogène de la pression au sein de la pièce et est donc également utilisée pour élaborer des pièces nécessitant une densité en cru élevée et très uniforme (billes de roulement et de broyage, prothèses médicales).[28]

1.5.2.2. Coulage en barbotine :

Le coulage en barbotine consiste à couler une suspension dans un moule poreux qui va rainer le liquide grâce aux forces capillaires, laissant un tesson (couche de poudre compacte) sur la surface du moule. Après séchage, on obtient le corps en cru. Donc le coulage se décompose en deux étapes essentielles :

- formation du tesson ou « prise » ;
- consolidation du tesson ou « raffermissement ».

La filtration, c'est-à-dire la formation du tesson lors du coulage, peut être considéré comme un processus d'élimination d'une partie de l'eau de la barbotine; cette eau migre à travers la couche du tesson déjà formé, sous l'effet:

- du pouvoir de succion du plâtre (coulage classique) ;
- ou d'une pression appliquée sur la barbotine (coulage sous pression).[28]

1.5.3. Le frittage

On peut dire d'une manière générale que le frittage est un procédé qui permet de réaliser des pièces à partir de poudres plus ou moins fines. Le terme frittage peut être défini d'une façon simplifiée et générale comme le traitement thermique conduisant à la formation de liaisons solides entre grains d'un comprimé, sans fusion totale de celui-ci. Ces « soudures » entre grains pouvant ou non s'accompagner d'une densification et de l'élimination de la porosité.[33]

Le frittage consiste en la consolidation et la densification par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compacté avec ou sans fusion d'un de ses constituants. Le frittage transforme la poudre comprimée en un solide cohérent par l'effet de la température. Des liaisons chimiques entre les particules sont formées et les vides ou pores entre les particules sont plus ou moins comblés. Les températures normalement appliquées sont inférieures à la température de fusion du constituant principal. Il y a souvent un constituant mineur qui forme une phase liquide et rend la diffusion de matière plus facile en accélérant le taux de frittage. Les propriétés d'une céramique frittée sont fortement liées aux défauts microscopiques tels que les pores (frittage incomplet), agglomérats (dus à la matière première ou au procédé de mise en forme) ou des impuretés chimiques (dans la matière première) ou dues à une contamination dans le processus.[34]

Ce traitement thermique est réalisé à une température inférieure à la température de fusion, afin de conserver une certaine tenue mécanique. On peut alors définir simplement le frittage comme étant la consolidation par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact, avec ou sans fusion d'un ou plusieurs constituants. Lors de la cuisson, l'augmentation de la densité de la pièce s'opère par retrait volumique. Au cours du traitement, si l'agitation thermique est suffisante pour permettre la diffusion de la matière, deux phénomènes coexistent simultanément : le soudage des grains et le grossissement, responsable de la réduction de surface (figure. I.15). On distingue communément trois étapes dans le frittage qui se produisent successivement pendant la montée en température et le palier de frittage :

- réarrangement et collage des particules, quelques fois favorisés par la présence d'une phase liquide,
- densification et élimination des porosités inter granulaires,
- grossissement des grains et élimination progressive des porosités fermées.

Il existe deux types de frittage :

- en phase liquide lorsqu'une partie de la matière atteint la fusion, on a alors des phénomènes de viscosité et de mouillabilité qui entrent en jeu,
- en phase solide lorsqu'il n'y a pas fusion, ce sont alors uniquement les défauts ponctuels qui interviennent.

Pour améliorer la densification, le traitement thermique est souvent réalisé sous pression.

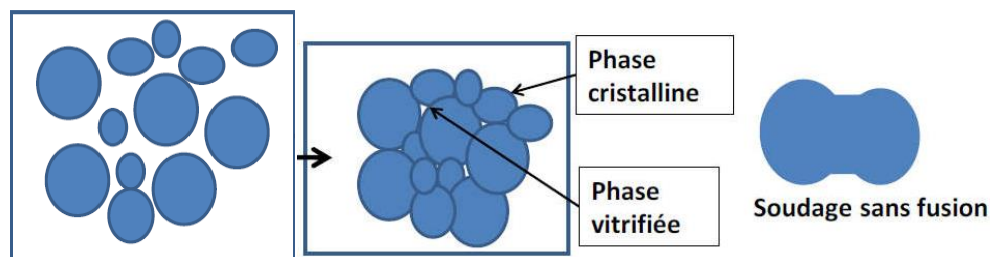


Fig. I.15.Frittage des particules de céramiques. [35]

a. Frittage en phase solide

Supposons que les particules ont une forme sphérique avant le traitement et ont le même diamètre et une distribution régulière sur l'ensemble de l'échantillon. Le chauffage des particules leur donne une énergie thermique, ce qui les incite à rechercher une situation plus stable. Cette dernière est liée à plusieurs facteurs dont les plus importants sont l'énergie superficielle totale et les défauts cristallins

(soit les défauts plan, linéaires ou ponctuels).[36,37,38]

Les différentes étapes de densification du frittage en phase solide :

- la première étape, se caractérise par la formation des ponts et soudures entre les particules et croissent très rapidement.
- lors de la seconde étape, la densification se poursuit et devient de plus en plus importante. Les pores ouverts deviennent des pores fermés, donc y a élimination de la porosité ouverte entraînant une modification importante de la topologie de la porosité du fritté et un changement de la microstructure. Les pores situés aux joints de grains rétrécissent et s'éliminent facilement que ceux situés à l'intérieur des grains.
- une troisième étape lente, caractérisée par des pores cylindriques, deviennent progressivement sphériques suivi d'une importante apparition de pores sphériques isolés le long des joints de grains ainsi qu'une élimination progressive de la porosité fermée (Figure I.16)[39].

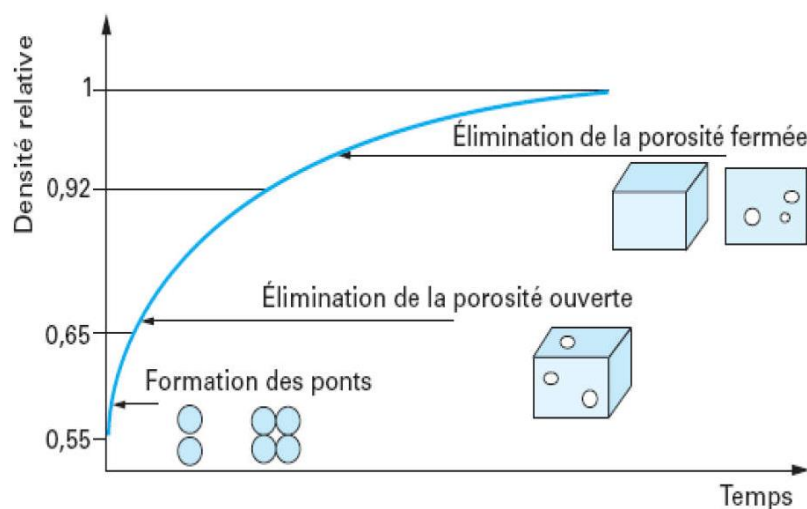


Fig.I.16. Courbe de densification isotherme. [5] [40]

Plusieurs mécanismes de transport de la matière vers le pont peuvent intervenir lors de la première étape du frittage, on distingue:

- Les transports gazeux par évaporation-condensation ou par diffusion gazeuse qui conduisent la matière de la surface des grains vers le pont;

- La diffusion superficielle de la matière issue de la surface des grains;
- La diffusion en volume de la matière issue de la surface des grains;
- La diffusion en volume de la matière issue des joints de grains;
- La diffusion aux joints de grains de la matière issue des joints de grains;
- La déformation plastique dans le volume.

Dans tous les cas, les transports gazeux et les transports superficiels conduisent à une simple consolidation de la pièce tandis que les diffusions en volume et aux joints de grains permettent en plus une densification de la pièce.[28]

b. Frittage avec phase liquide

Au cours du frittage en phase liquide, au moins l'un des constituants est en phase liquide et l'autre en phase solide. La phase liquide peut être transitoire ou permanente.

On peut distinguer trois étapes (Figure.I.17) : [39]

- le réarrangement des particules
- la dissolution-précipitation
- la coalescence des grains.

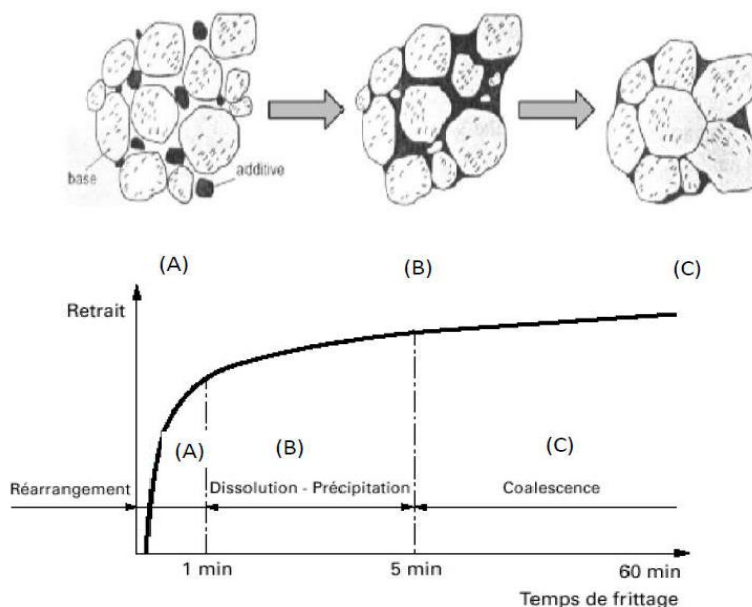


Fig.I.17. Différentes étapes du frittage en phase liquide. [40]

Pour ce qui est des mélanges de matières premières argileuses, il y a d'abord une étape de pré-frittage jusqu'à 950°C. Chaque minéral argileux évolue alors de façon individuelle, les

interactions n'intervenant qu'au-delà de cette température. La présence d'alcalin ou d'alcalino-terreux dans les formulations initiales peut modifier fortement la température d'apparition d'une phase liquide dans les céramiques au cours du frittage. Cette dernière, même en très faible quantité, va accentuer fortement les phénomènes de densification.

Compte tenu de la complexité des interactions entre phases dans les céramiques, la présence d'un liquide est souvent difficile à mettre en évidence étant donné que plusieurs mécanismes peuvent alors être en compétition. La compréhension des phénomènes impliqués dans le frittage en phase liquide nécessite une bonne maîtrise de l'influence du cycle thermique, du temps de palier et de la granulométrie des poudres sur la microstructure et les propriétés du produit final.[28]

II.1. Introduction :

Les propriétés mécaniques des céramiques dépendent, dans une large mesure, des matières premières employées, ainsi que des méthodes de fabrication qui fixent les microstructures finales et déterminent la répartition des différentes phases présentes.

Pendant l'étape de frittage, il y a un soudage des particules par diffusion à l'état solide et une diminution graduelle de la porosité.[1]

Beaucoup d'autres céramiques, telles que le béton, les briques, les vitrages de structure, sont délibérément utilisées dans une fonction de support de charges ; leur résistance mécanique est un paramètre primordial de la structure à laquelle elles sont incorporées. D'autres encore – notamment les céramiques techniques – sont utilisées dans les conditions les plus sévères de contrainte (et de température). Les matériaux céramiques doivent être soigneusement étudiés avant d'envisager toute application créant certaines limites.[2]

II.2. Le module d'élasticité :

La caractéristique d'élasticité d'un matériau est définie par le module de Young exprimé en GPa. Plus la valeur du module est basse et plus le matériau acceptera une déformation mécanique.

Les céramiques, à la différence des métaux et des plastiques, sont très peu élastiques. Leur rigidité mécanique les différencie de ces matériaux, et ce qui est le plus souvent considéré comme un avantage pour leur utilisation en environnements sévères, peut devenir une faiblesse lorsqu'elles sont soumises à des sollicitations mécaniques de flexion ou de torsion. Parmi toutes les nuances de céramiques techniques, ce sont les zircons qui démontrent une « élasticité » la plus grande avec des modules de Young de l'ordre de 200 GPa, tandis que les alumines, carbures de silicium, nitrures d'aluminium et de silicium sont beaucoup moins élastiques avec des modules de Young compris entre 300 et 400 GPa.[3]

Le module de Young des céramiques est très élevé du fait des liaisons atomiques fortes. Pour la mesure de ce dernier, il existe plusieurs méthodes (statique et dynamique), la méthode dynamique est la méthode la plus précise.

La température diminue la rigidité des liaisons atomiques due à l'augmentation de la distance interatomique et l'agitation thermique. .

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

Les céramiques présentent, comme les métaux, un module d'Young bien défini, c'est-à-dire que le module reste constant pendant l'application d'une charge (contrairement au polymère dont l'élasticité n'est pas linéaire).

De plus les liaisons ioniques et les liaisons covalentes sont très cohésives :

$$E_{\text{céramiques}} > E_{\text{métaux}} > E_{\text{polymères}}$$

En outre, les céramiques sont constituées d'atomes légers (C, O, Si, Al) et présente une structure cristalline souvent non compacte :

$$\rho_{\text{métaux}} > \rho_{\text{céramiques}} > \rho_{\text{polymères}}$$

Le module spécifique des céramiques est donc très favorable :

$$(E/\rho)_{\text{céramiques}} \gg (E/\rho)_{\text{métaux}}$$

Cette propriété fait que les céramiques constituent un matériau de choix comme charge renforçante dans les composites.[4]

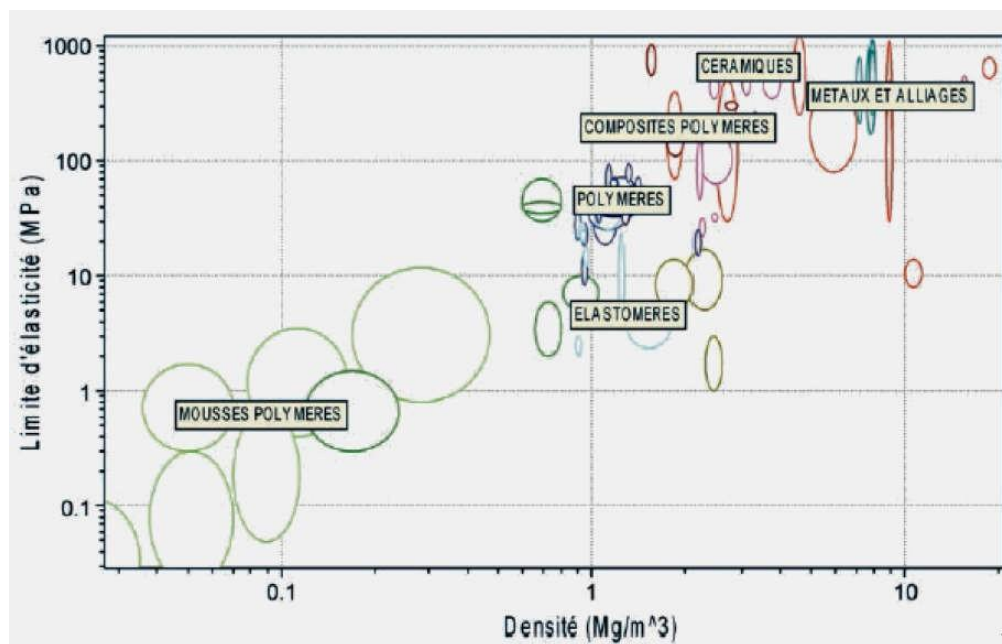


Fig.II.1 : évolution de la limite d'élasticité (en MPa) de différentes classes de matériaux en fonction de leur densité (en Mg.m^{-3}) [5]

II.2.1. Constantes élastiques des cristaux céramiques :[6] [7]

Dans le cas d'une traction simple (figure.II .2), la valeur de la contrainte σ est la même sur la surface S , et exprimé par l'équation 2.1 :

$$\sigma = \frac{F}{c} \quad (2.1)$$

$$s = \frac{s - s_0}{s_0} \quad (2.2)$$

donc le module élastique :

$$\sigma = E \frac{\Delta S}{s_0} \quad (2.3)$$

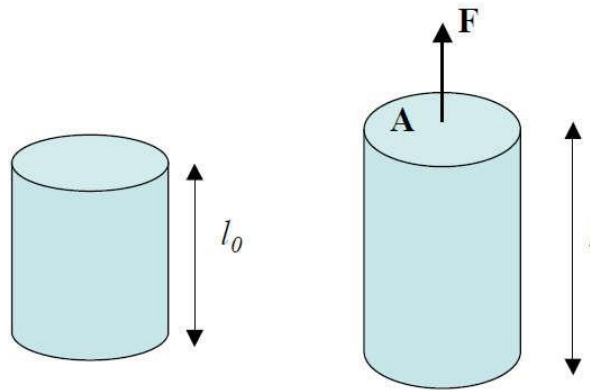


Fig .II.2 Corps soumis à traction simple

Les cristaux des composés ioniques ou covalents ont le plus souvent des propriétés élastiques anisotropes et la loi de Hook généralisée s'écrit :

$$\sigma_{ij} = \sum_{kS} C_{ijkS} s_{kS} \quad (2.4)$$

C_{ijkS} est tenseur d'ordre 4 dans un espace à 3 dimensions et il a donc $3^4 = 81$ composantes. Comme les tenseurs des déformations et des contraintes sont symétriques, seules six composantes élastiques à 36 (6x6).

La loi de Hook généralisée s'écrit alors sous une forme plus simple

$$\sigma_i = \sum_j C_{ij} s_j \quad (2.5)$$

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

Avec j variant de 1 à 6 pour la sommation. Les composants C_{ij} sont appelées les constantes de rigidité. Elle forment aussi un ensemble symétrique (6x6) dont le nombre se réduit donc à 21 composantes indépendantes non nulles. La loi de Hook généralisée peut se mettre sous la forme inverse exprimant les composantes des déformations à partir des contraintes :

$$s_{ij} = \sum_{ks} S_{ijks} \sigma_{ks} \quad (2.6)$$

En notation indicielle simplifiée :

$$s_i = \sum_j S_{ij} \sigma_j \quad (2.7)$$

Dans laquelle les S_{ij} sont les constantes de complaisance dont le nombre pour des raisons de symétrie se réduit aussi à 21.

Les constantes élastiques d'un matériau isotrope se réduisent à 2 composantes indépendantes non nulles. Les cristaux cubique avec trois constantes élastiques ne sont donc pas élastiquement isotropes soit du terme , il est possible de montrer que pour qu'un cristal cubique soit d'un point de vue élastique ,ses trois constantes de rigidité doivent être reliées par la relations suivante :

$$2C_{44} = C_{11} - C_{12} \quad (2.8)$$

Un paramètre Z dit rapport de zener permet de mesure l'anisotropie élastique d'un cristal cubique :

$$Z = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (2.9)$$

On peut aussi montrer que pour un cristal cubique le module élastique volumique B est donné par la relation :

$$B = \frac{-\sigma}{\Delta V/V} = \frac{C_{11} - 2C_{12}}{3} \quad (2.10)$$

II.2.2. Modules élastique des céramiques élastiquement isotropes : [6][7]

Les constantes élastiques d'un matériau isotrope se réduisent à 2 constantes indépendantes non nulles : C_{11} et C_{12} . Comme les céramiques sont des matériaux poly-cristallins frittés en général sans texturation cristallographique, elles sont dans la plupart des cas élastiquement isotropes. Leurs modules élastiques correspondent aux relations classique entre contrainte et déformation des matériaux isotropes :

$$s_{ss} = \frac{\sigma_{xx}}{E} \quad (2.11)$$

Ou E est le **module de young**

$$E = \frac{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + C_{12})}{C_{11} + C_{12}} \quad (2.12)$$

$$S_{yy} = -\nu S_{xx}$$

$$S_{zz} = -\nu S_{xx}$$

Où ν est le coefficient de poisson

$$\nu = \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \quad (2.13)$$

$$\nu = \frac{\mu}{E} \quad (2.14)$$

Où μ est le module de cisaillement

$$\mu = C_{44} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \quad (2.15)$$

B est le module élastique volumique qui relie la variation de volume relative à la pression isostatique P appliquée :

$$P = B \frac{\Delta v}{v} \quad (2.16)$$

$$B = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} \quad (2.17)$$

II.2.3. Constante élastique des matériaux composites particulières : [8]

Les constantes élastiques des céramiques dépendent de la structure et de la microstructure du matériau et en particulier de la porosité ou des différentes phases présentes dans les matériaux composites. Les facteurs à prendre en compte pour estimer les constantes élastiques à partir de la microstructure du matériau céramique sont principalement la fraction volumique des phases (y compris la porosité) ainsi que les distributions en tailles et en formes des phases. Les modules d'Young :

$$E_{//} = E_1 V_1 + E_2 V_2 \text{ limite supérieure} \quad (2.18)$$

Et

$$\frac{1}{E} = \frac{V_1}{E_1} + \frac{V_2}{E_2} \text{ limite inférieure} \quad (2.19)$$

Où E est le module de cisaillement soit le module volumique et V la fraction volumique des phases avec les indices 1 et 2 correspondant aux 2 phases présentes dans le matériau.

Le module d'young de composite :

$$E_{//} < E_c < E_{\perp} \quad (2.20)$$

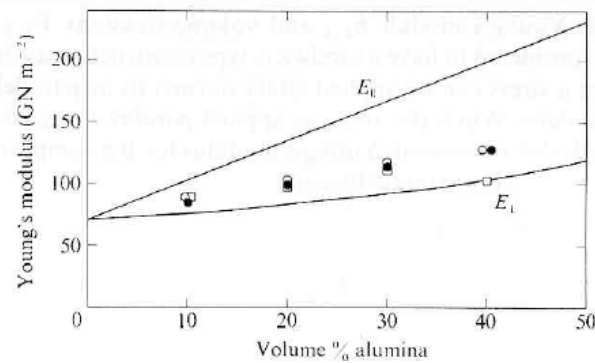


Fig.II.3. Module de young du composite alumine / verre en fonction de volume %d'alumine, 180 alumina de taille moyenne .

La porosité est un cas particulier de seconde phase dont les modules élastiques seraient nuls. De nombreux modèles conduisent à une expression du module de Young d'un matériau poreux de la forme :

$$E = E_0(1 - f_1 p + f_2 p^2) \quad (2.21)$$

Dans la quelle p est la fraction volumique de pores. f_1 et f_2 sont des paramètres liés à la forme des pores et à leur distribution en taille avec des valeurs respectivement proches de 1.9 et 0.9.

II.3. Résistance à la compression

L'essai de compression uniaxiale ou de compression simple consiste à comprimer un échantillon cylindrique standardisé entre deux plateaux parallèles d'une presse rigide [9]. Il s'agit d'une méthode utilisée pour caractériser le comportement d'un matériau soumis à une charge d'écrasement. L'éprouvette est comprimée puis la déformation est enregistrée sous diverses charges. La contrainte et la déformation de compression sont représentées graphiquement sous la forme d'une courbe de contrainte-déformation qui est ensuite utilisée pour déterminer la limite d'élasticité et la résistance à la compression. La courbe contrainte-déformation ne présente pas de phase plastique pour les céramiques. La charge de rupture est la force maximale que peut supporter une couronne en fonction. La rupture d'un matériau correspond à la fracture ou séparation, partielle ou complète, en deux ou plusieurs pièces sous l'action d'une contrainte. Dans le cas des céramiques, la rupture est dite fragile.[10]

L'essai de compression mesure la résistance à la compression R_{mc} , cet essai très utilisé sur

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

des échantillons de dimensions standard de ciments et de bétons pour les contrôles de qualité pendant une construction. Pour les métaux (ou n'importe quel autre solide plastique), la résistance mesurée est la même que celle mesurée en traction. Mais il n'en est pas de même pour les solides fragiles ; pour eux, la résistance à la compression est 15 fois élevée, soit :

$$R_{NC} \approx 15R_{NT} \quad (2.22)$$

En compression, les fissures se propagent de manière stable et dévient de leur orientation initiale pour se propager parallèlement à l'axe de compression. La rupture n'est pas provoquée par la propagation rapide et instable d'une fissure unique, mais par la lente progression de nombreuses fissures qui forment une zone d'écrasement. Ce n'est donc pas la longueur (a_N) de la plus grande fissure qui compte, mais la longueur moyenne \bar{a} . La résistance à la compression est encore donnée par une formule analogue à l'équation :

$$R_{Nc} = C \frac{K_c}{\sqrt{n \cdot \bar{a}}} \quad (2.23)$$

La constante C vaut cette fois environ 15 au lieu de 1 [2]

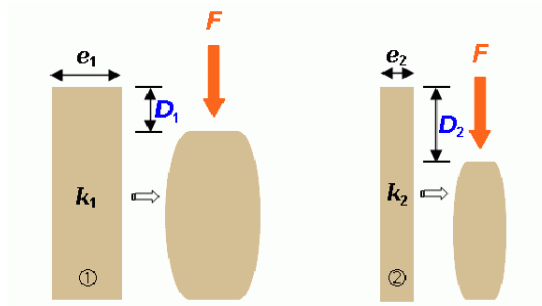


Fig .II .4. Essai de compression.

- Eprouvettes 1 et 2 identiques sauf $e_2 < e_1$
- Essai de compression $D_2 > D_1 \rightarrow k_2 < k_1$

II.4. Comportement en fluage :

Le fluage des céramiques est accentué. Puisque ces matériaux sont à base de liaisons fortes (liaisons ioniques ou covalentes), les dislocations ne se déplacent qu'à des températures élevées.[11]

Le fluage des céramiques cristallines ne se produit que lorsqu'il y a apparition de glissement à caractère visqueux qui comme dans le cas des métaux, résultent soit du mouvement des dislocations, soit de glissement inter granulaire des liaisons atomiques des céramiques étant particulièrement fortes (liaisons ioniques ou covalentes). Les températures auxquelles les dislocations deviennent assez mobiles sont donc relativement élevées, le fluage ne se manifeste par conséquent que de façon sensible à haute température ($\geq 0,7 T_f$). Le fluage à haute température dépend en outre de certaines caractéristiques des céramiques. Ainsi, les céramiques étant bien souvent des matériaux multi phases, il peut s'y produire, à température élevée des changements dans la structure cristalline (phase allotropiques) qui entraînent l'apparition de dilatations ou de contractions brusques.[12]

Le fluage est une déformation qui intervient à haute température sous l'effet d'une contrainte constante. Cette déformation dépend du temps et se fait généralement en trois stades (Fig.II.5). Elle est caractérisée par une vitesse qui dépend de la température T, de la

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

contrainte appliquée ε et de la microstructure selon la relation [21]

$$s = A \frac{\sigma^n}{d^p} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.24)$$

Avec

A : constante dépendant du matériau,

Q : énergie d'activation de diffusion,

d : taille de grains,

R : constante des gaz parfaits,

p et n : exposants relatifs à la taille de grains et à la contrainte respectivement.

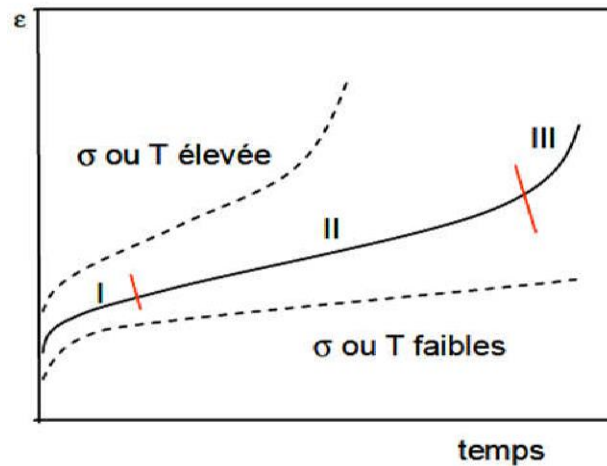


Fig .II.5 .Allures typiques d'une courbe de fluage.[13]

Domaine I

$s = A_1 \ln(t)$ Fluage α : primaire ou transitoire

Domaine II

$s = A_2 t$ Fluage β : secondaire ou stationnaire

Domaine III

$s = A_3 \exp(t)$ Fluage γ : tertiaire ou accéléré

Au cours du stade primaire I : dit primaire, la vitesse de fluage, $\dot{\epsilon}$, décroît avec le temps.

Écoulement visqueux des phases amorphes (verres, joints de grain ou mouvements de dislocations (*par glissement et montée combinés*) dans les monocristaux ou sous forte contrainte dans les polycristaux.

Le stade secondaire II : Transport de matière par diffusion des éléments constituant le matériau : transport de lacunes vers les parties en compression entraînant un flux de matière dans le sens opposé le plus dominant, est caractérisé par une vitesse presque constante.

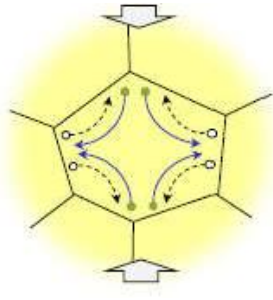
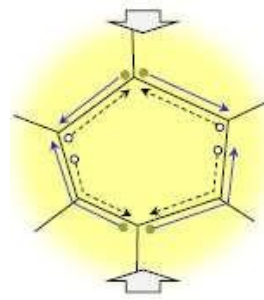


Fig II.6. Fluage Nabarro-Herring



.Fig.II.7. Fluage Coble .

Stade tertiaire III : ou la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture du matériau. Les trois stades ne sont pas indépendants car le fluage est un phénomène continu. Selon la contrainte appliquée et la température, un stade peut ne pas apparaître. Par exemple, à faibles contraintes, le troisième stade peut disparaître tandis qu'à fortes contraintes, le stade secondaire peut être remplacé par un point d'inflexion. Habituellement, l'analyse des résultats de fluage est relative seulement au stade quasi stationnaire.[14] Le fluage par diffusion, au cours duquel la déformation se fait par diffusion d'ions ou de lacunes des joints de grains perpendiculaires à la contrainte vers ceux qui lui sont parallèles. Cette diffusion se fait soit dans le volume du grain (fluage Nabarro-Herring) soit le long des joints de grains (fluage Coble) (figure .II.6 et II.7) [14]

II.5. La ténacité :

La **ténacité** est la capacité d'un matériau à résister à la propagation d'une fissure ; cela s'oppose à la fragilité. On peut définir la ténacité comme étant la quantité d'énergie qu'un matériau peut absorber avant de rompre.[15]

Les matériaux pouvant se déformer plastiquement ont donc une plus grande ténacité que les métaux à déformation élastique comme le verre la ténacité K_{Ic} qui est définie selon l'expression :

$$K_{Ic} = y_0 \sigma \sqrt{na} \quad (2.25)$$

y : facteur (sans dimension) géométrique dépendant de la forme de la fissure (mais pas de sa taille)

σ : représente la contrainte appliquée

a : correspond à la longueur d'une fissure

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

Le fait que les céramiques contiennent toujours des fissures et des porosités, cela diminue largement leur ténacité, elle atteint seulement 2% de celle des métaux : [16]

$$K_{Ic} = \frac{1}{50} K_{Ic} \text{ métaux (2.26)}$$

On distingue trois modes de sollicitation de la fissure (figure II.8) :

le mode I : on effectue un essai de traction perpendiculairement au plan de la fissure, c'est le mode le plus dangereux ;

le mode II : on cisaille dans le plan de la fissure ;

le mode III : on cisaille perpendiculairement au plan de la fissure.

La fissure étant une entaille, il se crée une concentration de contrainte. On définit donc les facteurs d'intensité de contrainte KI, KII ou KIII selon le mode de sollicitation. Par la suite, nous ne parlerons que du mode I.

Pour une fissure de longueur $2a$ et une pièce infinie, le facteur d'intensité de contrainte KI vaut :

$$k_I = \sigma \sqrt{\pi a} \text{ (2.27)}$$

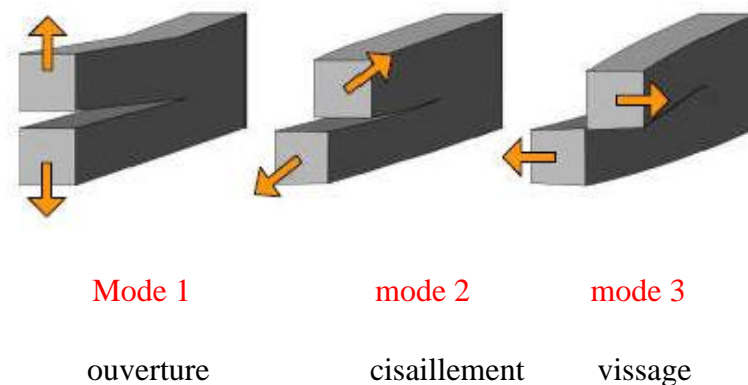


Fig.II.8. Illustration des trois modes des sollicitation de la fissure.

Pour les céramiques, il est généralement admis que la propagation des fissures se fait préférentiellement en mode I pour une fissure de longueur a à débouchant à la surface (figure.II.8 et II.9) .Le facteur de concentration de contrainte s'écrit :

$$K_I = \sigma \sqrt{a}$$

Y étant un paramètre sans dimension qui dépend de la géométrie de l'éprouvette.

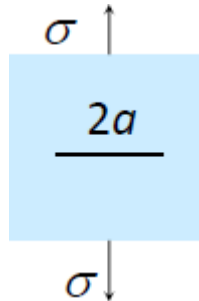


Fig .II.9. fissure elliptique de grande 2a la contrainte .

II.5.1. Relation entre les différentes approches :

La liaison entre les deux approches de la rupture décrites dans les paragraphes précédents se fait par une relation entre le facteur de concentration de contrainte K_N et la force d'extension de la fissure , le paramètre G , ces relation pour l'état de contrainte plane (plaque mince) et pour l'état de déformation plane (plaque épaisse) pour le cas général de sollicitation de le fissure ,ces relation s' écrivent :

$$G = \frac{k^2 I}{E} + \frac{K_{II}^2}{E} + \frac{K_{III}^2(1+\nu)}{E} \text{ en contrainte plane}$$

$$G = \frac{k^2 I(1-\nu^2)}{E} + \frac{K_{II}^2(1-\nu^2)}{E} + \frac{K_{III}^2(1+\nu)}{E} \text{ en déformation plane}$$

Ces relations montrent que , si des modes de chargement d'une fissure différents sont superposés dans un même essai ,les termes de taux restitution d'énergie élastique s'additionnent

Pour le cas d'une sollicitation en mode I . ces relations deviennent :

$$G = \frac{k^2 I}{E} \text{ en contrainte plane}$$

$$G = \frac{k^2 I(1-\nu^2)}{E} \text{ en déformation plane}$$

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

Selon l'approche énergétique, la condition de rupture pour une fissure de Griffith de longueur $2a$ s'écrit :

$$G_{Ic} = \frac{2\sigma_R^2 a^3}{E} = R \text{ en contrainte plane}$$

$$G_{Ic} = \frac{2n(1-\nu^2)\sigma_R^2 a^3}{E} = R \text{ en déformation plane}$$

Si la rupture intervient sous la contrainte σ_R pour la valeur critique G_c , cela implique qu'elle intervient aussi sous la contrainte σ_R pour une valeur critique ,

$$K_{Ic} = \sigma_R \sqrt{na}$$

En termes de contraintes à rupture ,la rupture s'écrit :

$$\sigma_R = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{na}} = \sqrt{\frac{EG_{Ic}}{2na}} \text{ en contrainte plane}$$

$$\sigma_R = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{na}} = \sqrt{\frac{EG_{Ic}}{2na(1-\nu^2)}} \text{ en déformation plane}$$

On en déduit donc les relations entre le taux critique de restitution d'énergie élastique et la ténacité pour une fissure de Griffith de longueur $2a$:

$$G_{Ic} = \frac{2k^2_{Ic}}{E} \text{ en contrainte plane}$$

$$G_{Ic} = \frac{2k^2_{Ic}(1-\nu^2)}{E} \text{ en déformation plane}$$

La ténacité représente la résistance à la propagation d'une fissure, soit la résistance à la fracture du matériau.

Les céramiques sont classées physiquement comme des matériaux fragiles. Il faut éviter tout angle vif qui provoquerait des concentrations de contraintes; aboutissant ainsi à des fractures (le diamant du vitrier). Les formes de préparation doivent être donc particulièrement mous. Aucun angle vif ne doit persister.

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

La ténacité caractérise l'aptitude d'une céramique à résister à l'amorçage et à la propagation brutale d'une fissure. Une ténacité élevée peut laisser espérer une durée de fonctionnement et une pérennité importante.[17]

II.6. La rupture des céramiques :

Le comportement à la rupture des céramiques est dicté par des défauts microstructuraux inhérents au matériau, présents en grand nombre, et distribués de manière aléatoire. Ces défauts exercent une influence fondamentale sur les caractéristiques de la rupture, mesurées généralement grâce à la contrainte de rupture

Malheureusement, de nombreuses céramiques de synthèse contiennent des fissures et des cavités résultant de leur élaboration (par exemple, les vides qui subsistent entre les particules à partir desquelles la céramique a été élaborée). Les défauts sont encore plus prononcés dans les ciments, en raison du caractère plutôt sédimentaire de leur élaboration par malaxage et prise. La glace contient en générale de petites bulles d'air emprisonnée (ou, dans le cas de la glace de mer, des inclusions de saumure concentrée). Et toutes les céramiques, à l'exception des matériaux les plus durs, accumulent d'autres défaut à la suite de leur manipulation, de leur mise en œuvre ou de leur exposition à un environnement abrasif.

L'usage qu'on peut faire en construction d'un matériau fragile sollicité en traction est donc conditionné par sa faible ténacité combinée à la longueur des microfissures qu'il contient. Dans un échantillon donné, si la plus longue microfissure a une longueur $2a_N$, alors la résistance à la traction est simplement :

$$R_N = \frac{K_c}{f^{na_N}} \quad (2.30)$$

K_c ténacité, a_N taille de la plus grande fissure (sa profondeur pour une fissure superficielle est la moitié de sa profondeur pour une fissure interne) .[19]

La méthode la plus courants pour tester les céramiques est l'essai de flexion –trois points (figure II.11) , qui permet de mesurer le module de rupture .Le dispositif d'essai est schématisé sur la figure et la module de rupture est calculé selon la formule :

$$Q = \frac{3FS}{2bd^2} \quad (2.31)$$

F : force appliquée au centre du barreau à la rupture

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

L : longueur du barreau

B : largeur de barreau,

D : hauteur du barreau.

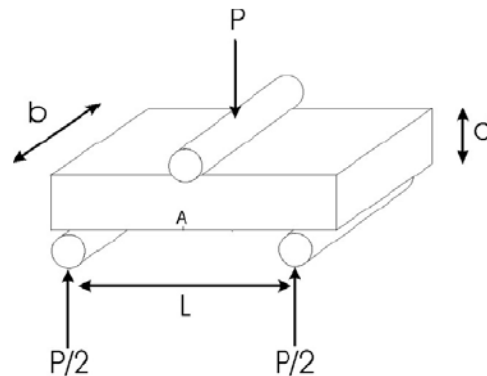


Fig.II.10. Eprouvette de flexion entaillée sollicitée en flexion 3 points.

Le comportement à la rupture des céramiques est dicté par des défauts microstructuraux inhérents au matériau, présents en grand nombre, et distribués de manière aléatoire. Ces défauts exercent une influence fondamentale sur les caractéristiques de la rupture, mesurées généralement grâce à la contrainte de rupture.

Dans le cas de matériaux céramiques, les liaisons ioniques ou covalentes ne permettent pas ou très peu de glissement des plans cristallins. En conséquence, la rupture est fragile. La plupart des céramiques cristallines se rompent par clivage le long de plans denses très espacés. La surface de rupture est généralement lisse et ne comporte souvent pas de motif caractéristique pointant vers l'origine de la rupture (Figure II.12)

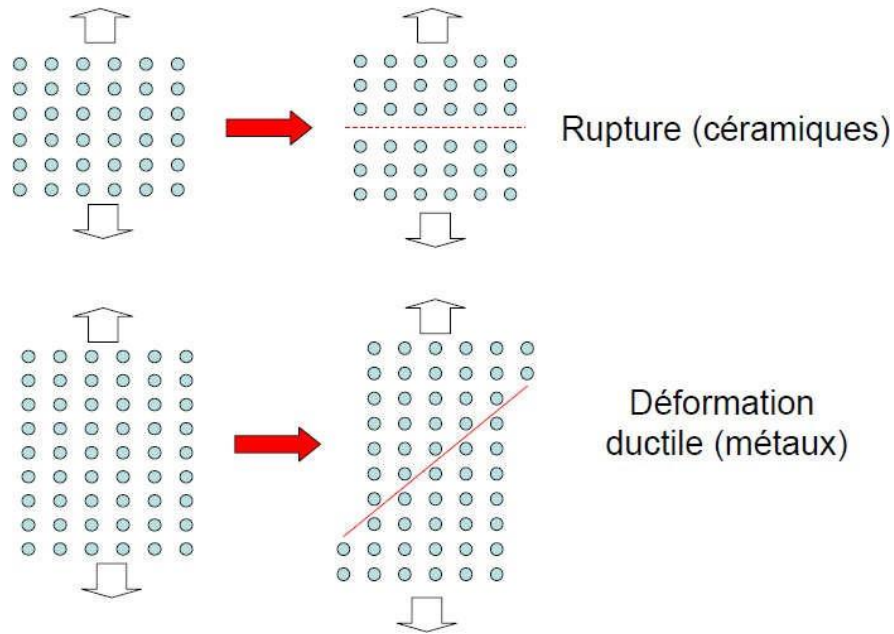


Fig .II.11. Rupture des céramiques et métaux[20]

En raison de la robustesse des liaisons chimiques, les céramiques possèdent une grande rigidité et dureté. En contrepartie, les céramiques sont des matériaux fragiles car il est difficile de déformer la structure d'un composé dont les liaisons chimiques sont fortes et dirigées. En conséquence, les céramiques ne possèdent pratiquement aucune plasticité et cassent avant de pouvoir se déformer. Leur mode de fracture est radicalement différent de celui d'un métal ductile. La contrainte en tête de fissure reste toujours très élevée dans une céramique alors que des zones de déformation plastique se forment en avant d'une fissure et s'opposent à sa propagation dans un métal (figure II.13)

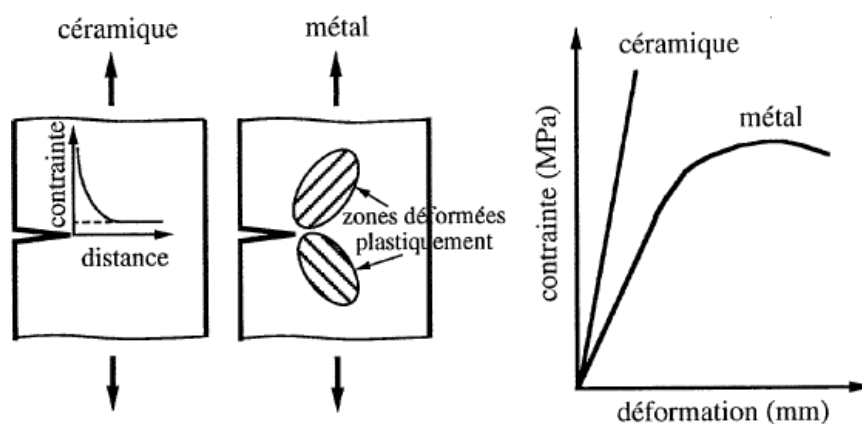


Fig.II.12. Comportement mécanique de matériaux fragile et ductile. Courbes déformation-contrainte pour un essai de traction.

La rupture de la pièce céramique s'effectuera de façon catastrophique dès que la contrainte atteindra une valeur suffisante pour que la fissure traverse le matériau. Généralement, les céramiques se comportent mieux en compression qui favorise la fermeture des fissures, qu'en traction qui en facilite l'ouverture.

Une céramique est un matériau à comportement fragile, généralement caractérisé par une faible résistance à la propagation de fissures (encore appelée ténacité). Une fissure dans un matériau à comportement fragile, dont le facteur d'intensité des contraintes K dépasse la ténacité K_c , se propage de manière brutale et souvent irrémédiable. On observe alors très proche rupture catastrophique (e.g., non-linéarité du comportement). De plus, une fissure soumise à des niveaux de sollicitation inférieurs n'est pas sans risque pour une céramique ou un verre. En effet, dans la majorité des verres et des céramiques, on observe une croissance lente ou propagation sous-critique de microfissures qui intervient pour des valeurs de facteur d'intensité des contraintes inférieures à la ténacité K_c [21]

On observe généralement trois stades différents, I, II et III (figure II.14), avant d'atteindre une vitesse correspondant à la rupture brutale.

Dans la région I, la propagation de la fissure est gouvernée par la réaction chimique qui intervient entre le fond de la fissure (siège de contraintes très élevées) et le milieu environnant [22]. Elle est caractérisée par une vitesse de croissance contrôlée par la vitesse de réaction chimique. Dans ce régime, la vitesse de transport du milieu environnant au fond de fissure est supérieure à la vitesse à laquelle le réactif est consommé. Le début de cette région est caractérisé par des vitesses de propagation très lentes et dans de nombreux cas on suppose l'existence d'un seuil de non-propagation K_{th} en dessous duquel la fissure ne se propage pas. Une loi de fissuration couramment admise pour décrire la vitesse de fissuration v durant ce stade a été proposée par Evans et Wiederhorn [23] [24]

$$v = AK^n \quad (2.32)$$

où A et n sont des constantes dépendant du matériau. Plus n est petit, plus le matériau est sensible à la fissuration sous-critique.

Dans la région II, la vitesse de propagation dépend très peu du facteur d'intensité des contraintes. En effet, le réactif sera consommé plus rapidement que sa vitesse d'approvisionnement. Le facteur limitant est alors l'accessibilité du réactif au fond de fissure.

Chapitre II : comportement mécanique des céramiques

L'humidité de l'environnement a une forte influence dans cette zone. Plus la pression partielle relative de l'eau est importante, plus ce plateau sera élevé en terme de vitesse de propagation [20].

Dans la région III, il n'y a plus d'influence de l'environnement et c'est le chargement mécanique qui conduit à la rupture. Au voisinage et au-dessus de la ténacité, la vitesse augmente très rapidement avec le facteur d'intensité des contraintes jusqu'à une vitesse caractéristique

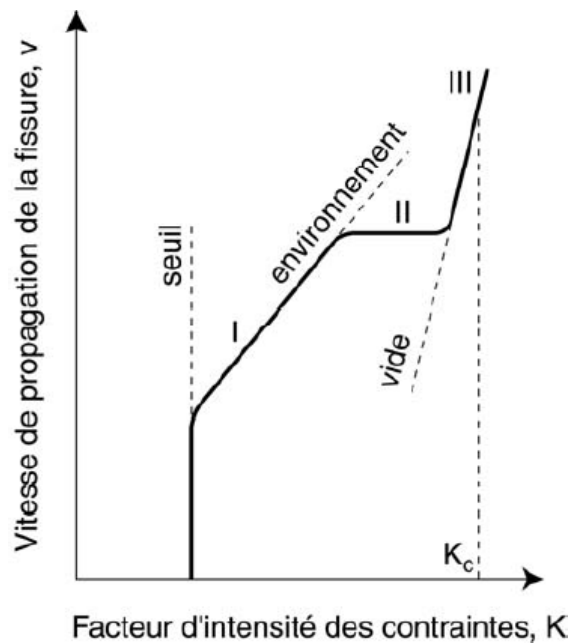


Fig.II.13. Diagramme typique de fissuration sous-critique. Il existe trois régimes de propagation : le premier (I) est gouverné par une réaction chimique, le second (II) par la diffusion des espèces corrosives, et le troisième (III) correspond à la rupture mécanique brutale [25]

III.1. Phénomène de speckle :

Ce phénomène est dû au relief microscopique de la surface et la cohérence de la lumière laser. Si les variations d'épaisseur de telle surface sont supérieures ou égales à la longueur d'onde du laser, la lumière diffusée par chaque point de cette surface interfère avec un très grand nombre d'ondes lumineuses réfléchies par les autres points voisins comme le montre la figure. Le résultat de cette superposition d'ondes dont la phase est aléatoirement répartie, produit la figure d'interférence granulaire appelé speckle objectif. Si la surface éclairée par la lumière laser est observée à travers un système optique, cette dernière présente aussi une figure de speckle et dans ce cas on l'appelle speckle subjectif.[1]

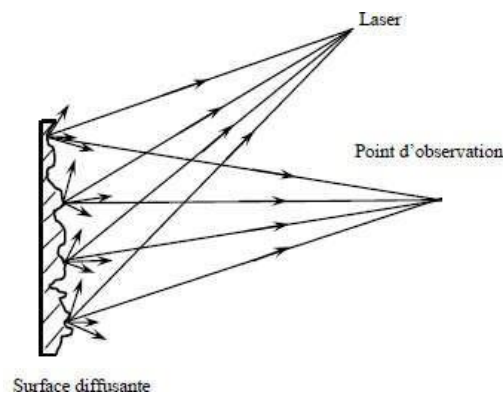


Figure 1.1. Contour microscopique d'une surface diffusante

III.2. Propriétés statistiques du speckle :

Un speckle est dit Gaussien ou idéal quand ces propriétés statistiques sont indépendantes de la nature de l'objet diffusant. Par conséquent, la rugosité de l'objet n'a pour rôle que la modulation aléatoire de la phase des ondes diffusées et n'influence aucunement les lois des distributions statistiques d'intensité et de phases [1]

III.2.1. Statistique de premier ordre :

a. Fonction de densité de probabilité :

Nous rappelons ici la statistique du premier ordre (correspondant à une statistique en un point de l'espace) du speckle. Nous écrivons donc les fonctions de densité de probabilité de l'amplitude complexe, de l'intensité et de la phase

Soit $E(x, y, z, t)$ la représentation analytique du champ électrique selon la direction de polarisation au point d'observation $M(x, y, z)$ et à l'instant t .

$$E(x, y, z, t) = A(x, y, z) \cdot \exp(i2\pi\nu t) \quad (3.1)$$

ν est la fréquence optique et A représente les variations spatiales du champ

$$A(x, y, z) = |A(x, y, z)| \exp[i\phi(x, y, z)] \quad (3.2)$$

l'amplitude du champ en un point $M(x, y, z)$ du plan d'observation P est la somme d'une multitude de champs déphasés provenant des différentes régions de la surface rugueuse. [3]

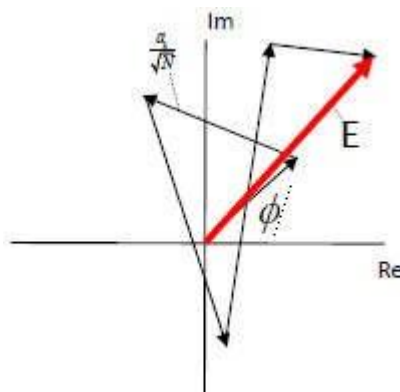


Fig .III.2. Addition des amplitude complexe aléatoire.

$$\frac{1}{\sqrt{N}} a(x, y, z) = \frac{1}{\sqrt{N}} \sum_{k=1}^N |a_k(x, y, z)| \exp(i\phi_k) \quad (3.3)$$

$\frac{a_k}{\sqrt{N}}$ et ϕ_k sont l'amplitude et la phase de l'onde diffusée

Les phases ϕ_k sont uniformément distribuées entre $-\pi$ et π

J.W. Goodman [3] avait démontré que l'amplitude complexe obéit aux statistiques gaussiens en la fonction de densité de probabilité des parties réelles et imaginaires de U représentée par :

$$p_{r,i}(u^r, u^i) = \frac{1}{2no^2} \exp\left\{-\frac{1}{2} \left[\frac{[u^r]^2 + [u^i]^2}{o^2}\right]\right\} \quad (3.4)$$

Avec

$$o^2 = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{N} \sum_{K=1}^N \frac{\langle |a_k|^2 \rangle}{2} \quad (3.5)$$

Un speckle est dit complètement développé quand toutes les ondes planes le composant sont cohérentes, la densité de probabilité de son intensité suit la fonction suivante: Les modèles de description font appel à la densité de probabilité de l'amplitude complexe du champ dans le plan d'observation $p(X_i, Y_i)$ à partir de laquelle est déduite celle de l'intensité lumineuse $p(I)$:

$$P(I) = \frac{1}{\langle I \rangle} \exp - \frac{1}{\langle I \rangle} I \geq 0 \quad (3.6)$$

$\langle I \rangle$ est la valeur moyenne de l'intensité

Ces densités de probabilités sont appelées : lois statistiques du premier ordre pour un champ de speckle . D'un point de vue qualitatif, la forme exponentielle de la loi de probabilité pour l'intensité (Équation 3.6) montre que, malgré la présence de quelques grains très brillants, les grains de speckle sombres seront toujours les plus nombreux (voir Figure. III.3).[4]

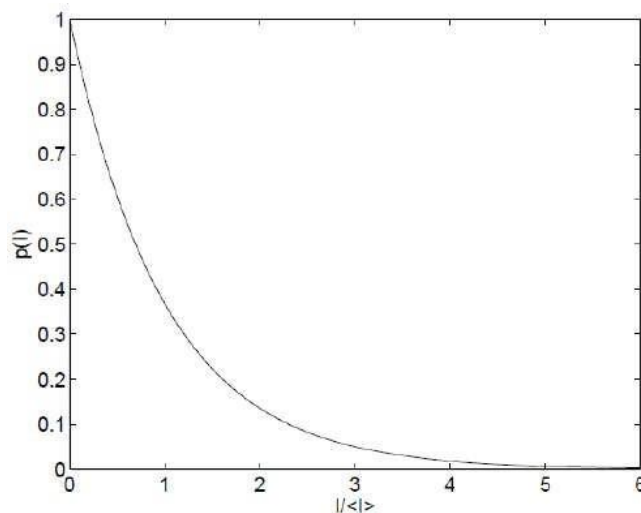


Fig.III.3. Fonction de densité de probabilité de la distribution de l'intensité dans un champ speckle

b. Déviation standard :

La deuxième propriété statistique du premier ordre qui est importante pour la mesure du contraste du speckle. Une mesure du contraste du motif moucheté est le rapport de l'écart type de l'intensité à l'intensité moyenne

$$\text{Dans ces conditions : } \langle I^2 \rangle = 2\langle I \rangle^2 \quad (3.8)$$

par conséquent, l'écart type d'un motif σ^2 de speckle polarisé est donné par:

$$\sigma^2 = \langle I^2 \rangle - \langle I \rangle^2 = \langle I \rangle^2$$

Le contraste de la figure du speckle est donné par le rapport $c = \frac{\sigma}{\langle I \rangle}$ [5]

II.2.2. Statistiques du 2ème ordre :

Les statistiques du 2ème ordre décrivent les variations d'intensité lumineuse relatives en deux points. En effet, elles donnent une indication sur la taille des grains dans la figure de speckle et leur distribution. Par ailleurs, le paramètre statistique du 2ème ordre le plus fréquemment utilisé dans l'étude du speckle est la fonction autocorrélation qui est définie comme suit : La structure radialement fibreuse observée dans le speckle polychromatique ainsi que les motifs sur le champ lointain peuvent être analysés pour déterminer la surface

rugueuse. Cette structure disparaîtra progressivement avec l'augmentation de la rugosité de la surface. De ce fait, la fonction spatiale autocorrélation C_s du speckle et les intensités dans le plan d'observation décrivent la structure radialement fibreuse, également désignée par allongement du speckle. »

$$c(x_1, y_1; x_2, y_2) = \langle I(x_1, y_1)I(x_2, y_2) \rangle \quad (3.10)$$

Dans la plupart des cas, il est plus pratique de gérer son intensité normalisée appelée fonction de corrélation:

$$c_1(\Delta x, \Delta y) = \frac{c(s_1, y_1; s_2, y_2) - \langle I(s_1, y_1)I(s_2, y_2) \rangle}{\langle I(s_1, y_1)I(s_2, y_2) \rangle} \quad (3.11)$$

Un autre paramètre statistique du 2ème ordre employé est la densité spectrale de puissance ou spectre de Wiener qui décrit la distribution des tailles de taches dans la figure de speckle. Elle est donnée par la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation de l'intensité lumineuse, on définit s par l'intégrale de l'autocorrélation [7]

$$S = \iint_{\infty}^{\infty} q_1(x, y) \cdot dx dy \quad (3.12)$$

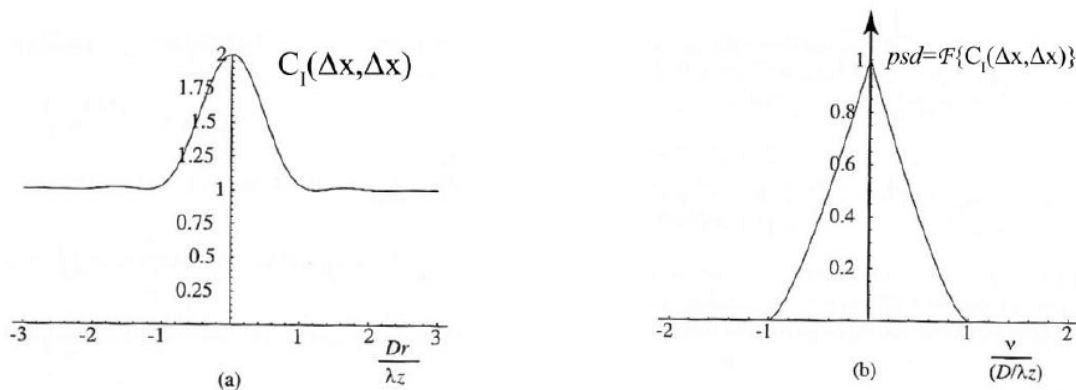


Fig.III.4.Coupe transversale de l'intensité du chatolement. En (a) autocorrélation et en (b) densité spectrale de puissance pour la propagation en espace libre à partir d'un point de diffusion circulaire.

III.3. Speckle objectif et subjectif :

III.3.1. Speckle objectif :[8][9]

Dans le cas du speckle objectif , présenté dans la figure 1.5. toute l’aire éclairée de l’objet participe à la formation de chaque speckle individuel sur l’écran d’observation .Donc les dimensions du speckle dépendent de l’aire de la surface objet

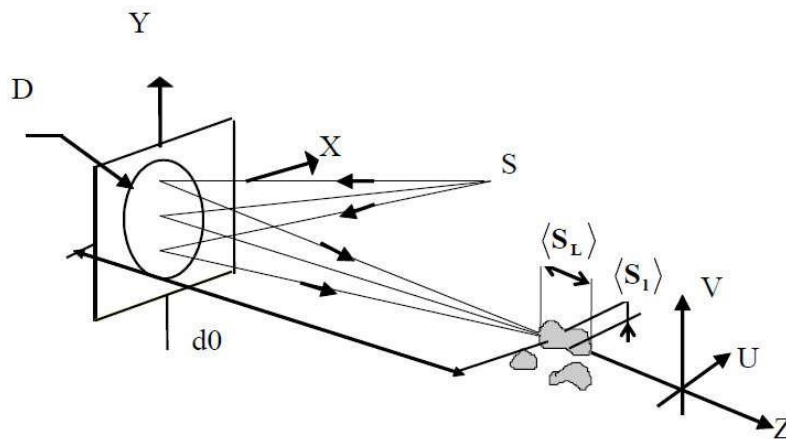


Figure .III.5. Formation du speckle objectif

Pour un processus aléatoire gaussien , l’autocorrélation de l’intensité s’exprime en fonction de l’autocorrélation de l’amplitude [6] par :

$$c_I(\Delta u, \Delta v) = \langle I(u, v)I(u + \Delta u, v + \Delta v) \rangle = \langle I \rangle^2 [1 + |c_E(\Delta u, \Delta v)|^2] \quad (3.13)$$

$$c_I(\Delta u, \Delta v) = \frac{\langle E(u, v)E^*(u + \Delta u, v + \Delta v) \rangle}{\sqrt{\langle E(u, v)E^*(u, v) \rangle \langle E(u + \Delta u, v + \Delta v)E^*(u + \Delta u, v + \Delta v) \rangle}} \quad (3.14)$$

L’amplitude dans le plan d’observation (u,v) est exprime en fonction de l’amplitude sur la surface de l’objet (x,y) au moyenne de l’intégrale de Fresnel- kirchhoff :

$$c_I(\Delta u, \Delta v) = \frac{\langle E(u,v)E^*(u+\Delta u, v+\Delta v) \rangle}{\sqrt{\langle E(u,v)E^*(u,v) \rangle \langle E(u+\Delta u, v+\Delta v)E^*(u+\Delta u, v+\Delta v) \rangle}} \quad (3.14)$$

L'amplitude dans le plan d'observation (u,v) est exprimé en fonction de l'amplitude sur la surface de l'objet (x,y) au moyenne de l'intégrale de Fresnel- kirchhoff :

$$c_E(\Delta u, \Delta v) = \frac{2J_1\left(\frac{GD\sqrt{\Delta u^2 + \Delta v^2}}{hd_0}\right)}{\frac{GD\sqrt{\Delta u^2 + \Delta v^2}}{hd_0}} \quad (3.15)$$

$$c_I(\Delta u, \Delta v) = \langle I \rangle^2 \left[1 + \left(\frac{2J_1\left(\frac{GD\sqrt{\Delta u^2 + \Delta v^2}}{hd_0}\right)}{\frac{GD\sqrt{\Delta u^2 + \Delta v^2}}{hd_0}} \right)^2 \right] \quad (3.16)$$

Lorsque l'aire éclairée prend une forme carrée de coté L , c_E et c_I deviennent :

$$c_E(\Delta u, \Delta v) = \sin c \frac{L\Delta u}{hd_0} \cdot \sin c \frac{L\Delta v}{hd_0} \quad (3.17)$$

$$c_I(\Delta u, \Delta v) = \langle I \rangle^2 \left[1 + \sin c^2 \frac{L\Delta u}{hd_0} \cdot \sin c^2 \frac{L\Delta v}{hd_0} \right] \quad (3.18)$$

La taille moyenne transversale du grain de speckle peut être prise comme la valeur de

$\sqrt{\Delta u^2 + \Delta v^2}$ quand $J_1\left[\frac{nD_0}{\lambda d} \sqrt{(\Delta u)^2 + (\Delta v)^2}\right]$ s'annule. D'où la taille du grain de speckle transversale δr donnée par :

$$\delta r = 1.22 \frac{\lambda d}{D_0} \quad (3.20)$$

De même, la fonction d'autocovariance normalisée longitudinale de l'intensité tout au long de l'axe des z peut être donnée par l'équation

$$CI(0, 0, \Delta z) = \frac{R_{I(0,0,\Delta z)} - \langle I(x,y) \rangle^2}{R_{I(0,0,0)} - \langle I(x,y) \rangle^2} = \left| \frac{\int_{-\infty}^{\infty} |P(\xi, \eta)|^2 \exp[-i\frac{2G}{\lambda z}(\xi\Delta u + \eta\Delta v)] d\xi d\eta}{\int_{-\infty}^{\infty} |P(\xi, \eta)|^2 d\xi d\eta} \right|^2 \quad (3.21)$$

peut être utilisée pour déterminer la taille longitudinale des grains de speckle tout le long de l'axe des z. Pour une tache de diffusion circulaire uniforme de diamètre D_e

$$|CI(0, 0, \Delta z)|^2 = \text{circ}\left(\frac{\sqrt{\xi^2 + \eta^2}}{D_e}\right) \quad (3.22)$$

La fonction d'autocovariance longitudinale normalisée de l'intensité sera donnée par

$$r_I(0,0, \Delta z) = \sin^2 \left(\frac{D_e^2 \Delta z}{8\lambda z^2} \right) \quad (3.23)$$

La taille moyenne longitudinale des grains de speckle est alors donnée par:

$$\delta z = \frac{8\lambda z^2}{D_e^2} \quad (3.24)$$

III.3.2. Speckle subjectif : [8]

Dans ce type d'arrangement, illustré dans la figure.III.6, les dimensions des speckles sont aussi déterminées par la figure de diffraction d'une ouverture, qui est dans cas la pupille du système optique utilisé :

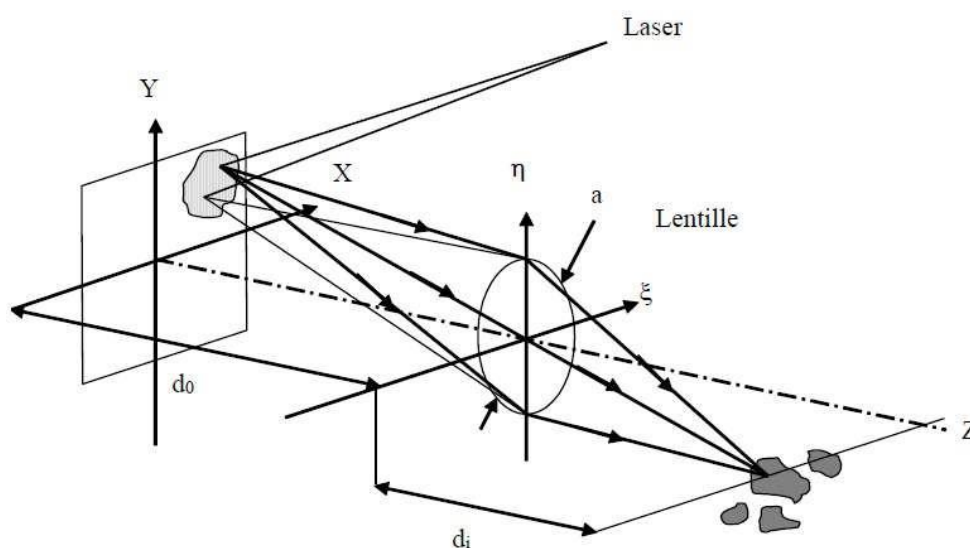


Figure .III.6. Formation du speckle subjectif

Dans ce cas est le diamètre du speckle est donne par la limite de résolution du système optique constitue le diamètre du disque d'AIRY.

Les formules (3.16) et (3.18) restent valables à condition de remplacer la fonction d'intensité $|c(x, y)|^2$ par la fonction pupillaire $|C_1(\xi, \eta)|^2$ qui décrit la transparence en amplitude de la lentille

Le diamètre individuelle est relié rapport du nombre d'ouverture F (qui est le rapport entre la distance focale et la diamètre de l'ouverture $\left(\frac{f}{a}\right)$ de la lentille et du grandissement g (rapport $g = \frac{d_i}{d_o}$) ou d_i et d_o sont respectivement les distance lentille –image et objet –lentille .

Les diamètre latérale et longitudinale du speckle subjectif sont données par

$$\langle S \rangle_I = 1.22 \lambda \frac{d_i}{a} = 1.22 \lambda (1+g)F$$

$$\langle S \rangle_L = 8 \lambda \frac{d_i}{a} = 8 \lambda (1+g)^2 F^2$$

III.4. Définition et origine du déplacement et de la décorrélation du speckle

Déplacement des speckles est représenté quantitativement par la position du pic de la fonction de corrélation croisée entre la distribution d'intensité des motifs de speckle avant et après le déplacement ou la déformation de l'objet

En comparaison, l'autocorrélation du motif avant traduction est également affichée, la pic de l'autocorrélation est toujours situé zéro. D'autre part, la position du pic de la corrélation croisée ,qui s'écarte généralement de zéro ,correspond au déplacement du speckle alors que la diminution de la hauteur du pic est associée au changement dans la structure ,soi-disant décorrélation

Les origines du déplacement et de la décorrélation du speckle sont illustrées dans la figure III.7, pour la diffraction champ(a) et l'image champ(b). Pour le champ de diffraction ,le déplacement de speckle A est causé par le changement de relation de phase des ondes lumineuse interférentes par la sommation de vecteurs dirigés de manière aléatoire comme le montre la figure 1 .2a

Le changement de phase résultant de la variation des longueurs de chemin optique due à la déformation de l'objet entraîne des changements dans la direction de vecteur par conséquent, le déplacement du speckle peut être dérivé en calculant le changement des longueurs de chemin optique apparaissant dans l'intégrale de diffraction .

En configuration, il peut également être considéré comme le déplacement des ordres de diffraction d'un réseau aléatoire car le speckle peut être considéré comme ses ordres de diffraction distribution de manière aléatoire .

D'autre part, la dé-corrélation du speckle se produit en raison du changement dans l'appartenance des ondes lumineuses interférentes. Cet effet dépend du diamètre d'un faisceau incident. Dans le cas de motifs de speckle dans le champ d'image, la décorrélacion dépend du déplacement de speckle A_p à une ouverture d'une lentille d'image et de sa taille comme indique sur la figure 1.2b. [10]

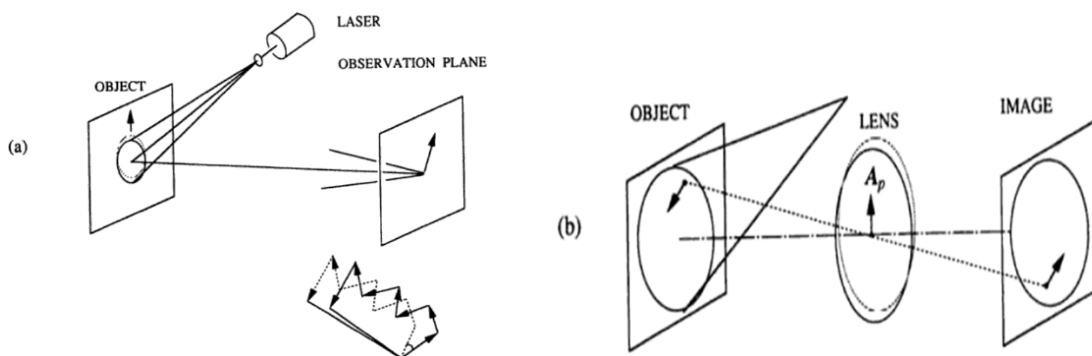


Fig .III.7.origine du déplacement du speckle et de la décorrlacion due à la déformation de déplacement d'objet (a), champ de diffraction (b) champ d'image

III.5. Décorrélacion - corrélation d'intensité et d'amplitude :

Le déplacement du speckle provoqué par le déplacement et / ou la déformation de surface est théoriquement dérivé de la position maximale de la fonction de corrélation croisée

$\langle I_1(x, y)I_2(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle$ entre la distribution d'intensité dans un plan d'observation avant et après le déplacement et / ou la déformation. La procédure de calcul de la moyenne est effectuée sur un ensemble statistique des structures de microscopie d'une surface diffusé.

En pratique, la moyenne est portée sur une zone contenant un nombre suffisant de mouchetures lorsque le patch de corrélation de la microstructure de la surface diffusé est beaucoup plus petit que le diamètre du faisceau ou la limite de résolution de la rugosité de surface efficace est supérieure à la génération des mouchetures de longueur d'onde par superposition cohérente d'un nombre suffisant d'ondelettes avec des différences de phase aléatoires uniformément réparties entre 0 et 2π , puis la distribution d'amplitude complexe du

champ de speckle a peut être représentée par le processus aléatoire gaussien, et la fonction de corrélation croisée d'intensité est exprimée en termes de corrélation croisée des amplitudes complexes $u_1(x, y)$ et $u_2(x, y)$

$$\langle I_1(x, y) I_2(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle = \langle I_1(x, y) \rangle \langle I_2(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle + |\langle u_1(x, y) u_2^*(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle|^2 \quad (3.42)$$

le deuxième terme sur le côté droit est égal à la corrélation croisée de la fluctuation d'intensité

$$\Delta I = I - \langle I \rangle \quad (3.43)$$

$$|\langle u_1(R) u_2^*(R + \bar{R}) \rangle|^2 = \langle \Delta I_1(R) \Delta I_2(R + \bar{R}) \rangle \quad (3.44)$$

ainsi la dérivation des intensités de corrélation croisée d'intensité à celle de l'amplitude a été dérivée en appliquant l'intégrale de diffraction de Fresnel -kirchhoff à la propagation des ondes du point source au plan d'observation à travers l'objet. De cette manière, le déplacement et la décorrélation du chatoiement ont été étudiés pour un système optique général comprenant à la fois la diffraction et le champ d'image [11]

III.5.1. Déplacement du speckle objectif : [10][12]

Nous étudions d'abord le cas le plus simple de la géométrie en espace libre, illustré par la figure .III.8, où la position sur la moyenne de l'objet est représentée par $r(x, y)$, et celle sur un plan d'observation est représentée par $R(x, y)$. L'étude origine a ensuite été simplifiée et étendue. On note la distribution d'intensité du faisceau incident par $I_0(r)$, la phase aléatoire ajoutée à la lumière réfléchiée par la rugosité de la surface par $\phi(r)$, le chemin optique à partir du centre de courbure du front d'onde s au point objet par $L_E(r)$ et la longueur du chemin depuis l'objet au point d'observation r par $L_B(r, R)$ plus, l'amplitude complexe au point d'observation avant que la déformation de l'objet soit donnée par

$$U_1(R) = \int \sqrt{I_0(r)} \exp[i\phi(r)] \exp[ik\{L_E(r) + L_B(r, R)\}] d^2r \quad (3.45)$$

$k=2\pi/\lambda$ est le nombre d'onde.

avec le numéro d'onde $K = 2\pi/\lambda$ (la longueur d'onde donne la position des ondes sphériques diffusées par le point objet r . Après le mouvement ou la déformation de l'objet, le point r est déplacé vers $r + a(r)$ par le vecteur de déplacement $a(r)$, du point r . puis l'amplitude complexe est représentés par :

$$U_2(R) = \int \overline{f I_0(r + a_T)} \exp [i \mathbf{k} \cdot (r)] \exp [ik\{L_A(r + a) + L_B(r + a, R)\}] d^2r \quad (3.46)$$

Où a_T est le composant de déplacement parallèle à la surface moyenne de l'objet. Après substitution des équations, la corrélation croisée d'amplitude devient

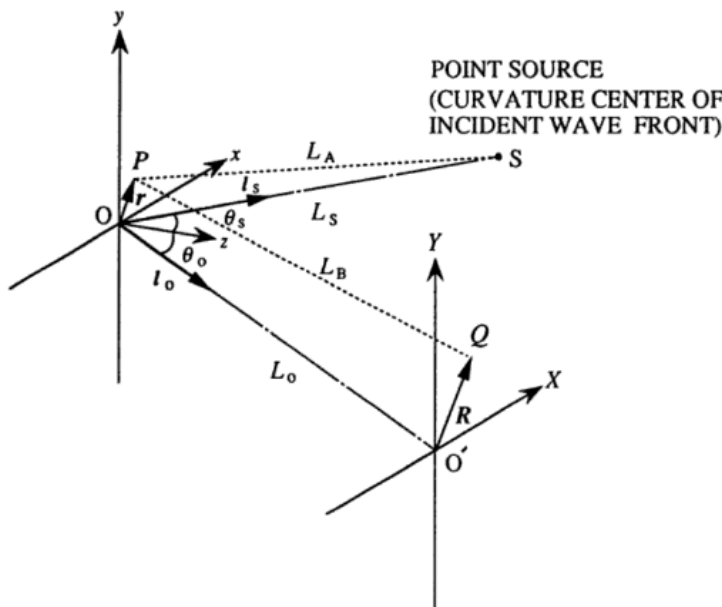


Fig. III.8. Système de coordonnées pour le calcul du déplacement de speckle objectif dans le champ de diffraction.

$$\langle U_1(R) U_2^*(R + \bar{R}) \rangle = \iint \overline{f I_0(r) I_0(r + a_T)} \exp [ik\{L_A(r) - L_A(r + a) + L_B(r, R) - L_B(r + a, R + \bar{R})\}] d^2r \quad (3.47)$$

lorsque le déplacement a_T est beaucoup plus petit que le diamètre du spot, la position de crête de par rapport à R dépend de l'exponentte de eq: où nous adaptions l'approximation basée sur l'hypothèse $|a| \ll L_T(r) = \bar{P} \bar{S}$

$$L_{\mathcal{A}}(r + a) = L_{\mathcal{A}}(r) - L_{\mathcal{A}}(r) \cdot a(r) \quad (3.48)$$

$L_{\mathcal{A}}(r)$ le vecteur unité le long de \vec{PS}

De même, on fait l'approximation de la distance entre le point déplacé et le plan d'observation comme suit :

$$L_B(r + a, R + \bar{R}) = L_B(r, R + \bar{R}) - L_B(r, R + \bar{R})a(r) \quad (3.49)$$

D'où nous avons introduit $L_B(r, R + \bar{R}) = \vec{PQ}$, et le vecteur unitaire $L_B(r, R + \bar{R})$ le long de \vec{PQ}

Cependant le rapport de l'exposant de l'équation (1.27) sur k devient :

$$\frac{1}{k} = [L_{\mathcal{A}}(r) + L_B(r, R + \bar{R})] \cdot a(r) + L_B(r, R) - L_B(r, R + \bar{R}) \approx [L_{\mathcal{A}}(r) + L_B(r, R)] \cdot a(r) + L_B(r, R) - L_B(r, R + \bar{R}) \quad (3.50)$$

Dans le système de coordonnées représenté sur les figures l_0 et L_0 , la direction et la distance du centre O du plan d'observation (également supposé être dans le plan XZ) forment le centre du point o . on adopte l'approximation basée sur L_0

$$L_B(r, R) = [L_0^2 + X^2 + Y^2 + x^2 + y^2 - 2L_0(x \sin \theta_0 + y) - 2(Xx \cos \theta_0 + Yy)]^{1/2} \\ \approx L_0 - \frac{x \sin \theta_0}{L_0} - \frac{y}{L_0} - \frac{Xx \cos \theta_0}{L_0} - \frac{Yy}{L_0} + \frac{(x^2 + y^2 + X^2 + Y^2)}{2L_0} \quad (3.51)$$

où nous avons supposé que le vecteur l_0 était dans le plan xz et avons noté l'angle entre l_0 et l'axe z par θ_0 en utilisant

$$L_B(r, R) - L_B(r, R + \bar{R}) = \frac{\bar{X}x \cos \theta_0}{L_0} + \frac{\bar{Y}y}{L_0} \quad (3.52)$$

où nous ne retenons que les termes contenant x et y . nous supposons en outre que la déformation de la région illuminée est homogène c'est-à-dire que la distribution de déplacement de chaque point de surface est exprimée par une fonction linéaire de position donc nous développons le premier terme en eq au centre de la région illuminée

$$[L_{AE}(r) - L_B(r, R)] \cdot a(r) \approx L_{AE}(r) - L_B(r, 0) \cdot a(r) = L_{AE}(0) - L_B(0,0) \cdot a(0) + \frac{\partial}{\partial s} \{ [L_{AE}(r) - L_B(r, 0)] \cdot a(r) \}_{r=0} + \frac{\partial}{\partial y} \{ [L_{AE}(r) - L_B(r, 0)] \cdot a(r) \}_{r=0} \quad (3.53)$$

$$\frac{\partial}{\partial k} = (1 + \frac{1}{s}) \cdot a(0) + \frac{s \cos \theta_0}{L_0} (\bar{X} - A_x) + \frac{y}{L_0} (\bar{Y} - A_y) \quad (3.54)$$

$$l_s = l_{AE}(0) \quad (3.55)$$

$$A_s = -\frac{L_0}{\cos \theta_0} \left[\frac{\partial}{\partial s} \{ [L_{AE}(r) + L_B(r, 0)] \cdot a(r) \}_{s=y=0} = a_s \left(\frac{L_0 \cos \theta_c}{L_0 \cos \theta_0} + L_0 \cos \theta_0 \right) - a_z \left(\frac{L_0 \cos \theta_0 \sin \theta_c}{L_0 \cos \theta_0} + \sin \theta_0 \right) - L_0 \left[s_{ss} \left(\frac{\sin \theta_c}{\cos \theta_0} + \tan \theta_0 \right) - \Omega_y \left(\frac{\cos \theta_c}{\cos \theta_0} + 1 \right) \right] \quad (3.56)$$

Et

$$A_y = -L_0 \left[\frac{\partial}{\partial s} \{ [L_{AE}(r) + L_B(r, 0)] \cdot a(r) \}_{s=y=0} = a_y \left(\frac{L_0}{L_c} + 1 \right) - L_0 [s_{sy} \left(\frac{\sin \theta_c + \sin \theta_0}{\cos \theta_0} \right) - \right.$$

$$G_x(\cos \theta_c + \cos \theta_0) - G_z(\sin \theta_c + \sin \theta_0)] \quad (3.57)$$

(ax, ay, az), (Ωx, Ωy, Ωz) et (sx, sy, sz) sont respectivement les coefficients de translation, rotation et de contrainte de la région éclairée de l'objet. Ces coefficients sont reliés au vecteur de déplacement par :

$$(a_s, a_y, a_z) = [a_s(0), a_y(0), a_z(0)] \quad (3.58)$$

$$(G_x, G_y, G_z) = \left\{ \left(\frac{\partial a_z}{\partial y} \right)_0, - \left(\frac{\partial a_z}{\partial s} \right)_0^2, \frac{1}{2} \left[\left(\frac{\partial a_y}{\partial s} \right)_0 - \left(\frac{\partial a_x}{\partial y} \right)_0 \right] \right\} \quad (3.59)$$

Et

$$s_{ss} = \left(\frac{\partial a_x}{\partial s} \right)_0, s_{yy} = \left(\frac{\partial a_y}{\partial y} \right)_0,$$

$$s_{sy} = s_{ys} = \frac{1}{2} \left[\left(\frac{\partial a_x}{\partial y} \right)_0 - \left(\frac{\partial a_y}{\partial s} \right)_0 \right]$$

θsetLs sont l'angle d'incidence et le rayon de courbure du front d'onde du faisceau laser incident

Par substitution de l'équation (1.31) dans l'équation (1.27) et en utilisant l'équation (1.24), on aboutit à

$$\langle \Delta I_1(x, y) \cdot \Delta I_2(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle = \iint \mathbf{J} [I_0(x, y) \cdot I_0(x + a_s, y + a_y)] \cdot \exp \left\{ - \frac{ik[s \cdot (\bar{X} - A_x) \cos \theta_0 + F \cdot (\bar{Y} - A_y)]}{L_0} \right\} dx dy \quad (3.60)$$

Pour les petites valeurs de a_x et a_y comparées avec le diamètre du spot, la fonction de corrélation donnée par l'équation (1.37) prend son maximum pour les valeurs $\bar{X}=Ax$ et $\bar{Y}=Ay$:

$$\langle \Delta I_1(x, y) \cdot \Delta I_2(x + \bar{x}, y + \bar{y}) \rangle = \frac{1}{2} \left| \iint \mathbf{J} [I_0(x, y) \cdot I_0(x + a_x, y + a_y)] \cdot dx \cdot dy \right| \quad (3. 61)$$

La décorrélation de speckle est reliée à la valeur maximale de $\langle \Delta I_1(X, Y) \cdot \Delta I_2(X + \bar{X}, Y + \bar{Y}) \rangle$ qui est dépendante de la translation dans le plan comparé avec le diamètre du faisceau

III.5.2. Déplacement du speckle subjectif : [12]

Dans le cas des configurations contenant des lentilles, l'amplitude complexe au point d'observation R, peut être représentée comme une superposition linéaire d'amplitudes complexes arrivant de chaque point de l'objet. Pour cela, les amplitudes complexes avant et après la déformation de l'objet sont données par

$$U_1(R) = \int \mathbf{f} \overline{I_0(r)} \cdot \exp[i\varphi(r)] \cdot \exp[ikL_A(r)] \cdot k(R, r) d^2r \quad (3. 62)$$

$$U_2(R) = \int \mathbf{f} \overline{I_0(r + a_T)} \cdot \exp[i\varphi(r)] \cdot \exp[ikL_A(r + a)] \cdot k(R, r + a) d^2r \quad (3. 63)$$

$k(R, r)$ représente la fonction du système de transmission qui est la distribution de l'amplitude complexe causée par un point source placé au point objet r

$$\langle U_1(R) \cdot U_2^*(R + \bar{R}) \rangle = I_0 \int \exp [ik \cdot l_A(r) \cdot a(r)] \cdot k(R, r) \cdot k^*(R + \bar{R}, r + a) d^2r \quad (3. 64)$$

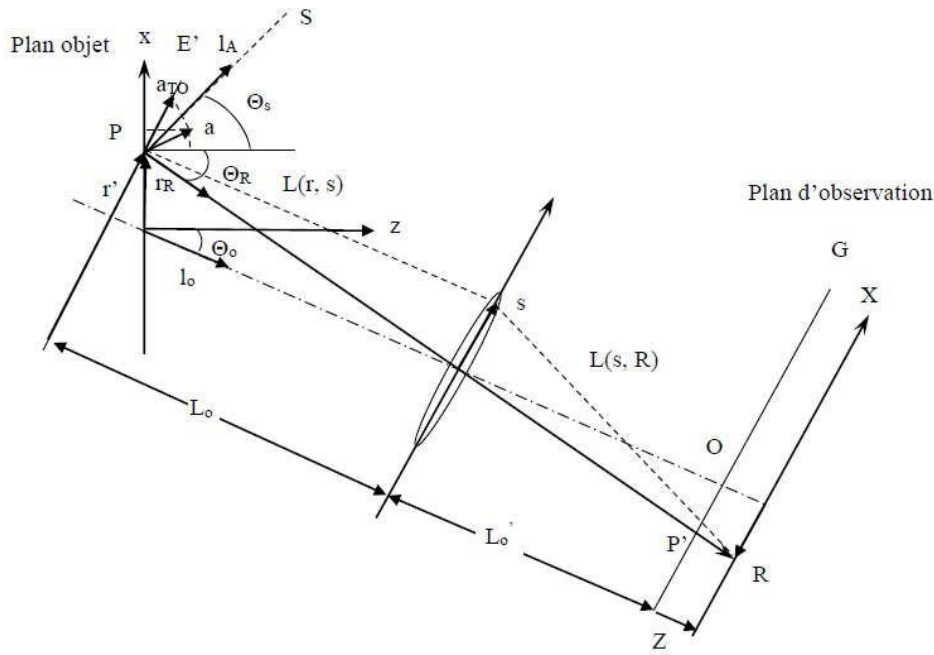


Fig. III.9. Système de coordonnées pour la détermination de déplacement de speckle dans le champ image.

L'axe du système optique est incliné d'un angle θ_0 par rapport à l'axe z. Le plan d'observation se trouvant à une distance Z du plan gaussien G, est situé à l'intersection des rayons principaux à travers un point d'observation $(X, Y, Z) = (R, Z)$, provenant du point P du plan objet.

La fonction du système de transmission à travers l'ouverture de la lentille, peut être représentée par l'intégrale de diffraction de Fresnel-Kirchhoff donnée par:

$$K(R, z, r + a(r)) = \int \exp[ik \cdot |L(r, s) - a|] \cdot P(s) \cdot \exp\left(-ik \frac{|c|^2}{2F}\right) \cdot \exp[ik \cdot |(L'_0 + z) \cdot l_0 + R - s|] d^2s \quad (3.65)$$

$P(s)$ et F sont respectivement la fonction pupillaire et la distance focale de la lentille. En utilisant les approximations introduites par Yamaguchi, on obtient finalement :

$$\langle U_1(R, Z) \cdot U_2^*(R + \bar{R}, Z) \rangle = \exp\left\{ik \left[N(r_R, 0) \cdot a(r_R) + \frac{R \cdot \bar{R}}{S'_0 + Z} \right]\right\} \cdot \int P^*(s) p(s + L_0 [\nabla N(r, 0) \cdot a]_{rR}) \cdot \exp\left\{ik \frac{S}{L'_0 + Z} \cdot [\bar{R} - A(R, Z)]\right\} d^2S \quad (3.66)$$

Le pic de la corrélation est localisé à $\bar{R} = A$, qui représente le déplacement de speckle donné par:

$$A = \frac{L'_0 + Z}{L_0} a_{T0} + \frac{L_0 Z}{L'_0} [\nabla N(r, 0) \cdot a]_{rR} \quad (3.67)$$

Le vecteur de déplacement donné dans l'équation (1.44) a deux composantes ; une indépendante de Z et l'autre proportionnelle à la valeur de Z, qui s'écrivent comme suit:

$$A = \frac{L'_0}{L_0} \cdot a_{T0} - \frac{Z}{L'_0} \left\{ \frac{L'_0}{L_0} a_{T0} - L_0 [\nabla N(r, 0) \cdot a]_{rR} \right\} \quad (3.68)$$

Dans le système de coordonnées de la Fig.III.9, on peut facilement obtenir les relations des composantes dans le plan E', exprimées par :

$$a_{T0s} = a_s \cos \theta_R + a_z \sin \theta_R \quad (3.69)$$

$$a_{T0y} = a_y \quad (3.70)$$

On utilise les équations (1.32) et (1.33) pour obtenir les nouvelles composantes du vecteur de déplacement de speckle

$$A = g \cdot \left(a_s \cos \theta_R + a_z \sin \theta_R \right) - \frac{Z}{L'_0} \left\{ g \cdot \left(a_s \cos \theta_R + a_z \sin \theta_R \right) - a_s \left(\frac{L_0 \cos^2 \theta_c + \cos \theta_R}{L_c \cos \theta_R} \right) + a_z \left(\frac{L_0 \cos \theta_c \sin \theta_c}{L_c \cos \theta_R} + \sin \theta_R \right) + L_0 \left[s_{ss} \left(\frac{\sin \theta_c}{\cos \theta_R} + \tan \theta_R \right) - \Omega y \left(\frac{\cos \theta_c}{\cos \theta_R} + 1 \right) \right] \right\} \quad (3.71)$$

$$A_y = g \cdot a_y - \frac{Z}{L'_0} \left\{ g \cdot a_y - a_y \left(\frac{L_0}{L_c} + 1 \right) + L_0 [s_{sy} (\sin \theta_s + \sin \theta_R) - G_x (\cos \theta_c + \cos \theta_R) - G_z (\sin \theta_c + \sin \theta_R)] \right\} \quad (3.72)$$

Où g est le grandissement de la lentille.

La valeur du pic de la fonction de corrélation qui définit le changement dans la structure du speckle accompagnant le déplacement est donnée par :

$$\langle \Delta I_1(R, Z) \cdot \Delta I_2(R + A, Z) \rangle = \int |P * (s) P(s + A_p) d^2s|^2 \quad (3.73)$$

$$A_p = L_0 [N(r, 0) \cdot a]_{rR} \quad (3.74)$$

III.6. La photographie speckle :

La photographie de speckle est une technique qui rend simple la mesure des déplacements dans le plan en utilisant des systèmes optiques simples. La procédure générale consiste à éclairer l'objet par un seul faisceau laser et faire un enregistrement photographique sur une seule plaque photographique de l'objet avant et après déplacement. La plaque développée est appelée specklogramme à double exposition [13]

La photographie speckle est basé sur l'enregistrement de motifs de mouchetures objectifs ou subjectifs, avant et après que l'objet soit soumis à une charge, c'est l'une des méthodes les plus simples dans lesquelles une surface diffuse éclairée par laser est enregistrée à deux états de contrainte différents. La photographie par mouchetures permet de mesurer dans un plan le déplacement et dérivés de déformation. La photographie du speckle est exploitée pour la métrologie en utilisant soit une plaque de photographie[14]

Par conséquent, on distingue deux types de photographie de speckle selon la position du plan d'enregistrement, la photographie de speckle focalisée et non-focalisée. En général, la technique de photographie de speckle focalisée génère des franges sensibles aux déplacements dans le plan, par contre la photographie de speckle non-focalisée est sensible aux déplacements hors du plan.[1]

III.6.1. Photographie de speckle focalisée

La méthode de photographie de speckle focalisée à double exposition développée par Archbal et al. , J.N.Butters et J.A.Leendert z , Archbal et Ennos est la technique la plus utilisée pour déterminer les composantes de déplacement dans le plan basé sur l'effet speckle.

Le déplacement dans le plan sera mesuré pour la translation et la rotation d'un objet rigide et macroscopiquement plat en utilisant la configuration expérimentale décrite par la figure .III.10 [15][16][17]

Une image de la surface de l'objet est formée dans le plan du film par une lentille de longueur focale f et de diamètre D , les distances d_0 et d_i séparant l'objet et la lentille d'une part et la lentille

l'équation d'imagerie de lentille mince:

$$\frac{1}{d_0} + \frac{1}{d_i} = \frac{1}{f}$$

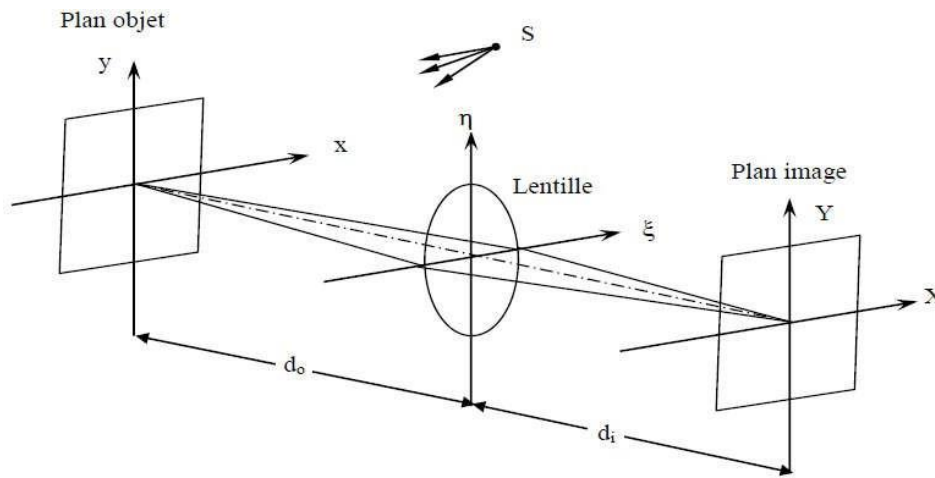


Fig.III.10 : Arrangement optique de photographie de speckle focalisé

Cette équation est approximativement valable pour les lentilles réelles et est assez précise lorsqu'une image est formée en utilisant uniquement des rayons proches de l'axe optique. Les systèmes ou lentilles d'imagerie sont spécifiés en fonction de leur ouverture relative ou de leur nombre F. Si le même objet distant est imagé par une lentille de nombre F égal, l'irradiance moyenne dans leurs plans d'image sera identique [18]

La distribution d'amplitude de chaque point (X, Y) dans l'image de l'objet est exprimée par [19,20] :

$$(X, Y) = K \iiint U_0(x, y) \cdot PL(\xi, \eta) \cdot \exp\left\{ \frac{ik[(X + g_x)x + y(y + g_y)]}{d_i} \right\} dx dy d\xi d\eta \quad (3.75)$$

K est une constante complexe, $U_0(x, y)$ représente la distribution d'amplitude juste devant la surface objet, $PL(\xi, \eta)$ est la fonction pupillaire, et g est le grandissement du système optique. La distribution d'intensité enregistrée sur la plaque avant déplacement est proportionnelle à $[(X, Y) \cdot (X, Y)] = I(X, Y)$.

L'intensité totale enregistrée sur la plaque après les deux expositions est donnée comme suit :

$$I_T(x, y) = U(x, y)U^*(x, y) + U(x + A_x, y + A_y)U^*(x + A_x, y + A_y) = I(x, y) + I(x + A_x, y + A_y) \quad (3.77)$$

Après le développement photographique du specklogramme à doubles expositions, ce dernier aura les propriétés d'une transparence; d'où l'amplitude de la fonction de transmittance

$h(X, Y)$ définie par :

$$h(X, Y) = h_0 + \beta \sqrt{I(x, y) + I(x + A_x, y + A_y)} \quad (3.78)$$

h_0 et β sont des constantes qui dépendent de l'émulsion photographique et de t est le temps d'exposition.

Lorsque le milieu d'enregistrement a une résolution suffisante de façon à séparer une grandeur moyenne d'un speckle individuel, deux figures de speckle identiques légèrement décalées l'une de l'autre seront enregistrées sur la plaque photographique

III.6.2. Observation des franges et détermination des déplacements :

Pour obtenir les informations de déplacement, la plaque traitée connue sous le nom de specklegram à double exposition, est soumise à un filtrage et techniques. Les deux types de techniques de filtrage normalement utilisées dans la métrologie du speckle est:

- a) filtrage point par point;
- b) filtrage sur tout le champ.

III.6.2.1. Filtrage point par point et franges de Young :

La première méthode, une approche point par point consiste à interroger le motif de speckle au moyen d'un faisceau laser étroit pour générer un halo de diffraction dans le champ lointain à chaque point. Cette figure est un halo de diffraction dont le diamètre est inversement proportionnel au diamètre moyen d'un speckle individuel. Le halo est modulé par un système de franges équidistantes résultant de l'interférence à travers deux grains de speckle identiques mais légèrement décalés l'un de l'autre. L'espacement des franges et l'orientation sont gouvernées par le vecteur de déplacement. L'orientation de la frange est toujours perpendiculaire à la direction du déplacement, tandis que l'espacement des franges est inversement proportionnel à l'amplitude du déplacement. La frange du jeune est observée, lorsque les deux taches identiques sont séparées par une distance égale à ou plus que la tache moyenne[21]

Les champs de speckle avant et après la déformation de l'objet sont exposés sur la même plaque photographique, résultant en un specklegram à double exposition. Le specklegram peut être vu comme deux images légèrement déplacées. Lorsque le specklegram est éclairé avec un faisceau laser étroit, les taches légèrement décalées dans la zone éclairée agissent comme un ensemble de doubles fentes qui donneront lieu à la figure appelée les franges de Young. Le motif des franges est perpendiculaire à la direction du déplacement et la distance entre les franges est inversement proportionnelle à la magnitude du déplacement en tout point éclairé du specklegram.[22]

Le specklegram est éclairé par un faisceau laser non déployé comme illustré à (figure III.12)

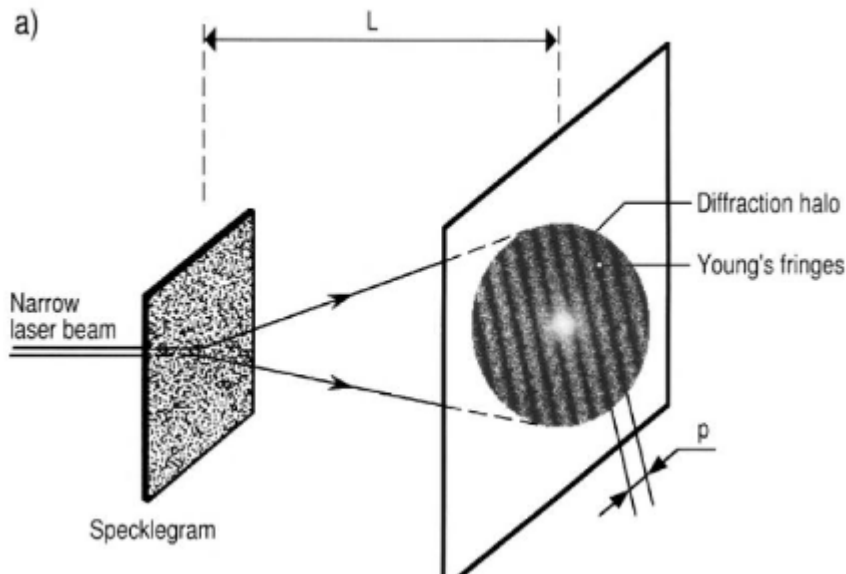


Figure III.12. Dispositif de filtrage point par point

L'amplitude complexe (X_1, Y_1) de l'onde lumineuse qui résulte de la diffraction du faisceau laser sur le specklegramme est présentée par la transformée de Fourier de la transmittance de l'équation (1.10). [23][24]

$$U_1 = \mathcal{F}[I(X, Y) + I(X + \Delta X, Y + \Delta Y)] = \iint [I(X, Y) + I(X + \Delta X, Y + \Delta Y)] \cdot \exp\left[\frac{2\pi i (X X_1 + Y Y_1)}{\lambda L}\right] dX dY \quad (3.79)$$

En utilisant la propriété de linéarité de la Transformée de Fourier, on réécrit l'équation (1.11) comme suit :

$$I_1(X_1, Y_1) = U_1(X_1, Y_1) U_1^*(X_1, Y_1) = 2 |\mathcal{F}[I(X, Y)]|^2 \left[1 + \cos 2\pi \left(\frac{X_1 \Delta X + Y_1 \Delta Y}{\lambda L} \right) \right] \quad (3.80)$$

Le premier terme de l'équation (1.12) représente la Transformée de Fourier de la figure de speckle originale qui est la distribution du halo de diffraction.

Le halo est modulé par des franges en cosinus. Le maximum de ces franges est obtenu

lorsque :

$$\cos 2\pi \left(\frac{X_1 \Delta X + Y_1 \Delta Y}{\lambda L} \right) = 1 \quad (3.81)$$

$$X^2 + Y^2 = n\lambda L \quad (3.82)$$

« n » est un entier. Ces franges représentent une famille de droites situées dans le plan XY.

L'espace de frange « p » est donné par :

$$p = \frac{\lambda L}{(\Delta x^2 + \Delta y^2)^{1/2}} \quad (3.83)$$

$(\Delta x^2 + \Delta y^2)^{1/2}$ est la valeur du vecteur de déplacement. Ces franges sont orientées perpendiculairement à la direction de déplacement.

L'orientation des franges est toujours perpendiculaire à la direction du déplacement. L'espace de franges est inversement proportionnel à l'amplitude du déplacement.

III.6.2.2. Filtrage à champ complet et franges isothétiques :

la deuxième méthode basée sur le filtrage spatial ou le filtrage de Fourier du motif de speckle fournit une visualisation directe sur tout le terrain de la distribution d'intérêt, cette approche offre également un degré de latitude dans la sélection de la sensibilité pendant le processus de reconstruction. En bref, les rendements de filtrage point par point le filtrage de Fourier donne des franges représentant un changement incrémental.

La disposition pour le filtrage sur tout le champ est illustrée à la figure III.13.

Le specklegram est maintenu dans la trajectoire d'un faisceau collimaté ou d'un convergent faisceau après la lentille Li. Les spectres de Fourier de la transmittance du specklegram est affiché dans le plan focal arrière de l'objectif Li [21].

Dans la méthode de filtrage sur tout le champ, un faisceau laser collimaté élargi illumine tout le specklegram. Un filtre d'ouverture est placé au Fourier plan de la lentille d'imagerie. Des franges sont ensuite observées au niveau du plan image. La figure III.13 montre une disposition expérimentale du filtrage de champ entier méthode. La figure II.13 montre les différents motifs de franges de sensibilité obtenus à partir de différentes positions de filtre.

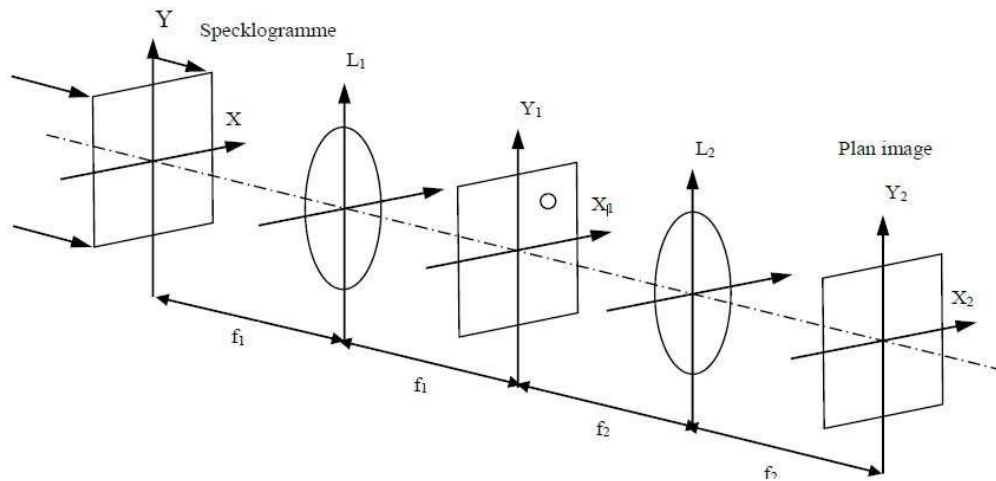


Fig.III.13. Disposition du filtrage sur tout le champ pour obtenir les informations de déplacement du specklegram à double exposition.

L'amplitude complexe dans le plan de Fourier de la lentille L1 prend la forme [23] [25]

$$U_1(X_1, Y_1) = \mathcal{F}[I(X, Y) + I(X + \Delta X, Y + \Delta Y)] = \iint_{-\infty}^{+\infty} [I(x, y) + I(x + \Delta x, y + \Delta y)] \exp \left[\frac{i2\pi}{\lambda f_1} (x X_1 + y Y_1) \right] dx dy \quad (3.84)$$

La distribution d'intensité dans le plan de Fourier prend la forme suivante :

$$I(x_1, y_1) = U(x_1, y_1) U^*(x_1, y_1) = \left| \iint_{-\infty}^{+\infty} I(x, y) \exp \left[\frac{i2\pi}{\lambda f_1} (x X_1 + y Y_1) \right] dx dy \left\{ 1 + \exp \left[2ni \frac{s_1 \Delta x + y_1 \Delta y}{\beta f_1} \right] \right\} \right|^2 \quad (3.85)$$

Etant donné que les composantes de déplacement Δx et Δy sont des fonctions continues de coordonnées x et y , l'équation (1.16) peut être simplifiée pour donner

$$I(x_1, y_1) = I(x_1, y_1) \cos^2 \left[\frac{\pi}{\beta f_1} (x \Delta x + y \Delta y) \right] \quad (3.86)$$

Où $I_0(X_1, Y_1)$ est la transformée de Fourier de la figure de speckle initiale qui correspond au halo de diffraction. Ce halo est modulé par des franges en cosinus carré.

III.6.3. Photographie de speckle non focalisé :

Plusieurs méthodes de photographie de speckle n'exigent pas la focalisation de la surface objet sur le plan image. C'est à dire que l'objet peut être placé en avant ou en arrière par rapport à son plan objet (voir Figure III.14). Cette méthode est largement utilisée pour mesurer les différentes composantes de déformations. En conséquence, les caractéristiques du déplacement de speckle dans le plan image seront modifiées.[26]

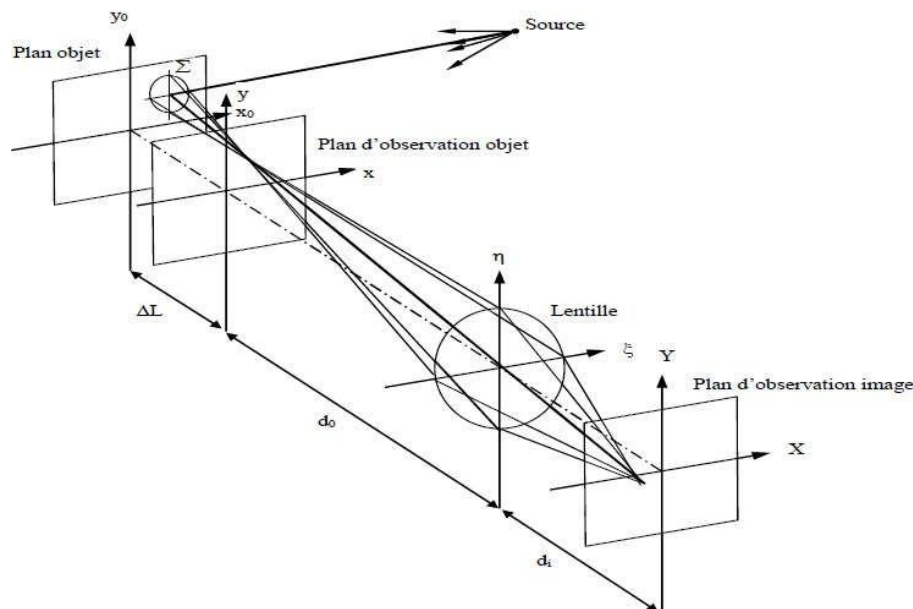


Fig.III.14. Arrangement optique de la photographie speckle non focalisé

Le plan d'observation image enregistre la figure de speckle produite dans le plan d'observation objet (x, y) (représenté par la surface Σ), homothétique de la pupille de la lentille d'enregistrement. Le specklogramme développé peut être analysé par l'une des techniques de filtrage spatial discutées dans les paragraphes qui suivent.

La méthode à double exposition (mesure des rotations hors du plan) proposée par Tiziani [27], est un exemple de photographie de speckle non focalisée. La technique nécessite un

enregistrement du specklogramme dans le plan focal image de la lentille d'imagerie. La surface objet est éclairée par un faisceau parallèle sous un certain angle par rapport à la normale. Le speckle produit dans le plan focal image reste stationnaire lorsque l'objet se déplace latéralement dans son plan. A la présence d'inclinaison hors du plan, la figure de speckle dans le plan focal sera translatée latéralement. Les composantes de rotation seront ainsi déterminées à partir des franges modulant le halo de diffraction obtenue. L'utilisation d'un faisceau parallèle dans le système de Tiziani pose des limites sur les dimensions de l'objet à étudier. Pour cela Gregory [28] a proposé une configuration insensible aux composantes de déplacement dans le plan et fonctionnant en éclairage divergent. Le specklogramme est enregistré, non pas dans le plan focal de la lentille, mais dans un plan conjugué de la source d'éclairage si la surface diffusante était un miroir. Ce plan est appelé plan d'inclinaison, qui est insensible aux déplacements dans le plan de l'objet, et les décalages des grains de speckle dans ce plan sont dus seulement aux inclinaisons hors du plan. Chiang et Juang [29] ont proposé une méthode pour la mesure des pentes d'objets déformés. Cette technique est conçue pour l'étude de la flexion des plaques. Le champ de déplacement dans le plan peut être négligé devant le champ de déplacement hors du plan en éclairant l'objet par une onde plane, en choisissant un plan d'observation objet défocalisé et en limitant l'observation à des régions situées au voisinage de l'axe optique.

IV.1. Introduction :

On appelle propriétés mécaniques, les propriétés d'un matériau dont dépend sa déformation lorsqu'il est soumis à l'action de forces mécaniques, la traction, la flexion, compression, etc.

Dans ce chapitre nous étudierons et comparerons les propriétés mécaniques de deux matériaux céramiques, le premier essai de flexion en quatre point par une méthode optique et le deuxième essai de compression de céramique poreuse.

IV.2. Matériels et méthodes de la première étude :

En raison de ses propriétés, le titanate d'aluminium a montré un grand intérêt pour les chercheurs. Il a un faible coefficient de dilatation thermique ($0,1-1,10^{-6} \text{ K}^{-1}$) et un faible module d'Young (8-10 GPa). Par ailleurs, il peut être utilisé dans plusieurs applications en raison de sa bonne résistance aux chocs thermiques à des températures inférieures à 1000° C en raison de son instabilité à haute température. Il a un point de fusion élevé (1860° C) et il n'est thermodynamiquement stable qu'au-dessus de 1280° C . L'incorporation de cations dopants tels que Mg^{2+} , Fe^{3+} et Zr^{4+} peut améliorer ses propriétés mécaniques et thermiques.

Ce matériau a été choisi dans cette étude car sa microstructure est simple et il s'agit d'un matériau synthétique. Il est donc facile de moduler la taille des grains pour améliorer les propriétés mécaniques et sa résistance aux chocs thermiques, et cela peut être fait en générant un phénomène de microfissuration.

Les échantillons utilisés dans ce travail ont été élaborés à partir d'une poudre industrielle granulée (TM-20P, Marusu, Japon). Ils ont été mis en forme par pressage uni axial avec une pression de 25 MPa. Comme il est un matériau synthétique, il est possible de modifier la taille des grains en changeant les cycles de frittage. Par exemple, un échantillon VF a été obtenu en utilisant une température de frittage $T = 1600^\circ \text{ C}$, un temps de maintien de 8 h et une vitesse de refroidissement de 12 h. En utilisant ces conditions de frittage, on obtient un échantillon de granulométrie inférieure à $200 \mu\text{m}$ et de largeur de microfissure inférieure à 300 nm . Sept éprouvettes en forme de barre (VF) avec une section transversale rectangulaire de $85 \text{ mm} \times 12,5 \text{ mm} \times 10,5 \text{ m}$ ont été testées pour analyser le comportement mécanique.

IV.2.1. Méthode de caractérisation

Le test de flexion est l'un des moyens les plus traditionnels et les plus courants pour mesurer la résistance d'une céramique fragile. L'objectif principal de l'essai de flexion en quatre points

est d'étudier le comportement mécanique (traction-compression) du matériau en titanate d'aluminium. Contrairement au test de flexion en trois points, il présente une répartition uniforme des contraintes entre les supports supérieurs du dispositif de flexion et un cisaillement nul dans cette zone. Le dispositif de flexion à quatre points permet une articulation indépendante et le pivotement de tous les rouleaux autour de l'éprouvette pour s'adapter à la surface de l'éprouvette (fig. IV.1) et fig. IV.2). En fait, les paires de rouleaux supérieures ou inférieures sont libres de pivoter pour répartir la force uniformément sur les cylindres de chaque côté ; en évitant la mesure de contraintes de frottement supplémentaires.

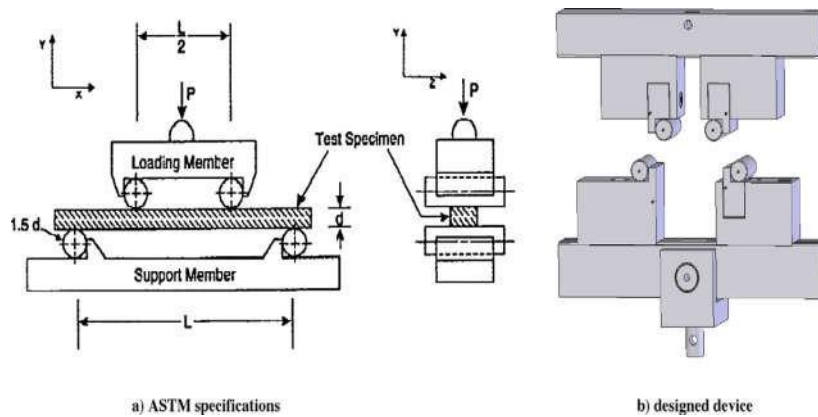


Fig.IV.1. Dispositif de flexion à quatre points utilisé.

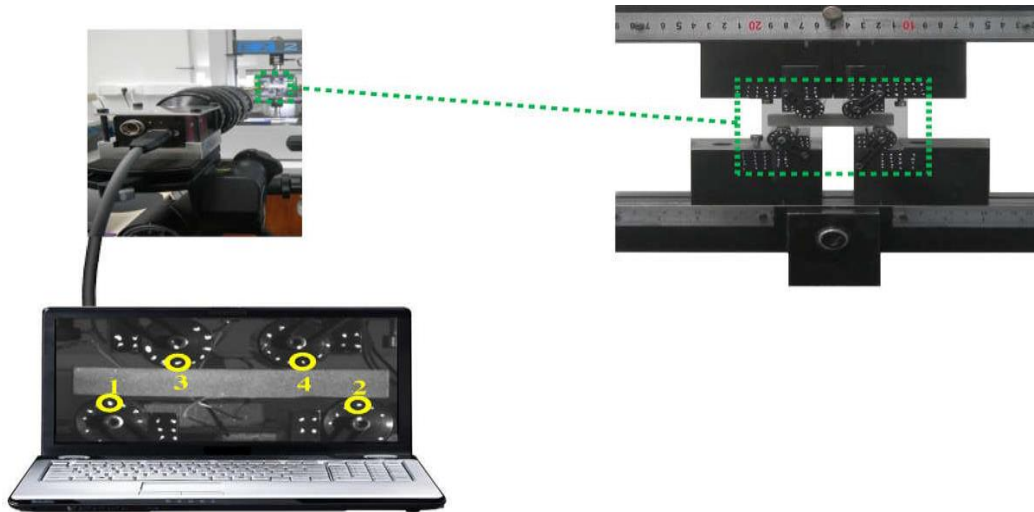


Fig.IV.2. Calendrier de capture d'image numérique.

La contrainte de flexion σ (MPa) et le module d'Young E (GPa) sont déduits à l'aide des relations établies dans le cadre de la poutre élastique linéaire. Elle suppose un comportement symétrique de traction-compression et conduit à des estimations sin correctes en cas de comportements mécaniques de traction-compression asymétriques non linéaires. Sa peut montrer de grandes différences entre les valeurs réelles et mesurées. Cet écart peut être d'environ 40% pour les contraintes de flexion à température ambiante en utilisant les équations classiques et celles utilisant la corrélation d'images numériques.

La configuration expérimentale (Fig. IV.2) inclue le dispositif de flexion illustré par la Fig. IV.1 et une presse électromécanique MTS avec une cellule de chargement de 500 N. Une vitesse de déplacement constante de la traverse de 0,5 mm / min a été utilisé. De plus, une caméra numérique CMOS de résolution (2560 pixels \times 1920 pixels) est utilisée pour enregistrer les images de la surface de l'échantillon pendant le chargement, afin de réaliser des mesures optiques. La fréquence d'acquisition était de 1 image par seconde.

Les mesures de déformation et de déplacement des matériaux soumis à des charges mécaniques sont des tâches importantes de la mécanique des solides expérimentale. Outre la technique de jauge de contrainte largement utilisée, diverses méthodes optiques sans contact à plein champ ont été développées. Dans cette étude, les mesures expérimentales ont été obtenues grâce à la technique de corrélation d'images numériques (DIC) pour les mesures de déformation des champs.

La DIC est basé sur l'analyse d'images numériques successives d'un même échantillon lors d'un test mécanique. Le processus DIC utilisé consiste à calculer les déplacements sur des points spécifiques définis par une grille virtuelle sur un sous-ensemble D entourant le point considéré dans les deux états (Fig. IV.3).

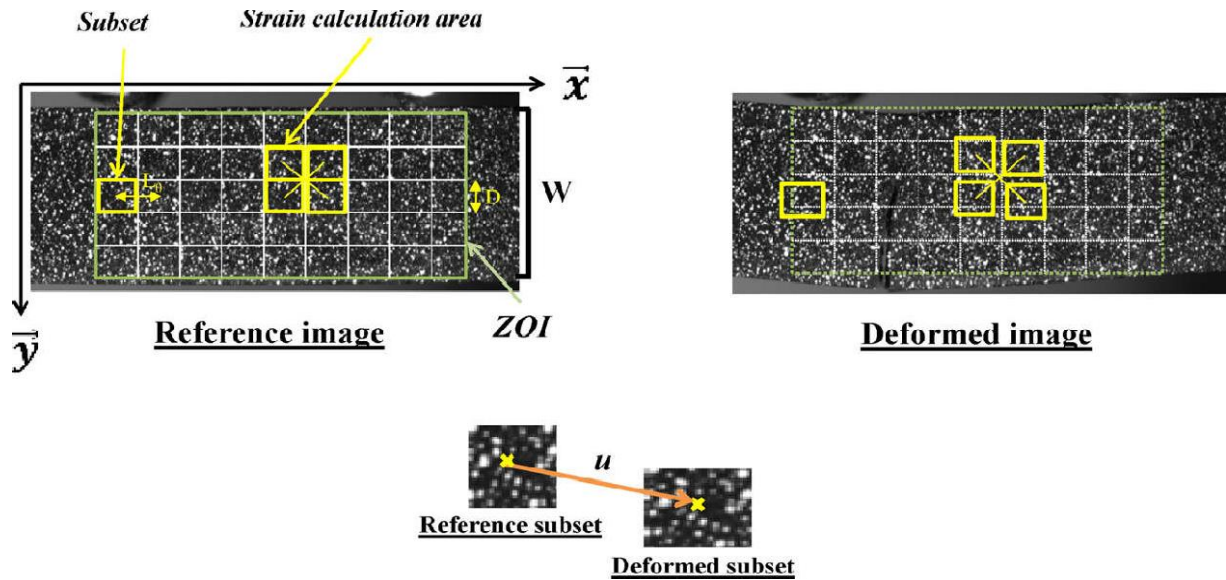


Fig.IV.3. Principe de la corrélation d'images numériques. Largeur = 10,5 mm = 288 pixels

Les déplacements sont définis par une transformation matérielle plane φ liant les coordonnées de l'état de référence (X) à celles de l'état déformé (x) par l'équation suivante:

$$x = \varphi (X) \quad (4.1)$$

φ représente les variations de déformation locales du matériau et peut être défini par un développement de Taylor au centre X de D dans l'état de référence:

$$\varphi(X) = X + u(X) \approx X + u(X_0) + \frac{\partial u}{\partial X}(X_0) \cdot (X - X_0) \quad (4.2)$$

Il correspond à un mouvement de corps rigide combiné à une déformation homogène au premier ordre. La translation du corps rigide est définie par le déplacement $u(X)$ du centre du sous-ensemble. Le gradient de déplacement local $\frac{\partial u}{\partial X}(X_0)$ prend en compte la rotation du

corps rigide et la déformation locale du sous-ensemble. La transformation du matériau est alors composée de 2 paramètres de déplacement rigide (u, v) et de quatre paramètres de gradients locaux $(\frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y})$. Le degré de similitude entre f et g , qui correspondent

respectivement aux niveaux de gris de l'état de référence et de l'état déformé, est donné par la minimisation du coefficient de corrélation C :

$$c = 1 - \frac{\sum_{x \in D} (f(x) - \bar{fD}) \cdot (g(\phi(x)) - \bar{gD})}{\sqrt{\sum_{x \in D} (f(x) - \bar{fD})^2 \cdot \sum_{x \in D} (g(\phi(x)) - \bar{gD})^2}} \quad (4.3)$$

où \bar{f} et \bar{g} sont les moyennes des niveaux de gris sur D et $\phi(D)$.

Pour calculer les déformations, les composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange E sont données par:

$$\underline{E} = \frac{1}{2} (\underline{F}^T \underline{F} - \underline{I}) \quad (4.4)$$

où \underline{F} est le gradient de la transformation plane:

$$\underline{F} = \frac{\partial \underline{x}}{\partial \underline{X}} = \underline{I} + \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} \quad (4.5)$$

Les composants du gradient $\partial U / \partial X$ sont calculés la méthode des différences finies. Nous sélectionnons deux vecteurs ($dX1, dX2$) parmi les 4 points voisins de X_0 à l'état initial (Fig. IV. 3). Ces deux vecteurs décrivent une croix centrée sur X_0 et définissent un parallélogramme où on peut considérer le F comme homogène. l_0 est le pas de la grille uniforme. Dans ce cas, la longueur de la jauge est égale à $l_0 \sqrt{2}$. Dans le cas de Al_2TiO_5 , la corrélation peut être faite en utilisant le speckle naturel de la texture, mais dans cette étude, afin d'avoir plus de contraste de niveau de gris (lié à la précision), des taches ont été déposées sur la surface (Fig. IV. 3). Concernant la préparation de la surface de l'échantillon, une couche de peinture noire opaque est déposée sur la surface de l'échantillon puis séchée. Après cela, des taches blanches seront soigneusement projetées à l'aide de peinture en aérosol.

IV.3. Matériel et méthode de la deuxième étude :

Le mélange utilisé est composé de poudre d'alumine α pure et d'un agent gélifiant (une gélatine naturelle) ayant une force de gel élevée, caractérisée par un degré de bloom de 279, reflétant un poids moléculaire moyen élevé de ses constituants. Une poudre polyéthylène (PE) commercial a été choisi comme pyrogène de densité $0,93 \text{ g cm}^{-3}$. Le mélange de poudre été d'abord tamisé en plusieurs tailles, parmi lesquelles deux familles ont été sélectionnées, l'une caractérisée par des diamètres compris entre 224 et 355 μm (grandes sphères, désigné par s) et la dernière constituée de sphères inférieures à 125 μm en taille (petites sphères, désignées par ss).

La procédure de traitement des céramiques poreuses par coulée sur gel a été détaillée ailleurs. Brièvement, une suspension aqueuse stable de poudre d'alumine (teneur en matières solides 60% en poids) a d'abord été préparée et une quantité appropriée de sphères de PE tamisées a

ensuite été ajoutée et homogénéisée avant l'addition de gélatine. Des pourcentages en volume de sphères PE compris entre 40 et 65% ont été utilisés. La suspension céramique est chauffée à 60° C et mélangé avec une solution aqueuse de gélatine ; la quantité totale d'agent gélifiant était de 2% en poids et la teneur finale en alumine était de 50% en poids.

Pour éviter d'emprisonner des bulles d'air pendant le coulage, les moules étaient remplis sous vide (10^{-2} Pa) à la température ambiante, en utilisant une suspension préchauffée à 60°C. Finalement, une gélification s'est produite pendant le refroidissement libre jusqu'à la température ambiante.

Les échantillons coulés ont ensuite été séchés à température ambiante sous température et humidité relative contrôlées pour éviter les contraintes internes et la fissuration qui en résulte. Après démoulage, un traitement thermique complexe a d'abord été effectué pour décomposer les matières organiques. Après frittage avec une vitesse d'échauffement de 0,5 mm/min, des échantillons cylindriques poreux (diamètre 9 mm, hauteur 12 mm) sont obtenus.

Des essais de compressions ont été développés sur ces échantillons. Le rapport de la taille caractéristique de l'échantillon sur la plus grande hétérogénéité des matériaux (le diamètre maximal des pores) peut être estimé à environ 20 dans le cas des plus grands pores. Ce rapport est considéré comme suffisant pour caractériser un volume représentatif du matériau.

IV.4. Résultat et discussions de la première étude :

La figure V.4 représente une courbe charge-flexion non linéaire du matériau étudié. Un tel comportement mécanique est dû au réseau dense de microfissures à la limite des grains - qui se crée lors du refroidissement et qui est la particularité microstructurale de ces éprouvettes caractérisées par de grandes déformations à la rupture - qui permet des mouvements libres entre les grains. Elle s'explique par la présence d'un volume important de microfissures qui influence fortement le comportement en déformation du matériau. En effet un volume de microfissure plus élevé conduit à des déformations plus importantes pour rompre le matériau car il est proportionnel aux microfissures aux limites des grains. Par conséquent, plus la largeur moyenne des microfissures aux limites des grains n'est grande, plus le volume des microfissures est élevé et donc des déformations à la rupture plus importantes sont obtenues.

Selon les données expérimentales des sept échantillons testés, le module de Young apparent et la contrainte ont été calculés et les valeurs obtenues étaient $E = 5,28 \pm 0,38$ GPa et $\sigma = 10,16 \pm 0,87$ MPa.

Le module de Young apparent a été calculé dans la partie linéaire de la courbe charge-déplacement (Fig. IV. 4) qui engage une symétrie entre tension et compression comme cela sera montré plus loin (Fig.5, 6 et 7). Par rapport aux propriétés mécaniques obtenues dans les études précédentes sur un échantillon NF AT ($E = 13,1$ GPa et $\sigma = 11,8$ MPa), les résultats mécaniques d'un échantillon VF présentent une faible rigidité avec l'augmentation de la capacité de déformation due à sa microstructure. En outre, il est évident que plus le matériau est micro fissuré, plus le module de Young est faible.

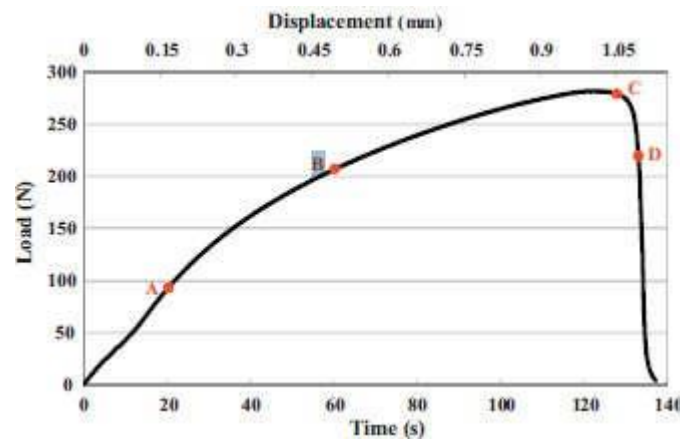


Fig.IV.4. Courbe charge-flexion de VF. Les points A, B, C et D représentent les quatre temps choisis pour les mesures de déformation en plein champ.

IV.4.1. Comportement asymétrique du titanate d'aluminium pendant l'essai de flexion

Pour souligner le comportement asymétrique de l'AT, cette étude s'est concentrée sur la variation de la position de la fibre neutre avec l'augmentation de la charge appliquée. «Fibre», dans ce contexte, se réfère à un mince volume de matériau, parallèle à l'axe longitudinal, qui peut être considéré comme étiré ou comprimé de manière homogène. Cette fibre neutre est la partie de l'échantillon qui garde la forme de l'échantillon mais qui n'est pas soumise à des contraintes de traction ou de compression donc elle correspond à une zone de déformation nulle. Comme cela sera décrit, la variation de la fibre neutre dans le cas d'un échantillon VF repose sur la distribution asymétrique de la contrainte contrairement à une distribution symétrique dans le cas d'un échantillon d'aluminium AU4G (AlCu_4MgSi) qui est appelé 2017A dans les normes ASTM et EN-573. Cette différence de comportement induit une

grande capacité de déformation du matériau VF sous charge de choc thermique. A partir de la corrélation d'image numérique, l'évolution des champs de déformation en fonction du temps pour l'échantillon AU4G révèle une distribution symétrique des contraintes de traction-compression (Fig. IV.5.a). Dans le même temps, les champs de déformation obtenus à partir de l'échantillon VF mettent en évidence un comportement de traction-compression asymétrique qui induit la translation progressive de la fibre neutre lorsque la charge augmente vers la partie compressive de l'échantillon (Fig. IV.5.b). Ces résultats ont été obtenus en utilisant une zone d'intérêt (ZOI) située sur un échantillon de surface entre les roulements intérieurs. Selon le principe DIC, cette zone est subdivisée en utilisant dessous-ensembles de $32 \text{ pixels} \times 32 \text{ pixels}$ avec un écart de $8 \text{ pixels} \times 8 \text{ pixels}$ et un facteur d'échelle égale à $0,037286 \text{ mm} / \text{pixel}$. Le logiciel de corrélation utilisé ici s'appelle Corre la qui a été développé par l'institut P prime.

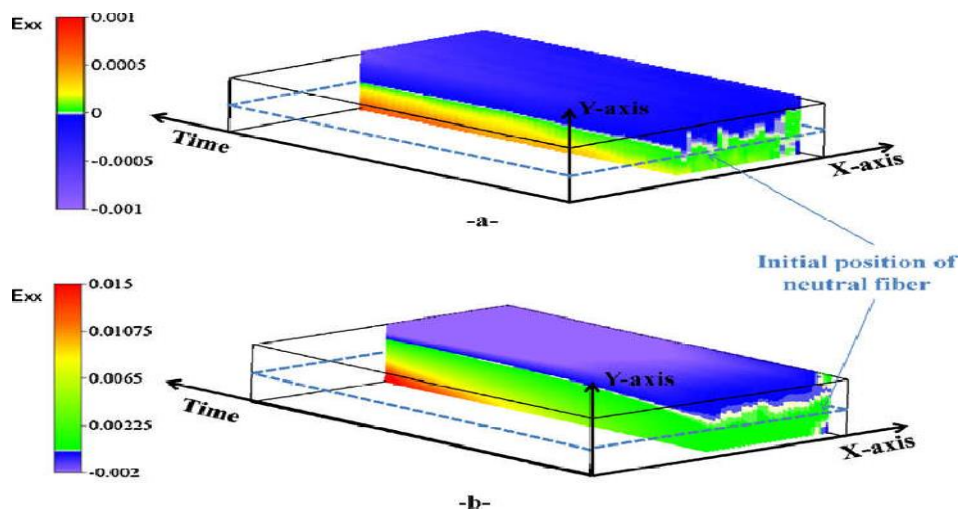


Fig.IV.5. Évolution des champs de déformation pendant l'essai de flexion pour l'échantillon AU4G (a) et l'échantillon VF (b).

Afin d'effectuer une analyse détaillée de l'évolution de l'asymétrie, quatre cartes de déformations longitudinales sont représentées en Fig. IV.6.

Ces cartographies correspondent, dans la courbe de déformation, à la fin de l'étape linéaire (point A), un temps dans la zone non linéaire (B), après le pic de charge (C) et un temps pendant la chute de la charge (D) lors de l'essai mécanique de VF. La position de la fibre neutre est représentée par un contour noir.

Selon les quatre cartes, la position de la fibre neutre est variable et dépend de l'état de chargement. Dans le cas de l'échantillon VF, il était au milieu de l'échantillon au début du test et monte alors que la valeur de contrainte augmente. Ce déplacement est dû à la différence entre les intensités de contrainte de traction et de compression dont la somme doit être égale à zéro.

En effet, la partie supérieure est soumise à une charge de compression (contrainte de retrait), tandis que la partie inférieure est soumise à une contrainte de traction (contrainte d'allongement). Au début du test (A), les deux phénomènes de compression et de traction sont en équilibre et sont symétriques. Lors de l'essai, pour une même contrainte appliquée, les efforts de traction sont de plus en plus élevés par rapport aux efforts de compression. Les zones stimulées mécaniquement en B, qui correspondent à la partie inférieure de l'échantillon, deviennent progressivement remarquables. Lors de l'essai, cette zone est localisée et concentrée là où la fissure apparaîtrait en surface (C). Enfin, la propagation de la fissure a provoqué des dommages dans le matériau. C'est pourquoi les valeurs de déformation obtenues par la méthode de corrélation sont perturbées par la présence de la fissure (D).

La même observation peut être remarquée sur la même ZOI en utilisant des fenêtres de corrélation de 256 pixels x 32 pixels avec un écart de 512 pixels x 32 pixels. Le calcul a été effectué sur deux colonnes de fenêtres de corrélation symétriques au milieu de l'échantillon. Ces résultats obtenus dans le cas des échantillons VF et AU4G sont représentés sur la figure IV.7.

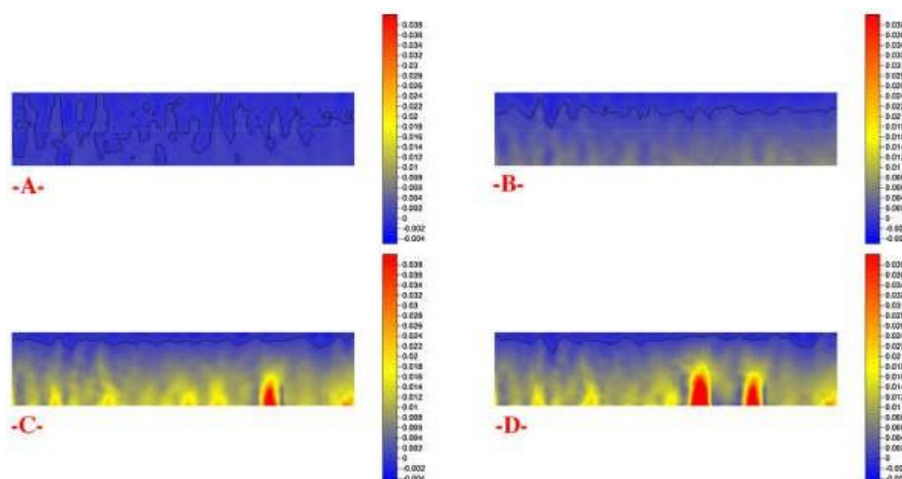


Fig. IV.6. Cartes des déformations le long de l'axe X pour les quatre temps définis à la Fig. IV.4.

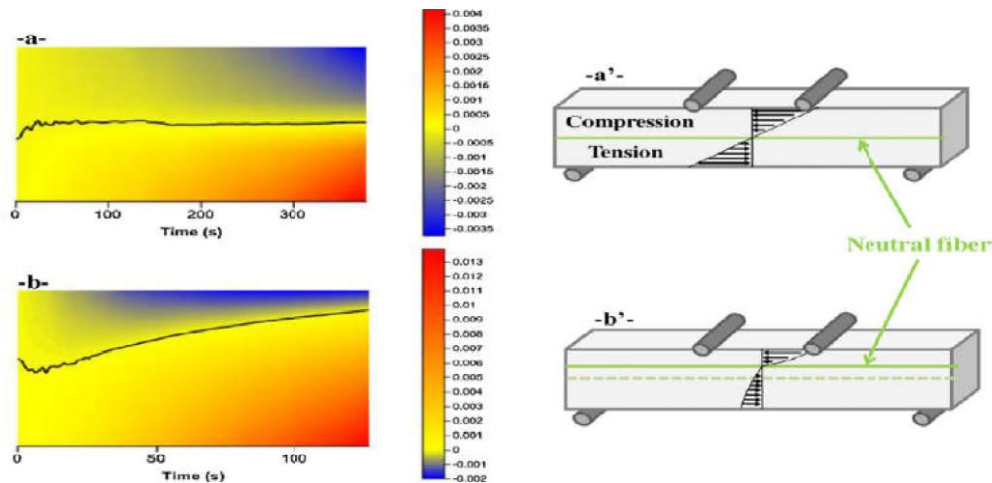


Fig.IV.7. Évolution des fibres neutres en termes de temps pour les échantillons AU4G (a) et VF (b)

A partir de l'évolution du comportement asymétrique de l'AT, le taux de compression / traction a été calculé et représenté sur la Fig. IV.8. Le taux de compression est calculé comme le rapport entre la hauteur compressée et la hauteur de la section. De la même manière, le rapport de traction peut être évalué en considérant la hauteur de la tension. Selon les résultats précédents représentés sur la figure IV.4, le comportement symétrique de l'échantillon correspond au domaine élastique. Au-delà de ce seuil, l'asymétrie et la non-linéarité du comportement de l'échantillon sont observées.

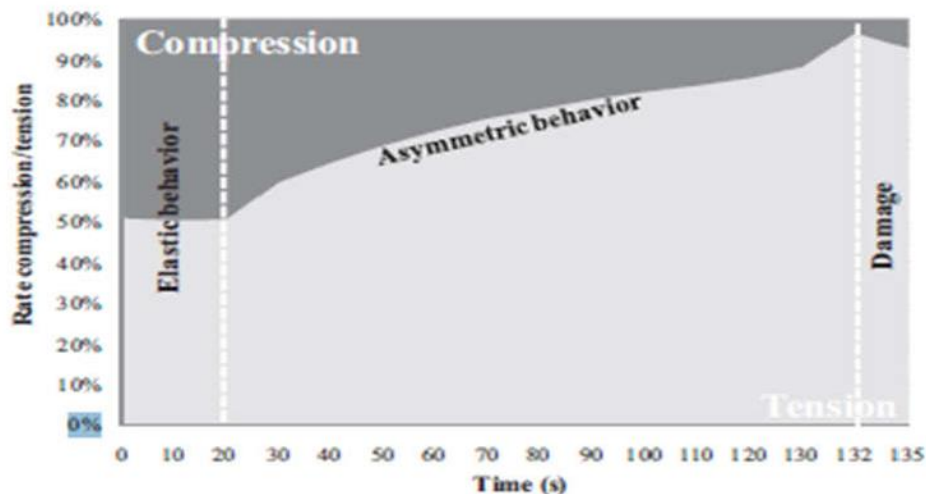


Fig.IV.8. Taux de compression / tension en fonction du temps.

Comme les méthodes conventionnelles de jauges, le découplage de la tension et de la compression dans cette étude a été réalisé grâce au DIC. À partir de mesures expérimentales obtenues par DIC, les courbes contraintes-déformations de compression et de tension sont tracées sur la figure IV.9.

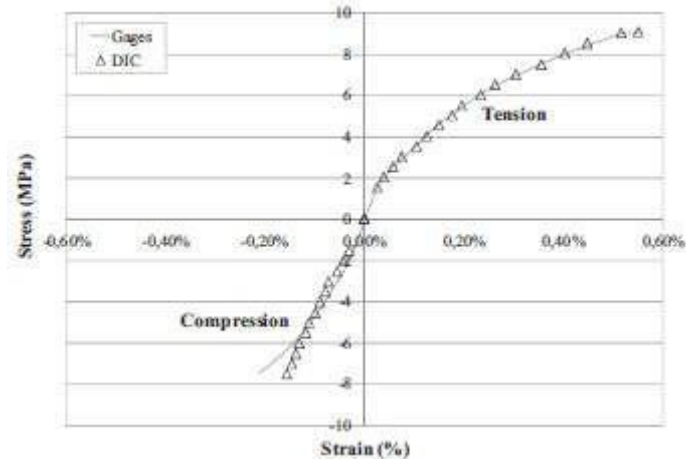


Fig.IV.9. Les résultats expérimentaux de l'AT obtenus en utilisant DIC et jauges conventionnelles

Grâce à ces courbes, les valeurs des modules de Young en compression et en traction ont été calculées et présentées dans le tableau IV.1.

	Compression (GPa)	Traction (GPa)
DIC	5.83	4.54
Jauge	5.67	4.43

Tab .IV.1. Valeurs des modules de Young

IV.5. Résultats et discussions de la deuxième étude :

IV.5.1. Densité et microstructure de l'alumine poreuse

Huit types différents de matériaux poreux et un matériau non poreux ont été préparés. Leurs acronymes, basés sur la fraction et la taille de l'EP, sont énumérés dans le [tableau IV.2](#). De plus, le [tableau IV.2](#) présente également la porosité attendue, la densité relative après frittage, la porosité apparente et la macroporosité développée après l'épuisement du PE. La porosité attendue a été calculée à partir de la quantité de départ de la poudre céramique et du formateur de pores ajoutés dans la suspension, en utilisant respectivement $3,96 \text{ g.cm}^{-3}$ et $0,93 \text{ g.cm}^{-3}$ comme valeurs de densité théorique pour l'alumine et le PE. La porosité apparente a été mesurée sur la base des valeurs de densité après frittage, rapportées à la densité théorique de l'alumine. Les spécimens « non poreux » ont été préparés comme référence pour caractériser les parois céramiques des matériaux poreux en termes de densité et de module de Weibull.

Tableau IV.2. Acronymes et caractéristiques des matériaux poreux gelcast. Osest le matériau dense de référence, bs représente les grandes sphères, ss représente les petites sphères. La dispersion en densité est inférieure à 4%.

Sample designation	Expected porosity (vol%)	Apparent density (g/cm ³)	Apparent porosity (vol%)	Macro-porosity due to PE spheres (vol%)
0s	0	3.84	3	0
40bs	40	2.32	41	40
40ss	40	2.74	31	29
50bs	50	2.22	44	42
50ss	50	2.43	39	37
60bs	60	1.52	62	60
60ss	60	1.44	64	63
65bs	65	1.02	74	73
65ss	65	1.10	72	71

Leur densité indiquait la présence d'une microporosité dans la structure d'alumine, estimée à 3% vol, due à une densification incomplète lors du traitement thermique. La macroporosité développée dans les échantillons poreux a ensuite été évaluée en supposant que la densité des parois solides est identique à celle des échantillons non poreux. On peut noter un écart entre la porosité attendue et expérimentale, qui peut s'expliquer en partie par la grande fraction volumique des pores dans les échantillons, en particulier pour la fraction de porosité la plus élevée. L'usinage des composants chauffés est une étape très délicate en raison de leur grande fragilité et peut entraîner une forme finale irrégulière.

La Fig. IV.10 montre les microstructures obtenues en augmentant la quantité de PE (Fig. IV.10a et b) et en utilisant le même volume de différentes fractions de formateurs de pores (Fig. IV.10b et c). Peu d'imperfections peuvent être notées: petites fissures reliant deux pores dues à des contraintes résiduelles lors du refroidissement après frittage ou agglomération des pores, une caractéristique commune des matériaux avec une microstructure non périodique et avec une fraction volumique de porosité aussi importante.

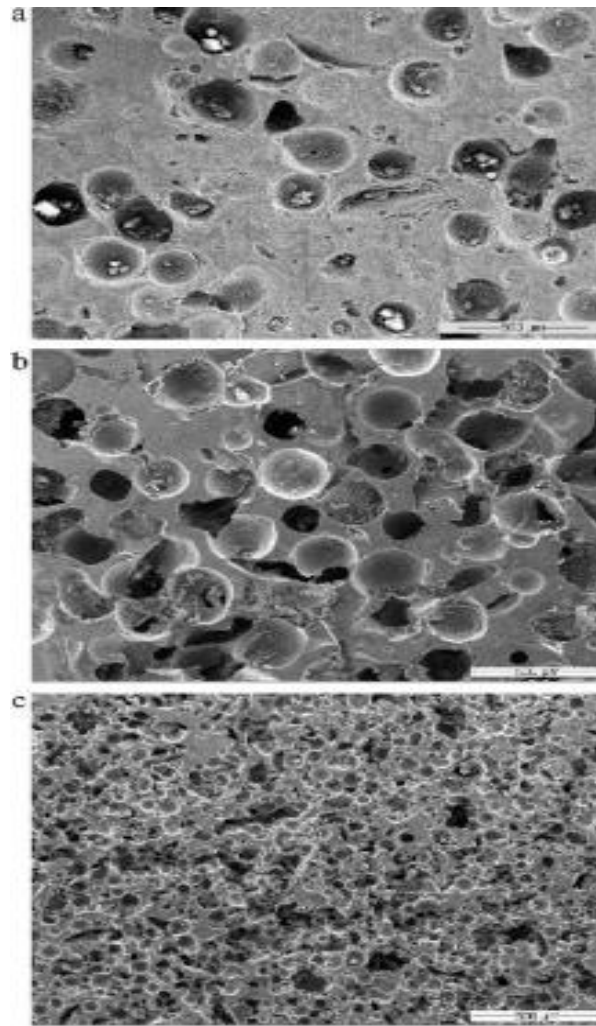


Fig. IV.10. Images SEM des coupes polies pour des échantillons préparés avec: (a) 40% en volume de grandes sphères, (b) 65% en volume de grandes sphères et (c) 65% en volume de petites sphères.

IV.5.2. Comportement de compression

a. Influence de la fraction volumique des pores :

Les courbes charge-déplacement enregistrées lors de la compression d'échantillons avec différentes quantités de pores sont reportées sur la Fig. IV.11. Les échantillons les moins poreux présentaient des courbes charge-déplacement caractérisées par un comportement élastique jusqu'à une rupture brutale, comme généralement enregistré pour les céramiques denses. La surface extérieure de l'échantillon après le test présentait des macro-fissures parallèles à la direction de la sollicitation. En revanche, les échantillons très poreux ont montré le comportement typique des mousses céramiques : après une phase linéaire initiale, la courbe charge – déplacement était caractérisée par un plateau dû à un effondrement progressif

de la phase solide par fracture des parois pleines entre les pores. Les chutes de charge constatées dans la phase plateau peuvent être associées à la propagation de petites fissures dans la céramique, soit par flexion de paroi, soit par flambage. La charge maximale atteinte lors de l'essai a été utilisée pour calculer la résistance à la compression du matériau poreux.

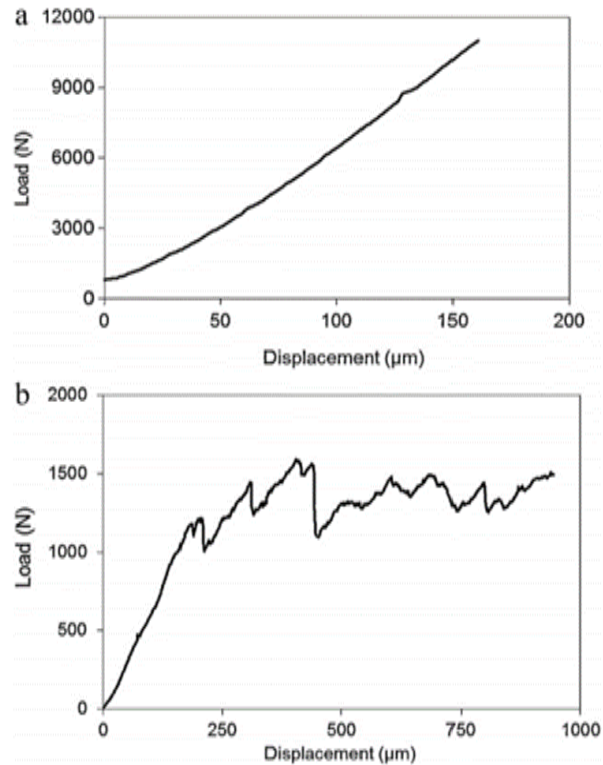


Fig. IV.11. Courbes de charge-déplacement typiques pour les échantillons préparés avec: (a) 40% en volume et (b) 65% en volume de formateur de pores (petites sphères)

Le tableau IV.3 recueille les valeurs moyennes, l'écart type et le coefficient de variation de la résistance à la compression des huit différents matériaux poreux énumérés dans le tableau IV.2, en utilisant sept échantillons par lot. Dans tous les cas, la résistance à la compression diminuait logiquement en augmentant les fractions de volume poreux. Une autre caractéristique importante peut être notée à partir des données: la dispersion relative de la résistance à la compression dépendait fortement de la fraction de porosité de la céramique; elle diminuait à mesure que la porosité augmentait (voir également la figure IV.12, dans laquelle les valeurs de chaque échantillon individuel sont données). Pour les échantillons avec de grandes sphères et des porosités relatives inférieures à 50% en volume, l'écart type relatif de la résistance à la compression est de 36%. Pour une fraction de porosité comprise

entre 60 et 70% en volume, l'écart type relatif est beaucoup plus faible, compris entre 10 et 15%.

Tableau. IV.3. Valeurs moyennes de la résistance à la compression de l'alumine poreuse.

Échantillons	Compressif Force (MPa)	Écart-type (MPa)	Coef ficient de variation (%)
40bs	170	68	40
40ss	160	58	36
50bs	158	70	44
50ss	215	32	15
60bs	38	6	16
60ss	62	5	8
65bs	9	1.2	13
65ss	16	2,4	15

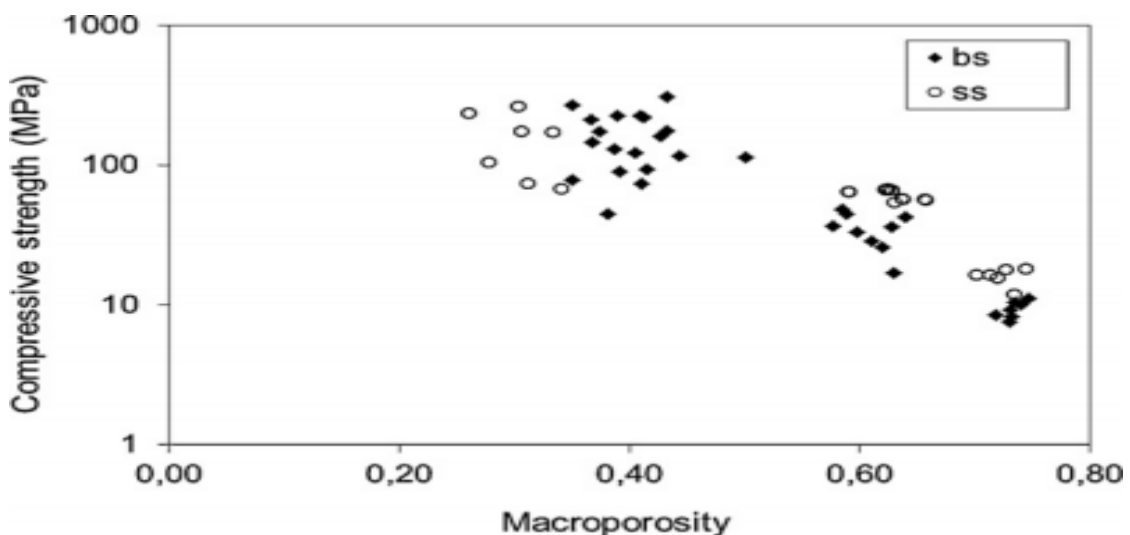


Fig. IV.12. Résistance à la compression par rapport à la fraction de macroporosit  de l'alumine poreuse

En plus des tests m caniques, la tomographie aux rayons X a  t  utilis e pour visualiser les dommages dans les mat riaux avec une fraction volumique de porositt diff rente.

Pour les  chantillons   faible porositt relative (environ 40% en volume), de grandes macrofissures ont  t  observ es (voir Fig. IV.13), la plupart parall les   la charge appliqu e. Ceci confirme le caract re cassant de l'alumine poreuse avec 40% en volume de pores dans un test de compression uni axiale. L'initiation de la fracture peut  tre attribu e   la pr sence de gros pores ou   une agglom ration de pores, et semble se produire pr f rentiellement   la surface

des échantillons. Pour une porosité relative supérieure à 50% vol, l'observation des échantillons a confirmé une évolution progressive des dommages au cours du test (voir Fig. IV.14, montrant l'évolution d'une coupe 2D avec une charge appliquée croissante). Le mode d'endommagement était différent de celui observé à plus faible porosité: les fissures étaient plus petites, leur longueur étant contrôlée par l'épaisseur des parois pleines entre les pores, et la densité des fissures était très importante pendant le plateau de contraintes. La localisation de la déformation dans quelques fissures macroscopiques peut être notée dans l'échantillon, associée à la fragmentation de l'échantillon car le test de compression n'est pas retenu latéralement.

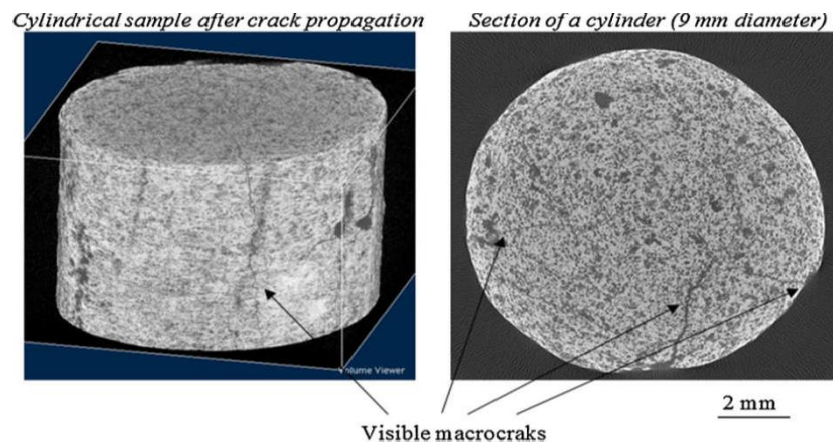


Fig. IV.13. Images de tomographie aux rayons X d'un échantillon avec 39% vol de porosité (petits pores), après rupture fragile en compression.

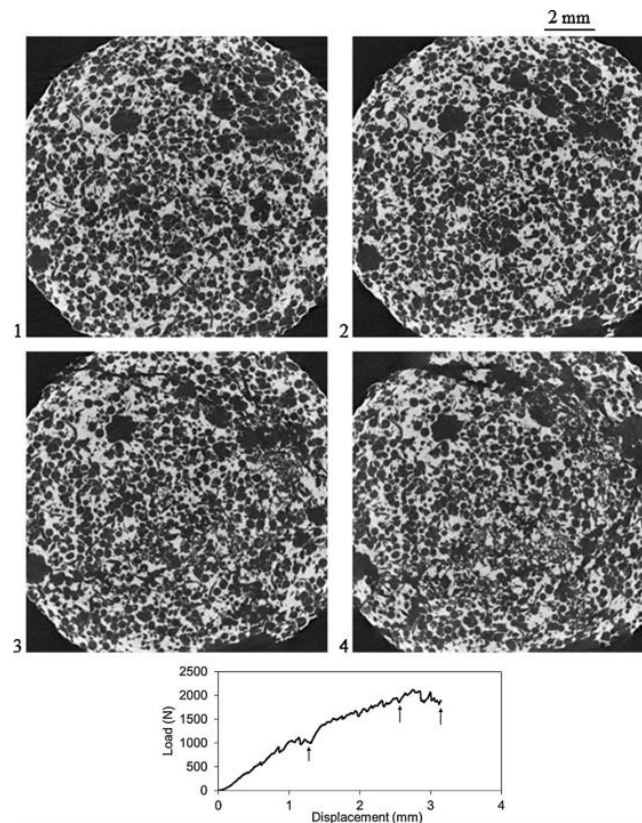


Fig. IV.14 (a) Images successives de tomographie aux rayons X (coupes reconstruites) d'un échantillon avec 66% vol de porosité (grands pores) testés en compression. La première image est à zéro charge appliquée. (b) Courbe charge-déflexion du même échantillon, avec des flèches indiquant quand les images ont été prises.

b. Influence de la taille des pores

La comparaison entre les échantillons à grands et petits pores (marqués respectivement bs et ss) a conduit à des observations différentes en fonction de la fraction de porosité. Pour les plus faibles quantités de macropores de cette étude (inférieures à 40% en volume), la grande dispersion dans les données expérimentales ne permet pas de tirer de conclusion sur l'effet de taille de la porosité sur la résistance à la compression. A une porosité relativement élevée (supérieure à 50% en volume), il apparaît clairement que les échantillons avec de petits pores ont atteint les résistances à la compression les plus élevées. Pour la porosité attendue de 60 à 65% en volume (soit 62 et 74% en volume de macroporosité relative), l'augmentation de la résistance à la rupture pour les petits pores par rapport aux grands pores est de 63% et 68% respectivement.

IV.5.3. Discussions

a. Mode de fracture avec porosité

Les résultats des tests effectués dans cette étude montrent qu'en plus de l'influence logique de la fraction de porosité sur la résistance à la compression, un changement du mode de rupture se produit lorsque la porosité relative du matériau augmente (voir Fig. IV.12 pour les courbes charge – déplacement):

Pour une porosité relative inférieure à 50 %,

La courbe charge-déplacement en compression est typique d'une rupture fragile avec propagation de quelques fissures longues, parallèles à la direction de chargement. La fracture par compression des céramiques à faible teneur en pores sphériques a déjà été modélisée dans la littérature. Dans un premier temps, des fissures de traction surgissent des pores sphériques les plus grands, parallèlement à la contrainte de compression appliquée, suivies d'une propagation stable et d'une interaction fissure-fissure, conduisant à la rupture finale de l'éprouvette.

Pour une porosité relative supérieure à 50%,

Le comportement du matériau en compression est similaire à celui décrit pour les céramiques cellulaires, avec une fracture des parois pleines entre les pores et une accumulation progressive des dommages.

Cette transition entre une fracture fragile et une fracture de type cellulaire peut être illustrée par une transition d'un matériau solide, dont les propriétés mécaniques sont contrôlées par la présence de pores isolés, à un matériau hautement poreux où les propriétés mécaniques sont contrôlées par la distribution de la phase solide.

L'évolution du mode de fracture de l'alumine poreuse décrite ici est associée à une modification de la dispersion expérimentale de la contrainte de rupture. Pour les échantillons avec une fraction de porosité inférieure à 50% vol, l'écart type relatif est proche de 40%, une valeur aussi élevée étant liée à la fracture fragile, avec une forte influence des pores les plus gros, l'agglomération des pores ou la présence de fissures sur la force. Pour une fraction de porosité plus élevée, l'écart type relatif est beaucoup plus faible. La résistance à la compression est moins sensible à une première propagation de microfissures, mais résulte du développement d'une zone endommagée.

b. Influence de la taille des pores sur la résistance à la compression

Dans l'alumine poreuse, l'effet de la taille des pores dans la résistance à la compression se révèle différent sur la base du comportement à la rupture du matériau. En dessous de la porosité à la transition, dans le cas d'une fracture fragile, la dispersion des données expérimentales est trop large pour noter une influence quelconque de la taille des pores. Pour une fraction de porosité au-dessus de la transition, dans le cas d'une fracture de type cellulaire, un effet de taille de pore est noté avec une plus grande porosité donnant une résistance à la rupture plus faible (voir [tableau IV.3](#)).

Conclusion :

Dans le premier article, les matériaux en titanate d'aluminium ont été étudiés en raison de leurs propriétés intéressantes. Leur microstructure pourrait être utilisée comme modèle pour les matériaux réfractaires afin d'améliorer leur résistance aux chocs thermiques et d'élargir leurs applications. Cette étude met en évidence les comportements ductiles asymétriques et non linéaires de ce matériau lors des essais de flexion en quatre points à température ambiante grâce à la corrélation d'images numériques. Les propriétés élastiques telles que le module de Young ont été mesurées dans la zone linéaire; ils dépendent de l'état de la microstructure des matériaux (densité faible ou élevée de microfissures).

La deuxième étude s'est concentrée sur la caractérisation mécanique de matériaux d'alumine poreuse avec une très large gamme de porosité, de 30 à 75% vol. L'étude montre que le comportement mécanique de l'alumine hautement poreuse en compression montre une transition d'une rupture fragile à un comportement plus dommageable lorsque la porosité relative augmente.

Les deux articles présents donc deux méthodes de caractérisation des céramiques à base d'alumine utilisée en industrie tel que matériaux réfractaires pour les fours. La première par méthode non destructive (DIC) pour mesurer les contraintes de traction et compression et la deuxième par méthode conventionnelle pour déterminer les contraintes de compressions en fonction de la porosité.

La technique du DIC permet de mesurer des déplacements et des déformations micrométriques et de présenter les champs de déformations sur toutes les surfaces des échantillons sous test au lieu de donner des valeurs moyennes. Cette méthodologie peut être considérée comme une nouvelle méthode de caractérisation des céramiques fragiles au lieu d'utiliser des formules linéaires conventionnelles basées sur des hypothèses pas toujours valables ou modélisation par élément finie.

Articles

Premier article

[1] S. Meille a,*, M. Lombardi b, J. Chevalier a, L. Montanaro, Mechanical properties of porous ceramics in compression: On the transition between elastic, brittle, and cellular behavior, *Journal of the European Ceramic Society* 32 (2012) 3959–3967

Deuxième article

[2] Y. Belrhiti a, and other, Application of optical methods to investigate the non-linear asymmetric behavior of ceramics exhibiting large strain to rupture by four-points bending test, *Journal of the European Ceramic Society* 32 (2012) 4073–4081

BIBLIOGRAPHIES

- [1] Kingery W. D, Bowen H. K and Uhlman D. R, "Introduction to Ceramics", 2nd Ed., John Wiley & Sons, New York, P.P 540-560 (1975)
- [2] Elaboration et caractérisation d'un composite à dispersion à base d'alumine et de zircon
- [3] I. Levin and D. Brandon, « Metastable alumina polymorphs: crystal structures and transition sequences », J. Am. Ceram. Soc., vol.81(8), p. 1995-2012, 1998
- [4] Jean Marie Houssons ,céramique pour l'électronique et l'électrotechnique ,les presses polytechniques et universitaires romandes (2002)
- [5] J.S. REED, "Introduction to the Principles of Ceramic Processing" 2nd Edition, J. Wiley, NY, 1995
- [6] Gilbert Fantozzi , les céramiques industrielles propriétés ,mise en forme et applications
- [7]. W. Kingery, « Introduction to ceramics », John Wiley and Sons éd, New York, 1960.
- [8] Gilbert. Fantozzi.Les céramique industrielles, propriétés, mise en forme et applications.
- [9] H.Schyns .cours chimie des matériaux céramique
- [10] F. H. Norton, Ed., Robert E. Krieger, USA, 27 (1978)
- [11] F.H.Norton, Fine ceramics, technology and applications, R.E.Krieger Editions, (1978)
- [12] N. Oubagha. (2011) Décantation des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants par des matériaux naturels et synthétique. Tizi-Ouzou.

- [13] NM.Harrat. (2007) Contribution à l'amélioration du procédé de Fabrication de la céramique. Etude sur site : unité Mergheb céramique de Touggourt. Mémoire de magister. Ouargla
- [14] Z. Belmri, (2008) Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de Kaolin DD et KT2. Mémoire magister, Constantine
- [15] M.R. Boudchicha. (2005) Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de Kaolin-Dolomite. Thèse de Doctorat.
- [16] A. Vatan, « Manuel de Sédimentologie », Ed., Thecnip., Paris, 383-385 (1967)
- [17] G. Aliprandi, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques », 1, Ed., septima. Paris, 85-94 (1979)
- [18] N. M. Trackov, 1, Ed., AK. Nauk., Moscow, 212 (1962)
- [19] A. JOURDAIN, F. BENOT-CATIO, "La technologie des produits céramiques réfractaires", Ed. MASSON, Paris, p. 20-40 (1966).
- [20] J.Konta, *Properties of ceramic raw materials*, Ceramic Monographs-Handbook of Ceramics, (1979)
- [21] M.Kuzvart, J.Konta, *Kaolin and laterite weathering crusts in Europe*, Acta University Carolina Geologica, p.1-19,(1968
- [22] B.Sonuparlak, M.Sarikaya, A.Aksay, *Spinel phase formation at the 980°C exothermic reaction in the kaolinite to mullite reaction series*, Journal American Ceramic Society, p.837 842, (1987)
- [23] Bish D. L., DREELE R.B.V., (1989). Rietveld refinement of hydrogen atom position in kaolinite, *Clays and minerals*, 37, 289-296.
- [24] Boukoffa M, (2008). thèse de Magister « Caractérisation géologique, géochimique et minéralogique du phénomène de kaolinisation du gisement de Tamazert – Jijel », Université d'annaba

- [25] *Belamri Zehira* . Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2.. 27 / 04 / 2008
- [26] Jacques Barbe. Chimie minérale raisonné. Edition de Santé. Paris. 1996. p 246-250
- [27] A. Bouyoucef, Thèse Doctorat d'Etat, Univ. Mentouri, (2003)
- [28] K.Okada, N.Otsuka, J.Osaka, Characterization of spinel phase formed in the kaolin-mullite thermal sequence, Journal American Ceramic Society, p.C251-C253, (1986)
- [29] Jean.Marie .Houssonne .Céramiques et verres ,princpr est technique d'élaboration
- [30] [30] M.A Abudalazez, Mémoire de Master: Preparation and characterization of opaque dental porcelain powder as filler in denture base poly (methyl methacrylate), (2009).
- [31] A. Morin (Assistante), I. Lopez (Assistante), J.-L. Coeuriot , P. Millet , EMCOndologie1 , P .1–12, (2005)
- [32] F .James,H. Shackelford Robert. Doremus Editors, book, Library of Congress Control Number: 2007938894: Ceramic and Glass Materials Structure, Properties and Processing, (2008).
- [33] G.Dantelle, Thèse de doctorat, Université de Paris VI : Vitrocéramiques oxyfluorées transparentes dopées par des ions lanthanides Matériaux nano-composites luminescents à 1.5 μm
- [34] P. BOCH, « Matériaux et processus céramiques », Hermes Science Europe Ltd,
- [35] W. WU, G. Jiang, R. H. Wagoner and G. S. Daehn, Experimental and Numerical Investigation of Idealized Consolidation Part 1: Static Compaction, Acta Mater., 2000, Vol. 48, pp. 4323–4330 (2001)
- [36] W.D. Kingery, H.K. Bowen, D.R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, second Edition, John Wiley & Sons, 1975, 1032
- [37] J. S. Reed, Principles of ceramics processing, Ed. A Wiley Interscience

Publication, Second Ed., 1995, 658p

- [38] S. Kalpakjian, Manufacturing Process for Engineering Materials, Addison- Wisley Publishing Company, 1984, 839 p.
- [39] A.G.King, Ceramic technology and processing, Ed. Noyes Public., 2002, 512
- [40] M. Eudier, Fabrication des produits frittés, Techniques de l'ingénieur, M864
- [41] G. Cizeron, le frittage sous son aspect physico chimique, l'industrie céramique, n° 611, 1968
- [42] G. C. Kuczynski, Mechanism of densification during sintering of metallic particles, Trans. AIME, pages, 1949
- [43] D. Bernache-Assolant, Chimie-physique du frittage, Edition Hermès Paris, Pages 178, 179, 194, 195, 214, 216, 288 et 306, (1993).
- [44] M. Descamps, « Frittage et évolution microstructurale de céramiques de type oxide. Application à l'alumine et à la zircone yttrée », thèse: Institut National Polytechnique de Grenoble et de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, France, 328 pages (1991).

Chapitre 2

- [1] J. Dorlot, J. Bailon et J. Masounave, Des Matériaux, (1986
- [2] F. Michael. Ashby. matériaux microstructures et procédés de mise en œuvre
- [3] Etude de la résistance au choc thermique d'un matériau fragile : cas d'une céramique type alumine , these Université FERHAT ABBAS
- [4] H. cours de chimie de matériau de céramique

- [5] Michael F. Ashby, *Choix des matériaux en conception mécanique*, Dunod, Paris (2000)
- [6] D.J.Green .*An Introduction to the mechanical properties of ceramics* ,cambridge solid state science series 1998
- [7] Jean.Marie Haussonne ,claud carry. *céramique et verres principes et techniques d'élaboration* .
- [8] 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).
- [9]Léo MAZEROLLES CNRS Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est 2-8 rue H. Dunant 94320 Thiais
- [10] Michaél F.Ashby. *Matériaux microstructure et procédés de mise en œuvre*
- [11]Approche biomécanique du choix des céramiques dans les reconstitutions partielles et unitaires collées ANNEE 2018 THESE POUR LE DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE
- [12] Jean .paul . Bailn .*Des matériaux*
- [13] G. Fantozzi, J. Chevalier, C. Olagnon, J.L.Chermant, *Creep of Ceramic Matrix Composites*, *Comprehensive Composites Materials*, Vol.4, ed. R. Warren, Elsevier, 2000
- [14] M.Barsoum, *Fundamentals of ceramics* , McGraw-Hill companies, Incn1997
- [15] « Toughness » , sur NDT Education Resource Center, Brian Larson, Editor, 2001-2011, The Collaboration for NDT Education, Iowa State University

- [16] J .C.Glandus, rupture fragile et résistance aux chocs thermiques de céramiques ,these université de limoges ,1981
- [17] Jean .Marie Houssonne .Céramique et verres principes et techniques d'élaboration
- [18]L. GREMILLARD INSA Lyon – MATEIS MATERiaux, Ingénierie et SciencesUMR CNRS 5510 L. GREMILLARD; ENSAM; Paris, 30 janvier
- [19] Kadouch, O., Rupture différée sous sollicitations mécaniques des ferrites spinelles NiZn [20]Hillig, W.B., Charles, R.J., in *High Strength Materials*, New York (USA), John Wiley and Sons, Inc., pp. 682-705, 1965MnZn, thèse de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1993
- [21] Daniel MICHEL Centre d'Études de Chimie Métallurgique - CNRS UPR2801 15, rue Georges Urbain - 94400 Vitry-sur-Seine
- [22] Evans, A.G., A Method for Evaluating the Time-Dependent Failure Characteristics of Brittle Materials - and its Application to Polycrystalline Alumina, *J. Mater. Sci.*, **7**, pp. 1137-1146, 1972
- [23] Evans, A.G., Wiederhorn, S.M., Crack Propagation and Failure Prediction in Silicon Nitride at Elevated Temperature, *J. Mater. Sci.*, **9**, pp. 270-278, 1974

Chapitre 3

- [1] MANALLAH Aïssa. ANALYSE ET CARACTÉRISATION DES SURFACES ET INTERFACES DES MATÉRIAUX DIÉLECTRIQUES, MÉTALLIQUES ET SEMICONDUCTEURS .18/12/2007
- [2] M. Françon, **Granularité laser, speckle, application en optique**, Paris, New York, Barcelone, Milan : Masson (1978).

- [3] J.W. Goodman, **Statistical Properties of Laser Speckle Patterns**, in *Laser speckle and related Phenomena*, Vol.9 in series *Topics in Applied Physics*, J.C. Dainty (Editor), Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo: Springer-Verlag, 1984.
- [4] E. Jakeman, **Speckle statistics with a small number of scatterers**, *Optical Engineering*, Vol. 23, No. 4, 453-461 (1984).
- [5] J. W. Goodman, "Some fundamental properties of speckle", *J. Opt. Soc. Am.*, Vol. 66, No. 11, 1145-1150, (1976)
- [6] J. W. Goodman, "Statistical properties of laser speckle patterns," in *laser speckle and related phenomena ed.*, C. J. Dainty, Springer-Verlag, Heidelberg, pp 9-75, (1975).
- [7] R. Jones and C. Wykes, "Holographic and speckle interferometry – A discussion of the theory, practice and application of the techniques," Cambridge University Press, Cambridge, pp.51-57, First edition (1983)
- [8] Lester I. Goldfisher, Autocorrelation Function and Power Spectral Density of Laser- Produced Speckle Patterns, *J. Opt. Soc. Am.*, Vol. 55, No. 3, 247-253 (1965). [9] Q.B. Li and F.P. Chiang, Three-dimensional dimension of laser speckle, *Applied Optics*, Vol. 31, No. 29, 6287-6291 (1992).
- [10]. J. D. Buchanan and e. al., "Forgery: „Fingerprinting“ documents and packaging," *Nature*, vol. 436, no. 7050, pp. 475-475, 2005.
- [11] J. Goodman, *Speckle phenomena in optics: theory and applications*, Englewood: Roberts and Company Publishers, 2007

- [12] J. Senarathna et al., *IEEE reviews in biomedical engineering*, **6**, 99–110 (2013).
- [13] I. Yamaguchi, “Theory and Applications of Speckle Displacement and Decorrelation,” In *Speckle Metrology*, Edited by Rajpal S.Sirohi. Marcel Dekker, Inc (1993).
- [14] Lester I. Goldfisher, Autocorrelation Function and Power Spectral Density of Laser-Produced Speckle Patterns, *J. Opt. Soc. Am.*, Vol. 55, No. 3, 247-253 (1965).
- [15] M. Sjö Dahl, “Calculation of speckle displacement, decorrelation, and object- point location in imaging systems,” *Appl. opt.* 34(34), 7998-8010 (1995).
- [16] I. Yamaguchi, “Theory and Applications of Speckle Displacement and Decorrelation,” In *Speckle Metrology*, Edited by Rajpal S.Sirohi. Marcel Dekker, Inc (1993).
- [18] E. Archbal, J.M. Burch, and A.E Ennos, “Recording of in-plane surface displacement by double-exposure speckle photography,” *Opt. Acta.* 17, 883-898 (1970).
- [19] J.N. Butters and J.A. Leendertz, “A double exposure technique for speckle pattern interferometry,” *J. Phys. E: Sci. Instrum* 4, 277-279 (1971).
- [20] E. Archbal and A.E. Ennos, “Displacement measurement from double exposure laser photography,” *Opt. Acta.* 19, 253-271 (1972).
- [21] Adams, F. D. and Maddux, G. E., *Synthesis of Holography and Speckle Photography to Measure 3-D Displacements.* *Appl. Opt.* 13(2) 1974. 2.
- [22] Adams and Gene E. Maddux, October 1975. 3. Adams, F. D. and Maddux, G. E., *On Speckle Diffraction Interferometry for Measuring Whole Field Displacements and Strains.* Air Force Flight Dynamics Lab., Tech. Report 72- 123, 1973

- [23] Rajpal S.Sirohi, "Speckle Methods in Experimental Mechanics," In Speckle metrology. Edited by Rajpal S.Sirohi. Marcel Dekker. Inc (1993).
- [24]K. A. Stetson, *A review of speckle photography and speckle interferometry*, Opt. Eng., Vol.14, pp.482-489 (1975).
- [25] Pramod K. Rastogi, "Techniques of displacement and deformation measurements in speckle metrology," In Speckle metrology. Edited by Rajpal S.Sirohi. Marcel Dekker. Inc (1993)
- [26] Pramod K. Rastogi, *Optical Measurement Techniques and Application*, Artech House, Inc (1997).
- [27] P. K. Rastogi, *Techniques of Displacement and Deformaion measurements in Speckle Metrology*, Speckle Metrology, ed, R. S. Sirohi, Marcel Dekker, Inc., (1993)
- [28] D.W. Li, J.B. Chen, and F.P. Chiang, "Statistical analysis of one-beam subjective laser-speckle interferometry," J. Opt. Soc. Am. A. Vol. 2. N° 5, 657- 666 (1985)
- [29].E. Archbold and A. E. Ennos, *Optica Acta*, 19, 253-271, 1972.
- [30] J. M. Huntley, *Speckle Photography Fringe Analysis: assessment of current algorithms*, Appl. Opt., 28,4316-22,1989
- [31]. R. S. Sirohi, F. S. Chau, *Optical Methods of Measurement*, Marcel Dekker, Inc. New York, 1999.
- [32] A. J. Moore M. Lucas and J. R. Tyrer, *An electronic speckle pattern interferometer for two-dimensional strain measurement*, Meas. Sci. Technol. 7, 1740-1747, 1996.
- [33] J.B. Chen, F.P. Chiang, "Statistical analysis of whole-field filtering of specklegram and its upper limit of measurement," J.O.S.A. Vol. 1, N° 8, 845- 849 (1984).
- .